



ESPAÑA

ES	11 21	NUMERO 445.970	A1
	22	FECHA DE PRESENTACION 11.3.76	

PATENTE DE INVENCION

P.- 62.530
Dr. L/U 2403

30) PRIORIDADES:	32) FECHA	33) PAIS
31) NUMERO A 1890/75	12.3.75	Austria

47) FECHA DE PUBLICIDAD	51) CLASIFICACION INTERNACIONAL COIF	62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
-------------------------	---	---------------------------------------

64) TITULO DE LA INVENCION

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE SOLUCIONES ACUOSAS CON UN CONTENIDO DE CLORURO DE MAGNESIO Y CLORURO DE CALCIO"

71) SOLICITANTE (S)

ÖSTERREICHISCH-AMERIKANISCHE MAGNESIT AKTIENGESELLSCHAFT

2 FEB. 1977

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

9545 Radenthein, Karnten, Austria

72) INVENTOR (ES)

Dr. Dipl.-Ing. Helmut Priemer

73) TITULAR (ES)

74) REPRESENTANTE

D. OSCAR DE ELZABURU FERNANDEZ

1 El invento concierne a un procedimiento pa-
ra la preparación de soluciones acuosas con un contenido
de 220 a 320 g/l de cloruro de magnesio y cloruro de calcio
en una cantidad de 4 a 6% en peso, referido a cloruro de
5 magnesio, para la producción de MgO por desdoblamiento tér-
mico, especialmente por tostación con atomización.

La obtención de magnesia sintética, es de-
cir MgO, por desdoblamiento térmico y especialmente por
tostación con atomización a partir de soluciones acuosas
10 que contienen cloruro de magnesio, está adquiriendo una im-
portancia cada vez mayor en los últimos tiempos. Para ello
son decisivas diferentes razones. Una razón consiste en que
la demanda de magnesia pura y sobre todo con elevado grado
de pureza se está haciendo constantemente creciente y que
15 con tal desdoblamiento térmico puede obtenerse magnesia con
un contenido de 99 a 99,5% de MgO, frente a lo cual una mag-
nesia obtenida con ayuda de diferentes procedimientos de
tratamiento físicos usuales, tales como tratamiento con lí-
quidos densos y/o flotación, por ejemplo a partir de magne-
20 sitas impuras, tiene un contenido de MgO esencialmente me-
nor. Otra razón del creciente interés en la preparación de
magnesia por desdoblamiento térmico consiste en que en tal
caso es posible llevar a aprovechamiento salmueras existen-
tes en la naturaleza y sales de desecho o soluciones con un
25 contenido de cloruro de magnesio que resultan en el trata-
miento de minerales que contienen MgO.

Se ha encontrado ahora que para la produc-
ción de MgO por desdoblamiento térmico, especialmente por
tostación con atomización, por ejemplo en un denominado
30 reactor Aman, son especialmente apropiadas soluciones acuo-

1 sas con un contenido de 220 a 320 g/l de cloruro de magne-
sio y cloruro de calcio en una cantidad de 4 a 6% en peso,
referido a cloruro de magnesio, y que tales soluciones acu-
sas se pueden obtener ventajosamente a partir de soluciones
5 con un determinado contenido de cloruro de calcio. Según
ello, el invento concierne a un procedimiento para la pre-
paración de soluciones acuosas del tipo indicado, que en su
esencia consiste en que se hace reaccionar una solución
acuosa, que contiene 220 a 320 g/l de cloruro de magnesio
10 y más de 6% en peso de cloruro de calcio, referido a cloru-
ro de magnesio, con dióxido de carbono y MgO en forma de
magnesia cáustica o hidróxido de magnesio, y porque se se-
para el carbonato de calcio precipitado. En esta reacción,
por lo tanto, se transforma cloruro de calcio en carbonato
15 de calcio, y a partir de la magnesia cáustica o del hidró-
xido de magnesio pasa a disolución en forma de cloruro de
magnesio una cantidad de Mg alícuota con respecto al Ca
reaccionado. La solución obtenida en tal caso puede ser em-
pleada, o bien directamente como tal o bien después de pre-
20 via concentración, para el desdoblamiento térmico, por ejem-
plo en un reactor Aman. Un contenido de 10 a 25 g/l de clo-
ruro de calcio en las soluciones da lugar a que en el des-
doblamiento térmico la magnesia resulte en la forma preferi-
da, de grano relativamente grueso. Bajo la designación "mag-
25 nesia cáustica", que aquí se utiliza, ha de entenderse una
magnesia obtenida por calentamiento, por ejemplo, de magne-
sita bruta o de hidróxido de magnesio, a una temperatura de
aproximadamente 600 hasta 1.100°C.

30 Como material de partida se puede utilizar
en el procedimiento de acuerdo con el invento, por ejemplo,

1 una solución obtenida por acción de cloruro de hidrógeno
gaseoso sobre una suspensión acuosa de magnesita bruta y/o
de residuos de magnesita. En una forma especial de realiza
ción se emplea como material de partida una solución obteni
5 da haciendo reaccionar con magnesita bruta un ácido clorhí
drico que contiene cloruro de calcio. Esta medida hace posi
ble aprovechar las lejías de lavado que contienen cloruro
de calcio, que se forman en el modo de procedimiento usual
para la preparación de magnesia en un reactor con atomiza
10 ción por desdoblamiento térmico de soluciones que contienen
cloruro de magnesio y cloruro de calcio, y por subsiguiente
lavado de la mezcla formada de MgO y cloruro de calcio, y
de este modo disminuir a un mínimo las pérdidas de cloruro,
que resultan de una retirada de CaCl_2 desde el sistema.

15 El invento es explicado con mayor detalle
con ayuda de los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1: En un recipiente revestido de modo resistente a
los ácidos y provisto con un agitador se introduce un ácido
clorhídrico aproximadamente al 20% (195 g de HCl/l, pH in
20 ferior a 0,1), que contiene cloruro de calcio, en una canti
dad de 1963 kg/hora de HCl y 118 kg/hora de CaCl_2 en 9.110
kg/hora de H_2O . Luego se introducen en el recipiente
2.746,2 kg/hora de magnesita bruta y después 238,8 kg/hora
de magnesia cáustica con la siguiente composición:

25

30

	Magnesita bruta	Magnesia cáustica	
1			
	MgO	37,8 %	72,2 %
	CaO	3,9 %	4,0 %
	SiO ₂	6,9 %	4,6 %
5	Fe ₂ O ₃	3,5 %	5,0 %
	Al ₂ O ₃	1,0 %	1,0 %
	Mn ₃ O ₄	0,1 %	0,1 %
	Cr ₂ O ₃	0,1 %	0,1 %
	<u>pérdida por calcina</u>		
10	<u>ción</u>	46,7 %	15,0 %

Mediante la adición de la magnesita bruta aumenta el valor del pH a aproximadamente 1, y al añadir seguidamente la magnesia cáustica sube a 5 hasta 6. En el caso de realización discontinua del procedimiento se disuelven en el transcurso de aproximadamente 2 horas la magnesita bruta y la magnesia cáustica a una temperatura de 80 hasta 85°C y al mismo tiempo, para la oxidación de los compuestos de hierro divalente existentes para formar compuestos de hierro trivalente se introduce una mezcla de ai re y cloro gaseoso. De este modo se precipitan los hidróxi dos de hierro, aluminio y manganeso (sesquióxidos).

La solución con un contenido de cloruro de magnesio y cloruro de calcio, obtenida en la reacción, la cual contiene también material insoluble, incluidos los hi dróxidos o sesquióxidos precipitados, es transferida desde el recipiente de disolución a un segundo recipiente con el fin de precipitar carbonato de calcio. Las cantidades trans feridas son de 2.365 kg/hora de MgCl₂, 349 kg/hora de CaCl₂ y 558 kg/hora de material insoluble en 9.594 kg/hora de H₂O. Al mismo tiempo se introducen en el segundo recipiente,

1 procedentes del recipiente de disolución 1.328 kg/hora de
CO₂, que se han formado al disolver la magnesita bruta. No
obstante, se puede utilizar también CO₂ en forma de gases
de escape de combustión. En el segundo recipiente se añaden
5 den a la solución, que entonces se encuentra en él, 83 kg/
hora de MgO en forma de magnesia cáustica fuertemente impu-
rificada con silicatos (83 kg/hora de material insoluble).
Para la reacción en el segundo recipiente se necesita un
tiempo de aproximadamente una hora. Por acción de dióxido
10 de carbono y de la magnesia cáustica se precipita en el se-
gundo recipiente carbonato de calcio en una cantidad de
208 kg/hora y se retira juntamente con 641 kg/hora de mate-
rial insoluble, incluidos sesquióxidos. Del segundo reci-
piente resultan 1.281 kg/hora de CO₂.

15 La solución obtenida en este segundo reci-
piente es transferida en una cantidad de 2.563 kg/hora de
MgCl₂ y 118 kg/hora de CaCl₂ en 9.594 kg/hora de H₂O a un
reactor de tostación con atomización, en el cual se efec-
túa el desdoblamiento térmico a una temperatura de 700 a
20 900°C. Del reactor se pueden retirar por un lado 1.963 kg/
hora de HCl y 9.110 kg/hora de agua y por otro lado como
producto final 1.083 kg/hora de MgO con 118 kg/hora de
CaCl₂. El MgO puede ser liberado de cloruro de calcio por
lavado con agua y la lejía de lavado resultante puede ser
25 introducida eventualmente de nuevo en el proceso. El ácido
clorhídrico obtenido del reactor con atomización puede ser
utilizado, en caso deseado después de previa absorción en
esta lejía de lavado que contiene CaCl₂, para disolver ma-
terial de nueva aportación en el recipiente de disolución.

30 Ejemplo 2: En un recipiente revestido de mo-

1 do resistente a los ácidos y equipados con un mecanismo de
agitación se introducen 11.073 kg de ácido clorhídrico apro-
ximadamente al 20% (pH inferior a 0,1, 1.963 kg de HCl,
9.110 kg de H₂O). Luego se añaden al ácido clorhídrico
5 2.746,2 kg de magnesita bruta y seguidamente 238,8 kg de
magnesia cáustica con la composición indicada en el Ejemplo
1. Al añadirse la magnesita bruta el valor de pH del ácido
clorhídrico aumenta a 1,1 y al añadirse subsiguientemente
la magnesia cáustica sube a 5,3. La temperatura durante la
10 reacción es de 80 a 85°C. De modo simultáneo con la adición
de la magnesia cáustica se introduce en el recipiente una
mezcla de aire y cloro gaseoso, y de este modo se precipi-
tan los sesquióxidos.

15 La solución obtenida en el recipiente de di-
solución es transferida, con un contenido de 2.365 kg de
MgCl₂, 231 kg de CaCl₂ y 558 kg de material insoluble y ses-
quióxidos en 9.594 kg de H₂O, a un segundo recipiente con
el fin de precipitar carbonato de calcio y, simultáneamen-
te se introducen en este segundo recipiente procedentes del
20 recipiente de disolución 1.328 kg de CO₂. En el segundo re-
cipiente se precipita carbonato de calcio en una cantidad
de 101 kg mediante adición de 82 kg de magnesia cáustica
con un contenido de 41 kg de material insoluble y sesquióxi-
dos dentro de un espacio de tiempo de aproximadamente una
25 hora, y éste se retira junto con 599 kg de material insolu-
ble y sesquióxidos.

30 Del segundo recipiente se retira una solu-
ción de 2.462 kg de MgCl₂ y 118 kg de CaCl₂ en 9.594 kg de
H₂O y se transfiere a un reactor de tostación con atomiza-
ción, en el cual se efectúa el desdoblamiento térmico a una

1 temperatura de 700 a 900°C. Del reactor se retiran como pro
ducto final 1.041 kg de MgO en mezcla con 116 kg de CaCl₂
y además 1888 kg de HCl y 9.110 kg de agua.

5

REIVINDICACIONES

10

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:

15

14.- Procedimiento para la preparación de so
luciones acuosas con un contenido de 220 a 320 g/l de clo
ruro de magnesio y cloruro de calcio en una cantidad de 4
a 6% en peso, referido a cloruro de magnesio, para la pro
ducción de MgO por desdoblamiento térmico, especialmente
20 por tostación con atomización, caracterizado porque se ha
ce reaccionar una solución acuosa, que contiene 220 a 320
g/l de cloruro de magnesio y más de 6% en peso de cloruro
de calcio, referido a cloruro de magnesio, con dióxido de
carbono y MgO en forma de magnesita cáustica o hidróxido de
25 magnesio, y porque se separa el carbonato de calcio preci
pitado.

30

24.- Procedimiento según la reivindicación 14,
caracterizado porque como material de partida se utiliza
una solución obtenida por acción de cloruro de hidrógeno
gaseoso sobre una suspensión acuosa de magnesita bruta y/o

1 residuos de magnesita.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación
1ª, caracterizado porque como material de partida se emplea
una solución obtenida por reacción de un ácido clorhídrico
5 que contiene cloruro de calcio con magnesita bruta.

4ª.- Procedimiento según una cualquiera de
las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado porque se uti-
liza dióxido de carbono obtenido por disolución de magnesi-
ta bruta en ácido clorhídrico.

10 5ª.- Procedimiento según la reivindicación
1ª, caracterizado porque el dióxido de carbono es utiliza-
do en forma de gases de escape de combustión.

6ª.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE
15 SOLUCIONES ACUOSAS CON UN CONTENIDO DE CLORURO DE MAGNESIO
Y CLORURO DE CALCIO".

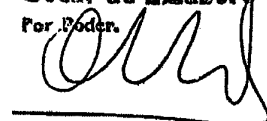
Tal y como se ha descrito en la Memoria que
antecede y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 11 MAR. 1976

P.A.

25 Oscar de Elizabury
Por Poder.



30
JMM/.