



ESPAÑA

3. 00711
PATENTE DE INVENCION

10 ES	11 NUMERO	448536	12 PAIS
21	22 FECHA DE PRESENTACION		

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
24103/75	4 de junio de 1.975	Inglaterra

47 FECHA DE SOLICITUD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	COID	

63 TITULO DE LA INVENCION
Procedimiento para el tratamiento de lodos de salmuera

71 SOLICITANTE (S)
IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.

72 INVENTORES
JOHN SORBIE BERRIE, GRAHAM EDWARD WOOLLEY.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
GOMEZ-ACEBO.

La presente invención se relaciona con el tratamiento de "lodo de salmuera" tal y como se produce en los procesos de purificación de salmuera, relacionándose también con un procedimiento para la preparación de carbonato de magnesio y sulfato de calcio.

5

La salmuera natural de cloruro de sodio constituye una materia prima principal en el proceso de sosa amoniacal, en la producción de cloro electrolítico y en la producción de sal purificada. Sin embargo, es necesario purificar la salmuera natural antes de utilizarse en dichos procesos, al objeto de separar impurezas tales como iones calcio, iones magnesio e iones sulfato que de otro modo precipitarían como compuestos insolubles de calcio y magnesio en diversas etapas de los procedimientos citados. La etapa de purificación se efectúa generalmente añadiendo carbonato sódico (normalmente como cenizas sólidas de sosa) a la salmuera para precipitar carbonato cálcico, seguido por la adición de hidróxido sódico o soluciones de cal para precipitar hidróxido de magnesio. La magma de salmuera así obtenida se alimenta a decantadores en donde la salmuera purificada, para utilizarse en el proceso de sosa amoniacal o en las células de cloro, o en la producción de sal purificada, se separa como un licor de rebose claro, y las impurezas sólidas se extraen por el fondo de los decantadores como el denominado "lodo de salmuera" el cual se desecha como producto residual.

10

15

20

25

Un análisis típico del "lodo de salmuera" es el siguiente:

% en peso

CaCO ₃	8,75
Mg(OH) ₂	1,77
SrCO ₃	0,02
NaCl	21,8

30

El citado "lodo de salmuera" se produce en grandes cantidades "del orden de 3000 toneladas/día) y ésto da lugar a un problema de distribución de una magnitud considerable.

5 Constituye un objeto de la presente invención evitar o aliviar este problema de distribución, mediante tratamiento del "lodo de salmuera" para separar los sólidos de carbonato cálcico y convertir el hidróxido de magnesio en un compuesto soluble de magnesio. Otro objeto de la presente
10 invención consiste en utilizar el carbonato de calcio y el compuesto soluble de magnesio así obtenidos para la producción de productos útiles, por ejemplo carbonato de magnesio y sulfato cálcico alfa-semihidratado.

15 De acuerdo con un aspecto de la presente invención, se proporciona un procedimiento para tratar "lodo de salmuera" (como anteriormente se ha definido), que comprende:

(i) Carbonatar una lechada de "lodo de salmuera" en salmuera de cloruro sódico en dióxido de carbono, para producir una lechada de sólidos que comprende carbonato cálcico y un licor que
20 comprende bicarbonato de magnesio y cloruro sódico.

(ii) separar la lechada producida por la etapa de carbonatación (i) en carbonato cálcico sólido húmedo y un licor que comprende bicarbonato de
25 magnesio y cloruro sódico.

Podrá apreciarse que en la etapa (i), el contenido en carbonato cálcico de la lechada producida consiste principalmente en carbonato cálcico originalmente presente en
30 el lodo de salmuera, aunque puede precipitarse también, en el

transcurso de la reacción, una pequeña cantidad de carbonato cálcico fresco. Igualmente, puede apreciarse que la reacción del dióxido de carbono consiste en bicarbonatar el hidróxido de magnesio para formar bicarbonato de magnesio en solución.

5 La reacción de la etapa (i) se efectúa preferiblemente bajo condiciones controladas de pH, adecuadamente a un pH de 6 a 8 y especialmente a un pH de 7. La gama de pH se puede controlar convenientemente ajustando la velocidad de adición de dióxido de carbono.

10 La reacción entre la lechada de "lodo de salmuera" en salmuera y dióxido de carbono se efectúa convenientemente a temperatura ambiente. La reacción se puede efectuar a presión atmosférica, si se desea, pero con preferencia se efectúa a presión superatmosférica, por ejemplo a 5 atmósferas.
15 La reacción se puede efectuar convenientemente en un reactor agitado.

 El carbonato cálcico se separa en la etapa (ii) por cualquier medio conveniente, por ejemplo por filtración o por centrifugado.

20 El licor que comprende bicarbonato de magnesio en solución (obtenido en la etapa (ii)) se trata preferiblemente para convertir el bicarbonato de magnesio a carbonato de magnesio.

25 Por lo tanto, y según otro aspecto de la presente invención, se proporciona un procedimiento para la producción de un carbonato de magnesio hidratado y de carbonato cálcico a partir del lodo de salmuera, que comprende:

(i) carbonatar una lechada de "lodo de salmuera" en salmuera de cloruro sódico con dióxido de carbono, para producir una lechada de sólidos
30

que comprende carbonato cálcico y un licor que comprende bicarbonato de magnesio y cloruro sódico;

- 5 (ii) separar la lechada producida por la etapa de carbonatación (i) en carbonato de calcio sólido húmedo y un licor que comprende bicarbonato de magnesio y cloruro sódico;
- 10 (iii) calentar el licor de (ii) para producir una lechada de sólidos que comprende carbonato de magnesio hidratado y un licor que comprende cloruro sódico;
- (iv) separar la lechada de (iii) en carbonato de magnesio hidratado húmedo y un licor que comprende cloruro sódico; y
- 15 (v) secar el carbonato de magnesio hidratado húmedo.

La etapa (iii) se efectúa convenientemente calentando el licor que contiene bicarbonato de magnesio a una temperatura entre 20 y 110°C. A temperaturas por debajo de 50°C, se produce carbonato de magnesio trihidratado ($MgCO_3 \cdot 3H_2O$).

20 A temperaturas entre 50 y 110°C, se produce un carbonato básico de magnesio ($3MgCO_3 \cdot Mg(OH)_2 \cdot 3H_2O$). En adición, y a medida que la temperatura se aumenta, el rendimiento de carbonato de magnesio hidratado aumenta también y se puede reducir el tiempo necesario para descomponer el bicarbonato de magnesio.

25 El dióxido de carbono que abandona la etapa (iii) se puede reciclar a la etapa (i), si se desea, en donde se puede utilizar para aumentar el dióxido de carbono requerido para la reacción con el "lodo de salmuera". El licor que contiene cloruro sódico es sustancialmente puro y, si se desea, puede resaturarse con cloruro sódico sólido y reciclarse

30 a la etapa de purificación de salmuera.

5 El carbonato de magnesio hidratado, húmedo, separado en la etapa (iv), se puede separar de su licor asociado por cualquier medio conveniente, por ejemplo por filtración o centrifugado. El carbonato de magnesio hidratado, húmedo, se seca convenientemente a unos 100-120°C, por ejemplo, en un secador calentado con vapor de agua.

10 El carbonato de magnesio hidratado seco así obtenido tiene muchas aplicaciones industriales, por ejemplo en la producción de composiciones de aislamiento térmico, ignífugas, extinguidoras de fuegos, de revestimiento de suelos y de pulido, como cargas para papel, plásticos, pinturas y barnices, como materia prima para la fabricación de óxido de magnesio y en aplicaciones farmacéuticas.

15 El carbonato cálcico separado de la etapa (ii), si se desea, puede lavarse sustancialmente hasta estar libre de cloruro sódico, para dar un producto que es útil comercialmente, por ejemplo, como carga. Alternativamente, el carbonato cálcico separado de la etapa (ii) se puede convertir utilmente a sulfato cálcico mediante enlechado en agua y reacción de esta lechada con ácido sulfúrico para dar sólidos de sulfato cálcico y dióxido de carbono (que puede ser reciclado para reaccionar con el "lodo de salmuera" en la etapa (i)).

20

25 Por lo tanto, y según otro aspecto más de la presente invención, se proporciona un procedimiento para la producción de sulfato cálcico y un carbonato de magnesio hidratado, que comprende:

30 (i) carbonatar una lechada de "lodo de salmuera" en salmuera de cloruro sódico, con dióxido de carbono, para producir una lechada de sólidos que comprende carbonato cálcico y un licor que

- comprende bicarbonato de magnesio y cloruro sódico;
- (ii) separar la lechada producida por la etapa de carbonación (i) en carbonato cálcico sólido húmedo y un licor que comprende bicarbonato de magnesio y cloruro sódico;
- (iii) calentar el licor (ii) para producir una lechada de sólidos que comprende carbonato de magnesio hidratado y un licor que comprende cloruro sódico;
- (v) secar el carbonato de magnesio hidratado húmedo;
- (vi) enlechar el carbonato cálcico de la etapa (ii) con agua y hacer reaccionar dicha lechada con ácido sulfúrico para producir una lechada que comprende sulfato cálcico en fase sólida y dióxido de carbono gaseoso;
- (vii) separar el sulfato cálcico húmedo de la lechada producida en la etapa (vi); y
- (viii) secar el sulfato cálcico húmedo de la etapa (vii) para dar un sulfato cálcico seco.

El dióxido de carbono producido en la etapa (vi) se usa convenientemente para la carbonación del "lodo de salmuera" de la etapa (i).

Se puede emplear una gama de soluciones acuosas de ácido sulfúrico conteniendo hasta 98 % en peso de ácido sulfúrico, así como ácido sulfúrico fumante o oleum, pero es preferible usar soluciones de ácido sulfúrico que contengan de 40 a 98 % en peso de ácido sulfúrico. Especialmente, es conveniente usar efluentes impuros de ácido sulfúrico que se producen en distintos procesos industriales, por ejemplo el

ácido sulfúrico residual producido en la preparación de nitro-
benceno, metacrilato de metilo y cianuro sódico, y el ácido
sulfúrico residual obtenido después de utilizarse como
agente secante (por ejemplo, para secar gases clorados o
clorometanol).

La fase sólida de sulfato cálcico obtenida en
la etapa (vi) puede ser sulfato cálcico alfa-semihidratado,
sulfato cálcico dihidrato (yeso) o sulfato cálcico anhidro
(anhidrita) en función de las condiciones de reacción.

En un sistema acuoso que no contiene otros iones
distintos a los iones calcio y sulfato, la temperatura de
transición de sulfato cálcico semihidratado/yeso es de aproxi-
madamente 95°C. Sin embargo, la temperatura de transición es
aceptada, en cierto grado, por las concentraciones reales de
los iones calcio y sulfato y, en un grado mucho mayor, por la
concentración de otros iones que puedan estar presentes, es-
pecialmente iones cloruro. En presencia de iones cloruro, la
temperatura de transición es inferior . Por ejemplo, cuando
se hace reaccionar la solución de carbonato cálcico con ácido
sulfúrico en la etapa (vi), la temperatura de transición se
reduce a unos 70°C en el caso de que estén presentes también
iones cloruro en una concentración de 98 g/litro. El contenido
en cloruros del carbonato cálcico usado en la etapa (vi) debe-
rá depender de la cantidad de lavado efectuado sobre el carbo-
nato cálcico después de la etapa (ii) y antes de la etapa (vi).

Cuando se desee precipitar alfa-semihidrato en
la etapa (vi), la reacción se puede efectuar a cualquier tem-
peratura por encima de la temperatura de transición, pero el
grado de conversión de los materiales reactantes a alfa-semi-
hidrato aumenta a medida que lo hace la temperatura y el tiem-

po de residencia. El procedimiento se efectúa preferiblemente a una temperatura de al menos 20°C por encima de la temperatura de transición. El proceso se puede efectuar convenientemente a 95-110°C, a presión atmosférica, o con preferencia a una temperatura de al menos 140°C, por ejemplo 150 a 160°C, a una presión superatmosférica (por ejemplo, entre 5 y 10 atmósferas absolutas). El tiempo de residencia es convenientemente de 0,5 a 60 minutos, con preferencia de 5 a 15 minutos.

La etapa (vi) se puede efectuar en presencia de modificadores del espacio cristalino, que como se sabe favorecen la producción de alfa-semihidrato de estructura cristalina comercialmente útil, por ejemplo cuando se produce alfa-semihidrato a partir de yeso como se describe en la Patente británica No. 1.051.849. Los modificadores del espacio cristalino incluyen, por ejemplo, sales inorgánicas de iones de metales trivalentes, tales como hierro, aluminio, cromo y compuestos orgánicos polares, por ejemplo ácidos y sales de ácidos.

Cuando se desee precipitar yeso en la etapa (vi), la reacción se puede efectuar a cualquier temperatura por debajo de la temperatura de transición de semihidrato/yeso de aproximadamente 70-95. Esta etapa del procedimiento se efectúa convenientemente a presión atmosférica. El tiempo de residencia es convenientemente de 0,5 a 60 minutos, con preferencia de 2 a 10 minutos.

Cuando se desea precipitar anhidrita en la etapa (vi), la reacción se puede efectuar a cualquier temperatura por encima de la temperatura de transición anhidrita/yeso (unos 15-40°C), y con preferencia en presencia de semillas de cristalización de anhidrita.

La fase sólida de sulfato cálcico se puede

5 separar de la lechada de sulfato cálcico y licor (que comprende esencialmente agua o salmuera de cloruro sódico diluida) por cualquier medio conveniente, por ejemplo por filtración o centrifugado, a condición de que la temperatura de la etapa de separación se mantenga a una temperatura a la cual la fase sólida de sulfato cálcico particular sea estable. Cuando se separa alfa-semihidrato, el filtro o centrifuga se hace funcionar convenientemente a 100°C; cuando se separa yeso, filtro o centríga se opera convenientemente a temperatura ambiente; 10 cuando se separa anhidrita, la temperatura es con preferencia inferior a la temperatura a la cual se precipita la anhidrita.

15 Los sólidos de sulfato cálcico separados se lavan convenientemente con agua y los lavados y filtrados combinados, que son esencialmente neutros, pero que pueden contener pequeñas cantidades de iones calcio, sulfato y cloruro, se desechan o utilizan para enlechar el carbonato cálcico alimentado a la etapa (vi).

20 El sulfato cálcico separado se calienta para eliminar humedad, por ejemplo en un secador calentado por vapor de agua a 100-120°C, para dar alfa-semihidrato, yeso o anhidrita, secos.

25 Si se desea, el yeso se puede convertir a alfa-semihidrato, por ejemplo por calentamiento por vapor de agua en un reactor de autoclave, con preferencia a una temperatura de al menos 140°C, de 140°C-160°C y a una presión superatmosférica de al menos 5-10 atmósferas absolutas.

El proceso según la invención puede efectuarse discontinuamente, si se desea, pero en especial es aplicable a la producción continua.

30 El alfa-semihidrato seco producido según la

invención, puede emplearse, sin ulterior modificación, en la fabricación de cartón yeso, bloques para paredes, o como carga inerte. El yeso o anhídrita se puede emplear, por ejemplo, como carga en diversas industrias, tales como cemento, papel y cristal. El presente proceso proporciona también salidas útiles para el " lodo de salmuera" y para ácidos sulfúricos de baja calidad producidos en distintos procesos. La utilización de tales productos residuales reduce los problemas de contaminación asociados con su distribución.

La invención se ilustra por el diagrama de flujos adjunto (Figura 1) que está relacionado con la producción de alfa-semihidrato de sulfato cálcico y carbonato de magnesio hidratado. El reactor agitado 1 se alimenta con una lechada de " lodo de salmuera" en salmuera y se hace reaccionar con dióxido de carbono, por ejemplo a temperatura ambiente y bajo una presión de 5 atmósferas. La velocidad de adición del dióxido de carbono se ajusta para controlar el pH, por ejemplo en la gama de 6-8. La lechada así obtenida, que contiene sólidos de carbonato cálcico y bicarbonato de magnesio disuelto, se pasa a un filtro o centrífuga 2. El licor que sale del filtro o centrífuga 2 se alimenta a un cristalizador agitado 3 en el cual el licor de bicarbonato de magnesio se calienta a 20-50°C, para dar $MgCO_3 \cdot 3H_2O$ ó a 50-110°C para dar $3MgCO_3 \cdot Mg(OH)_2 \cdot 3H_2O$. El dióxido de carbono que sale del cristalizador 3 se recicla al reactor 1. La lechada producida en el cristalizador 3 se separa en un filtro o centrífuga 4, para dar sólidos de carbonato de magnesio hidratado y un licor que consiste principalmente en salmuera. Los sólidos de carbonato de magnesio hidratado se lavan en el filtro o centrífuga 4 y se seca el sólido húmedo así obtenido en un

5 secador calentado con vapor de agua 5. La salmuera y los lavados del filtro o centrífuga 4 se recogen, y, si se desea, se resaturan con sal sólida. El carbonato de magnesio hidratado seco, se descarga del secador 5 y el vapor de agua desprendido se condensa en el condensador 6 para proporcionar condensado. El calor residual del vapor de agua utilizado en el secador, se puede emplear para proporcionar calor al cristalizador 3.

10 El carbonato cálcico húmedo separado en el filtro o centrífuga 2, se enlecha con agua y/o con filtrado y lavados procedentes del filtro o centrífuga 8. (véase más abajo) y se hace reaccionar con ácido sulfúrico residual (conteniendo normalmente 40 a 98 % de ácido sulfúrico) en el reactor 7, a unos 100°C. El dióxido de carbono liberado en el reactor 7, se recicla al reactor 1.

15 La lechada de alfa-semihidrato de sulfato cálcico producida en el reactor 7, se alimenta a un filtro o centrífuga 8 que funciona a unos 100°C.

20 El alfa-semihidrato separado en el filtro o centrífuga 8, se lava con agua y el sólido húmedo se pasa a un secador calentado con vapor de agua 9, que opera a unos 120°C; el calor residual del vapor de agua usado en el secador 10, puede emplearse para proporcionar calor al reactor 7.

25 Parte del licor y lavados, recuperados del filtro o centrífuga 8, se desecha y el resto se mezcla con el carbonato cálcico que se alimenta al reactor 7.

 La invención se ilustra adicionalmente, pero no se limita, por los siguientes ejemplos.

EJEMPLO 1

30 Se mezclan 952 g de "lodo de salmuera" que

contiene 185 g/litro de cloruro con 1.000 g de agua destilada. La lechada resultante contiene 0,45 % p/p de magnesio como hidróxido de magnesio y 1,92 % p/p de calcio como carbonato cálcico.

5 La lechada se agita y se burbujea a través de la misma dióxido de carbono a una velocidad constante de 125 ml/minuto. En el transcurso de la reacción, el pH desciende de 11,4 a 7 y la temperatura de reacción aumenta de 22,5 a 27,8°C. La reacción se termina después de 2 horas y la totalidad del magnesio se pone en solución.

10

 La lechada se filtra entonces para separar el residuo sólido de carbonato cálcico. El licor carbonatado claro se agita fuertemente, se calienta a 50°C y se trata burbujeando aire a través del mismo a una velocidad de 500 ml/minuto. Después de cuatro horas y media, la precipitación de carbonato de magnesio alcanza un máximo. El carbonato de magnesio se filtra, se lava con agua y se seca. Se obtienen 30 g de trihidrato de carbonato de magnesio ($MgCO_3 \cdot 3H_2O$), correspondiente a una recuperación de 73 % de magnesio.

15

20 La conversión de carbonato cálcico a alfa-semihidrato se ilustra a continuación:

Se añaden 55 ml de ácido sulfúrico al 98 %, en un periodo de 12 minutos, a una lechada de 100 g de carbonato cálcico (sustancialmente libre de magnesio) en un litro de agua contenido en un reactor agitado. La temperatura de la lechada de carbonato cálcico es inicialmente de 98°C y la temperatura de la mezcla de reacción desciende a 95°C durante la adición del ácido sulfúrico. La mezcla de reacción se agita durante 18 minutos más y se filtra entonces bajo presión reducida.

25

30 Los sólidos de sulfato cálcico se lavan con agua y se secan

luego para dar 137 g de sulfato cálcico alfa-semihidratado, que contiene una pequeña cantidad de carbonato cálcico sin reaccionar.

EJEMPLO 2

5 Se mezclan 1.000 g de "lodo de salmuera" con-
teniendo 160 g de cloruro con 1.000 g de agua destilada. La
lechada resultante contiene 0,89 % p/p de hidróxido de mag-
nesio y 4,4 % p/p de carbonato cálcico.

10 La lechada se agita y se burbujea a través de
la misma dióxido de carbono a presión atmosférica y a una
velocidad constante de 125 ml/minuto. En el transcurso de la
reacción, el pH cae de 11 a 7,5 y la temperatura de reacción
aumenta de 22,2 a 37°C. La reacción se completa después de
2 horas y la totalidad del magnesio se pone en solución.

15 La lechada se filtra entonces para separar el
residuo sólido de carbonato cálcico. A continuación, se ca-
lientan 500 ml del licor claro, a 101°C por inyección de vapor
de agua vivo en la solución durante 10 minutos. La concentra-
ción inicial de iones magnesio en el filtrado es de 2.480 ppm
20 p/p y después de 10 minutos de reacción el nivel de iones
magnesio en solución es de 109 ppm p/v (volumen 630 ml). La
conversión a $3\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ es de 94,5 %.

La conversión de carbonato cálcico a alfa-se-
mihidrato se ilustra del siguiente modo:

25 Se añaden 55 ml de ácido sulfúrico al 98 %, en un periodo de 15 minutos, a una lechada de 100 g de carbo-
nato cálcico (conteniendo 1,1 % p/p de magnesio) en un litro
de agua contenido en un reactor agitado. La mezcla de reac-
ción se mantiene bajo agitación a 98°C durante 20 minutos
30 más y a continuación se filtra bajo vacío. Los cristales de

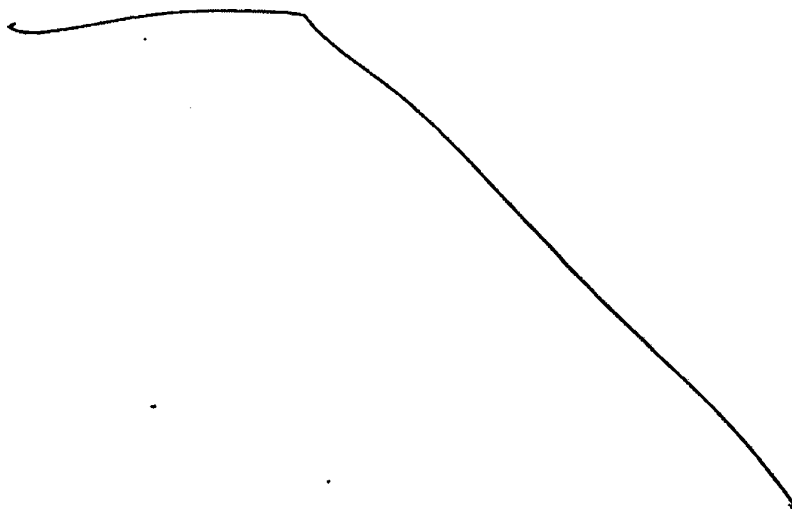
sulfato cálcico se lavan con agua y se secan para producir alfa-semihidrato (128 g) conteniendo una pequeña cantidad de carbonato cálcico.

EJEMPLO 3

5 El carbonato cálcico, separado de lodo de salmuera como en el ejemplo 1 ó 2, se convierte a yeso, del siguiente modo:

Se añaden 82 ml de ácido sulfúrico al 98 %, en un periodo de 26 minutos, a una lechada de 150 g de carbonato cálcico (sustancialmente libre de magnesio) en un litro de agua con-
10 tenido en un reactor agitado. La mezcla de reacción se mantiene bajo agitación a 50°C durante 20 minutos más y se filtra entonces bajo presión reducida. Los cristales de sulfato cálcico se lavan con agua y se secan para dar 215 g de yeso, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,
15 conteniendo una traza de carbonato cálcico.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente in-
dicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuan-
20 to no alteren su principio fundamental.



REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para el tratamiento de lodos de salmuera, caracterizado porque comprende las etapas de:

5 (i) Carbonatar una lechada de "lodo de salmuera" en salmuera de cloruro sódico en dióxido de carbono, para producir una lechada de sólidos que comprende carbonato cálcico y un licor que comprende bicarbonato de magnesio y cloruro sódico.

10 (ii) separar la lechada producida por la etapa de carbonatación (i) en carbonato cálcico sólido húmedo y un licor que comprende bicarbonato de magnesio y cloruro sódico.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en adición comprende las etapas de:

15 (iii) calentar el licor de (ii) para producir una lechada de sólidos que comprende carbonato de magnesio hidratado y un licor que comprende cloruro sódico;

(iv) separar la lechada de (iii) en carbonato de magnesio hidratado húmedo y un licor que comprende cloruro sódico; y

20 (v) secar el carbonato de magnesio hidratado húmedo.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque en adición comprende las etapas de:

25 (vi) enlechar el carbonato cálcico de la etapa (ii) con agua y hacer reaccionar dicha lechada con ácido sulfúrico para producir una lechada que comprende sulfato cálcico en fase sólida y dióxido de carbono gaseoso;

(vii) separar el sulfato cálcico húmedo de la lechada producida en la etapa (vi); y

30 (viii) secar el sulfato cálcico húmedo de la etapa (vii) para dar un sulfato cálcico seco.

4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la etapa (i) se efectua a un pH de 6 a 8.

5 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la etapa (i) se efectua a temperatura ambiente.

6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la etapa (i) se efectua a presión superatmosférica.

10 7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 6, caracterizado porque la etapa (iii) se efectua a una temperatura de 20 a 110°C.

15 8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque la etapa (iii) se efectua a una temperatura de 20 a 50°C.

9.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque la etapa (iii) se efectua a una temperatura de 50 a 110°C.

20 10.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 9, caracterizado porque el dióxido de carbono producido en la etapa (iii) se usa para carbonatar la lechada de lodo de salmuera en la etapa (i).

25 11.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 10, caracterizado porque el carbonato de magnesio húmedo producido en la etapa (iv) se seca (etapa(v)) a una temperatura de 100 a 120°C.

12.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 3 a 10, caracterizado porque el ácido sulfúrico contiene 40 a 98 % en peso de H_2SO_4 .

13.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque el ácido sulfúrico es un efluente de ácido sulfúrico impuro.

5 14.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 3 a 13, caracterizado porque el dióxido de carbono gaseoso producido en la etapa (vi) se usa para carbonatar la lechada de lodo de salmuera en la etapa (i).

10 15.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 3 a 14, caracterizado porque la etapa (vi) se efectúa a una temperatura que está por encima de las condiciones de transición de semihidrato de sulfato cálcico/dihidrato de sulfato cálcico (yeso), para producir alfa-semihidrato de sulfato cálcico como fase sólida.

15 16.- Procedimiento según la reivindicación 15, caracterizado porque la reacción se efectúa a una temperatura que se encuentra al menos 20°C por encima de la temperatura de transición de semihidrato/yeso.

20 17.- Procedimiento según la reivindicación 16, caracterizado porque la reacción se efectúa a una temperatura de 95 a 110°C a presión atmosférica.

18.- Procedimiento según la reivindicación 16, caracterizado porque la reacción se efectúa a 140-160°C a presión superatmosférica.

25 19.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque la reacción se efectúa a 5-10 atmósferas absolutas.

30 20.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 3 a 14, caracterizado porque la etapa (vi) se efectúa a una temperatura que es inferior a la temperatura de transición de semihidrato de sulfato cálcico/dihidrato de

sulfato cálcico (yeso), bajo las condiciones de reacción, para producir dihidrato de sulfato cálcico (yeso) como fase sólida.

5 21.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 3 a 14, caracterizado porque la etapa (vi) se efectua a una temperatura que es superior a la temperatura de transición de sulfato cálcico anhidro (anhidrita)/dihidrato de sulfato cálcico (yeso) bajo las condiciones de reacción, para producir sulfato cálcico anhidro (anhidrita) como fase
10 sólida.

22.- Procedimiento para el tratamiento de lodos de salmuera, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, e ilustrado en los dibujos adjuntos.

15 Esta Memoria consta de 18 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, -4 JUN. 1976

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

GOMEZ ACEBO Y MODEI

D.º y Firmado: L. Geste Fernández



ESCALA
VARIABLE

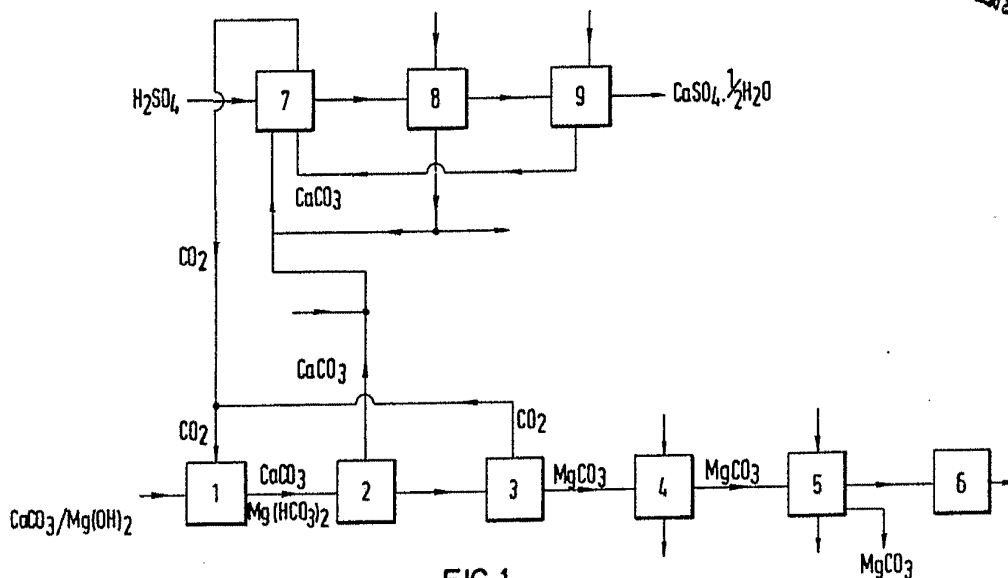


FIG. 1

-4 JUN. 1976

Madrid

GOMEZ ACEVEDO Y MOJER
s. o. Firmador: L. Goeta Ferrández