



30 ENE. 1978

PATENTE DE INVENCION

CONCEDIDA

ES

(11)

NUMERO

457.548

(21)

FECHA DE PRESENTACION

5-4-1977

(10)

A 1

P.- 65.436

R 16157/H

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
A 2495/76	7-4-76	Austria

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL CONF 5/10	(52) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
--------------------------	---	--

(34) TITULO DE LA INVENCION
"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE OXIDO MAGNESICO PURO"

(71) SOLICITANTE (S)
VEITSCHER MAGNESITWERKE-ACTIEN-GESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Schubertring 10-12, Viena I., Austria

(72) INVENTOR (ES)
Dr. Helmut Grohmann y Dipl.Ing. Michael Grill

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE
DON OSCAR DE ELZABURU MARQUEZ

P.-65.436

1 La invención se refiere a un procedimiento para la -
preparación de óxido magnésico puro a partir de magnesita
bruta y/o de otras sustancias de partida que contienen car
bonato magnésico, óxido magnésico y/o hidróxido magnésico,
5 que se hacen reaccionar con ácido clorhídrico para formar
una solución de cloruro magnésico, purificándose luego es
ta solución, después de lo cual el cloruro magnésico se -
transforma en óxido magnésico y cloruro de hidrógeno por
descomposición térmica.

10 En el caso de procedimientos conocidos del tipo an--
tes mencionado, las sustancias de partida que contienen -
magnesio, en especial magnesita bruta natural, son "disuel
tas" en un ácido clorhídrico aproximadamente al 18 hasta
20 por ciento, haciéndose reaccionar carbonato magnésico
15 y otros compuestos que contienen magnesio para formar clo
ruro magnésico. Sólo este cloruro magnésico es de valor -
para la descomposición térmica para formar óxido de magne
sio prevista en una etapa subsiguiente del procedimiento.
No obstante, por el ácido clorhídrico son disueltas tam--
20 bién otras porciones de las sustancias de partida, que im
purifican a la solución de cloruro magnésico, y que - --
tienen que ser separadas en el curso del procedimiento. A
este fin se prevé una purificación de la solución de clo
ruro magnésico antes de la descomposición térmica del clo
25 ruro magnésico. En esta purificación de la solución de --
cloruro magnésico o de los líquidos turbios de cloruro --
magnésico surgen frecuentemente dificultades, a saber en
especial cuando oscila la composición de las sustancias -
de partida, pudiendo en especial la filtración de la solu
30 ción del líquido turbio de cloruro magnésico, prevista la

1 mayoría de las veces en el curso del proceso de purifica-
ción, ser fuertemente variable y estar sometida a influen-
cias perturbadoras para un curso fácil de la producción.
En este caso puede suponerse que las oscilaciones pertur-
5 badoras del rendimiento de producción de los aparatos uti-
lizados en cada caso para la purificación de la solución
de cloruro magnésico son atribuibles a variaciones de las
proporciones de silicatos disueltos por el ácido clorhí-
10 drico a partir de las correspondientes sustancias de par-
tida, y que de este modo se presenta una proporción varia-
ble de ácido silícico coloidal disuelto en la solución o
líquido turbio de cloruro magnésico a purificar. No obs-
tante, también otras sustancias, que han pasado a la solu-
15 ción de cloruro magnésico en el transcurso de la disolu-
ción de las sustancias de partida en ácido clorhídrico por
medio de una solución, que aparece en tal caso, de minera-
les silicáticos, tales como en especial clorita pero tam-
bién sepiolita, serpentina y otros, se manifiestan como -
desventajas en el curso del proceso de purificación en
20 el caso de fuertes oscilaciones de su cantidad.

Por consiguiente, es un objetivo de la presente inven-
ción proporcionar un procedimiento del tipo mencionado al
principio, en el que se eliminen las dificultades del ti-
po antes mencionado, como las que aparecen en el caso de
25 los procedimientos conocidos.

El procedimiento según la invención del tipo mencio-
nado al principio está caracterizado porque las sustancias
de partida son introducidas para su disolución en una so-
lución de cloruro magnésico que es agitada intensamente,
30 y porque esta solución se mezcla con ácido clorhídrico --

1 con agitación intensa, y prosiguiendo la agitación el ma-
terial de partida se hace reaccionar con el ácido clorhí-
drico introducido para la formación de cloruro magnésico,
y este cloruro magnésico es retirado en forma disuelta pa-
5 ra el tratamiento posterior. Por las medidas según la in-
vención el objetivo anteriormente mencionado puede ser --
bien cumplido y pueden ser prácticamente eliminadas las -
perturbaciones en la purificación de la solución o del lí-
quido turbio de cloruro magnésico. El efecto favorable de
10 las medidas según la invención parece explicable en tal -
caso por el hecho de que por este modo de proceder se lo-
gra ciertamente una disgregación ampliamente completa de
las porciones que contienen magnesio de las sustancias de
partida, en especial del carbonato magnésico, pero que por
15 estas medidas las porciones de silicato de las sustancias
de partida permanecen ampliamente sin disolver.

El procedimiento según la invención puede ser reali-
zado tanto de modo discontinuo como también de modo conti-
nuo.

20 En el caso del funcionamiento discontinuo, después -
de que la reacción del material de partida introducido en
el correspondiente recipiente de reacción y del ácido clor-
hídrico añadido ha transcurrido en la medida prevista, y
de que se puede retirar del recipiente de reacción la so-
25 lución de cloruro magnésico que ha resultado en tal caso ,
se deja en el recipiente de reacción una parte de esta so-
lución o líquido turbio, para la realización de la carga
siguiente. En el caso del funcionamiento continuo, venta-
josamente se introducen continuamente en la solución de -
30 cloruro magnésico las sustancias de partida y el ácido --

1 clorhídrico, y se retira solución o líquido turbio de cloruro magnésico en la cantidad correspondiente a la cantidad añadida de sustancias de partida y de ácido clorhídrico.

5 En el procedimiento según la invención ha resultado ser favorable introducir las sustancias de partida en la solución de cloruro magnésico sólo lentamente, y mantener esta solución en tal caso en estado ácido.

10 De preferencia el contenido de HCl libre en la solución de cloruro magnésico se mantiene por debajo de 110 g/l.

15 En interés de obtener una velocidad de producción favorable, es ventajoso que el material de partida que contiene magnesio y el ácido clorhídrico sean introducidos simultáneamente en la solución de cloruro magnésico, con agitación intensa de la misma.

20 En interés de obtener una disgregación lo más completa posible de los componentes que contienen magnesio de las sustancias de partida, es ventajoso transferir la solución de cloruro magnésico mezclada en un primer recipiente con el material de partida y con el ácido clorhídrico, después de que la reacción haya transcurrido parcialmente, al menos a otro recipiente, en el que continúa transcurriendo la reacción entre el material de partida y el ácido clorhídrico. En tal caso se prevé también ventajosamente que la solución de cloruro magnésico retirada del primer recipiente sea conducida sucesivamente a través de varios recipientes, en los que es agitada, para hacer que siga transcurriendo la reacción entre el material de partida y el ácido clorhídrico.

25

30

1 Un curso especialmente ventajoso del procedimiento -
resulta si las sustancias de partida y el ácido clorhídri-
co son introducidas continuamente en un reactor de una --
cascada de reactores de agitación, que contiene una solu-
5 ción de cloruro magnésico, siendo luego retirada continúa-
mente de este reactor la solución de cloruro magnésico --
parcialmente reaccionada, y siendo hecha reaccionar en --
otros recipientes o reactores de esta cascada, que reco--
rrre sucesivamente, siendo intensamente agitada en cada --
10 reactor.

 La invención se explica más detalladamente con refe-
rencia al dibujo, en el que está representada esquemática-
mente una instalación para la realización del procedimien-
to según la invención.

15 En el dibujo está representada una instalación, que
tiene tres reactores 1, 2 y 3, en los que están dispues-
tos mecanismos agitadores de marcha rápida 4, 5 y 6. Es-
tos reactores están unidos entre sí a través de conduccio-
nes de unión 7 y 8, que en cada caso parten de los niveles
20 de llenado 9 ó 10 previstos en los reactores 1 ó 2, y que
conducen al reactor 2 ó 3. En el reactor 3 está igualmen-
te dispuesta una conducción 12 que parte del nivel de lle-
nado 11, por el que sale la solución o el líquido turbio
de cloruro magnésico que ha reaccionado, para la purifica-
25 ción y el tratamiento posterior.

 En el funcionamiento de la instalación, los reactores
1, 2 y 3 son llenados hasta el nivel de llenado 9, 10 u 11,
previsto en cada caso, con una solución ácida de cloruro
magnésico, que es agitada intensamente mediante los dispo-
30 sitivos de agitación 4, 5 y 6. Las sustancias de partida

1 A, por ejemplo magnesita bruta en forma molida, que han -
de ser disgregadas, son introducidas en tal caso, ventajo-
samente de un modo continuo, en el reactor 1, y se reali-
za igualmente de un modo continuo una adición de ácido --
5 clorhídrico a la solución de cloruro magnésico que se en-
cuentra en el reactor 1, eligiéndose la cantidad de la --
adición de ácido clorhídrico en correspondencia a los re-
quisitos de disgregación. Por la agitación intensa de la
solución de cloruro magnésico que se encuentra en el reac-
10 tor 1, su composición, a pesar de la continua adición de
material de nueva aportación, es prácticamente igual en-
todo el reactor. En correspondencia a la cantidad de mate-
rial añadida en cada caso, la solución de cloruro magnési-
co circula continuamente a través de la conducción de --
15 unión 7 al reactor 2, donde continúa la reacción de mate-
rial de partida que contiene magnesio y ácido clorhídrico
para formar cloruro magnésico, para después encontrar su
terminación en el reactor 3, al que llega la solución de
cloruro magnésico a través de la conducción de unión 8.

20 Por la elección de las cantidades añadidas de sus-
tancias de partida y de ácido clorhídrico, referidas a la
unidad de tiempo, así como por un calentamiento eventual-
mente previsto del reactor 1, se puede influir sobre la -
velocidad de reacción en la instalación, siendo también -
25 ventajoso que en el caso del tratamiento de carbonato mag-
nésico se puede lograr una buena estabilización de la tem-
peratura de trabajo en el reactor 1 por el desprendimiento
de CO_2 y por la evaporación de agua que se establecen en
tal caso.

30 Para una explicación adicional de la invención se --

1 describen ahora tres ejemplos, refiriéndose el ejemplo 1
a un modo de trabajo como hasta ahora, mientras que los -
ejemplos 2 y 3 corresponden a un trabajo en el sector se-
gún la invención.

5 Ejemplo 1:

En un reactor provisto con un mecanismo agitador se intro-
dujeron 60 litros de ácido clorhídrico con un contenido -
de 206 g/l de HCl y se calentaron a 90°C, después de lo -
cual, con un tornillo sin fin de dosificación, se incorpo-
10 raron en la caldera en el curso de una hora, 14,22 kg de
magnesita bruta. Esta magnesita bruta tenía una pérdida -
por calcinación de 47,86% en peso, un contenido de SiO_2 -
de 2,93% en peso, un contenido de Fe_2O_3 de 1,67% en peso,
un contenido de Al_2O_3 de 0,27% en peso, un contenido de -
15 CaO de 2,13% en peso, y un contenido de MnO de 0,14% en -
peso; de ello resulta que esta magnesita bruta contiene -
magnesio en cantidad correspondiente a 45% en peso de MgO.
Por consiguiente, la cantidad de magnesita bruta menciona-
da corresponde a la cantidad de magnesita transformable -
20 estequiométricamente en cloruro magnésico por la cantidad
anteriormente mencionada de ácido clorhídrico.

Después de la incorporación de la magnesita bruta en el -
ácido clorhídrico, el contenido del recipiente fue agita-
do durante dos horas más, para llevar la reacción de dis-
25 gregación a terminación de la manera más completa posible.
Después de ello el valor del pH de la solución era de ---
aproximadamente 1. Esta solución o líquido turbio fue se-
parada después de las porciones insolubles por filtración,
y del producto filtrado se tomó una muestra para la deter-
30 minación analítica del contenido de ácido silícico disuel

1 to; de ésta resultó un contenido de SiO_2 de 0,258 g/l.

5 El valor del pH de la salmuera ácida de cloruro magnésico así purificada, se ajustó después a pH 7 por adición de óxido magnésico, con lo que se produjo una precipitación de los óxido-hidratos de hierro y de aluminio. - El líquido turbio de cloruro magnésico así formado se sometió a un ensayo de filtración con una placa filtrante manual, para poder efectuar una estimación sobre la capacidad de filtración de este líquido turbio sobre filtros de 10 tambor en vacío, tales como los que son habituales en la realización del procedimiento a gran escala técnica. La placa filtrante manual utilizada tenía una superficie de 113 cm^2 y estaba provista con una tela filtrante de material monofilamentoso de material sintético, con una anchura de 15 mallas de 27 μm . En el caso de una depresión de 400 mm de columna de mercurio (0,53 bares) utilizada para la filtración, resultó un rendimiento de filtración, referido a una superficie de filtración de 1 m^2 , de 27,4 litros/minuto.

20 Ejemplo 2:

14,22 kg de magnesita bruta con la composición antes mencionada se disgregaron de modo análogo al del ejemplo 1 - con 60 litros de ácido clorhídrico con un contenido de -- 206 g/l de HCl. Sin realizar una separación de los residuos no disueltos de la salmuera o líquido turbio ácido, 25 se retiraron 30 litros del líquido turbio del recipiente y se desecharon, y después de ello se cargaron en el recipiente otros 30 litros de ácido clorhídrico, y con el tornillo sin fin de alimentación se añadieron 7,11 kg de magnesita bruta y se continuó la disgregación. Después de que 30

1 la disgregación de los materiales añadidos estuvo termina-
da, se repitió aún 4 veces este ciclo, que abarca desde la
retirada de la mitad de la salmuera o del líquido turbio --
ácido que se encuentra en el recipiente, pasando por la --
5 adición de material de nueva aportación, hasta la termina-
ción de la disgregación de los mismos. Después de ello se
presentaba una constancia práctica respecto al ácido silí-
cico disuelto en la salmuera. También se determinó en el --
último ciclo, después de la carga de 30 litros de ácido --
10 clorhídrico en el recipiente de reacción y antes de la adi-
ción de la cantidad de magnesita bruta correspondiente a --
este ciclo, el contenido de HCl libre existente en la sal-
muera o líquido turbio, resultando un valor de 101,3 g/l.
Del líquido turbio obtenido al final se separó el material
15 no disuelto, y se determinó el contenido de ácido silícico
disuelto en el líquido turbio, resultando un valor de 0,123
g/l. Después se realizó, análogamente al ejemplo 1, una --
precipitación de los óxido-hidratos de hierro y de alumi-
nio por elevación del valor de pH, y después de ello se --
20 realizó un ensayo de filtración con la placa filtrante ma-
nual mencionada en el ejemplo 1, resultando, con aplicación
de un vacío de 400 mm de columna de mercurio (0,53 bares)
un rendimiento de filtración de 58,57 litros/minuto referi-
do a 1 m² de superficie filtrante.

25 Ejemplo 3:

Magnesita bruta con la composición indicada en el ejemplo 1
se disgregó con ácido clorhídrico con un contenido de HCl
de 206 g/l, en una cascada de reactores con agitación de 3
elementos, cuyos reactores individuales tenían cada uno un
30 contenido útil de 10 litros. En este caso se alimentaron --

1 continuamente al recipiente superior de la cascada de reac-
tores con agitación 10 litros de ácido clorhídrico y 2,37
kg de magnesita bruta, y del recipiente inferior de la cas-
cada se retiró el líquido turbio ácido de disgregación, -
5 con un valor de pH de 1'.

Para llevar la cascada de reactores con agitación a un es-
tado correspondiente a un modo de funcionamiento continuo,
primero se desecharon las cantidades de líquido turbio de
cloruro magnésico resultante durante un tiempo de funciona-
10 miento inicial de 10 horas, y después se recogieron los 60
litros de líquido turbio de cloruro magnésico que sa-
lieron de la cascada de reactores con agitación durante -
las 6 horas siguientes, y se liberaron de material no di-
suelto de modo análogo a la forma de procedimiento descri-
15 ta en el ejemplo 1. Después de ello se determinó el conte-
nido de ácido silícico del líquido turbio, resultando un
contenido de SiO_2 de 0,073 g/l. Además se determinó el con-
tenido de HCl libre existente en el estado de equilibrio --
que se estableció en el primer recipiente de la cascada -
20 de reactores con agitación, resultando un valor de 61 ± 3
g/l; una determinación análoga del valor de HCl libre en
el segundo recipiente de la cascada de reactores con agi-
tación dió un valor de 22,6 g/l'.

Después se realizó, de un modo análogo al modo de proceder
25 correspondiente en el ejemplo 1, la precipitación de los
hidróxidos, y a continuación de ello se llevó a cabo un -
ensayo de filtración. En el último resultó un rendimiento
de filtración de 46,01 l/min referido a 1 m^2 de superficie
30 filtrante.

1

REIVINDICACIONES

5

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

20

25

30

1ª.- Procedimiento para la preparación de óxido magnésico puro a partir de magnesita bruta y/o de otras sustancias de partida que contienen carbonato magnésico, óxido magnésico y/o hidróxido magnésico, que se hacen reaccionar con ácido clorhídrico para formar una solución de cloruro magnésico, purificándose luego esta solución, después de lo cual el cloruro magnésico se transforma por descomposición térmica en óxido magnésico y cloruro de hidrógeno, caracterizado porque para la disolución, las sustancias de partida se introducen en una solución de cloruro magnésico, que es agitada intensamente, y porque esta solución se mezcla, con agitación intensa, con ácido clorhídrico, y continuando la agitación se hace reaccionar el material de partida con el ácido clorhídrico introducido, para la formación de cloruro magnésico, y el cloruro magnésico es retirado en forma disuelta para el tratamiento posterior.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el contenido de HCl libre en la solución de cloruro magnésico se mantiene por debajo de 110 g/l.

3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª ó 2ª.

1 caracterizado porque el material de partida que contiene magnesio y el ácido clorhídrico son introducidos simultáneamente en la solución de cloruro magnésico, con agitación intensa de la misma.

5 4ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el material de partida y el ácido clorhídrico son introducidos en un primer recipiente que contiene la solución de cloruro magnésico, y -
10 la solución así formada, después de haber transcurrido -- parcialmente la reacción, es transferida al menos a otro recipiente, en el que continúa transcurriendo la reacción entre el material de partida y el ácido clorhídrico.


15 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 4ª, caracterizado porque la solución de cloruro magnésico retirada del primer recipiente es conducida sucesivamente a través de varios recipientes, en los que es agitada, para continuar haciendo transcurrir la reacción entre el material de partida y el ácido clorhídrico.

20 6ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque las sustancias de partida y el ácido clorhídrico son introducidos continuamente en la solución de cloruro magnésico.

25 7ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 5ª ó 6ª, caracterizado porque las sustancias de partida y el ácido clorhídrico son conducidos continuamente en un reactor, - que contiene la solución de cloruro magnésico, de una cascada de reactores con agitación.

8ª.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE OXIDO MAGNESICO PURO".

30 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede,



1 representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

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

5

Madrid, 27.12.1917

P.A.

Oscar de Elzaburu
Por Poder.



10

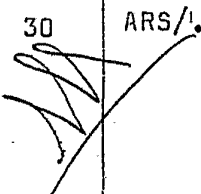
15

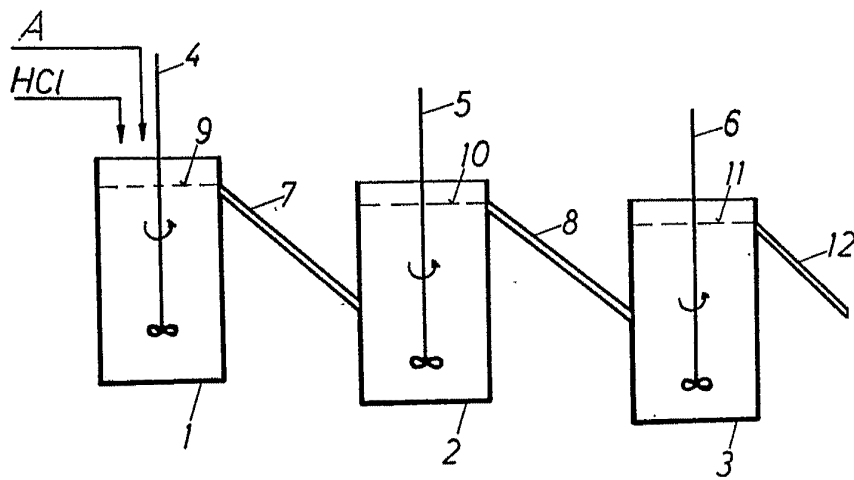
20

25

30

ARS/l.





Oscar de Eizaburg
Por Poder

