

ROMANIA

(19) **OFICIUL de STAT**
pentru INVENTII si MARCI
BUCURESTI



(11) **Nr. brevet: 105938 B1**
(51) **Int.Cl.⁵ C 01 F 5/08**

BREVET DE INVENTIE

(12)

Hotarirea de acordare a brevetului de inventie poate fi revocata
in termen de 6 luni de la data publicarii

(21) Nr. cerere: **144524**

(61) Perfectionare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: **22.03.90**

(62) Divizata din cererea:
Nr.

(30) Prioritate:

(86) Cerere internationala PCT:
Nr.

(41) Data publicarii cererii:
BOPI nr.

(87) Publicare internationala:
Nr.

(42) Data publicarii hotaririi de acordare a brevetului:
30.01.93 BOPI nr. 1/93

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 83608

(45) Data publicarii brevetului:
BOPI nr.

(71) Solicitant: **Combiunatul de Produse Sodice, Ocna Mures, judetul Alba, RO**

(73) Titular: (72)

(72) Inventatori: **Bicu Marius, Bicu Floare, Balan Gabriela, Ocna Mures, judetul Alba, RO**

(54) **Procedeu de purificare a oxidului de magneziu**

(57) **Rezumat:** Inventia de fata se refera la un procedeu de purificare a oxidului de magneziu, obtinut printr-un procedeu grefat pe industria sodei, care are un continut de CaO mai mare decit 2,5%. Conform procedului, hidroxidului de magneziu, cu un continut mai ridicat de CaO, se amesteca cu lesia

de filtru ce contine NH_4Cl , dupa care se filtreaza, se usuca, se calcineaza, rezultind oxid de magneziu cu un continut de CaO mai mic de 2,5%, ceea ce incadreaza produsul in sorturile cu refractabilitate ridicata, cerut in metalurgie.

Revendicari: 2

RO 105938 B1



Invenția de față se referă la un procedeu de purificare a oxidului de magneziu obținut printr-un procedeu grefat pe industria sodei care are un conținut de CaO mai mare decât cel admis utilizării în metalurgie.

Se știe că purificarea oxidului de magneziu tehnic, provenit dintr-o tehnologie grefată pe industria sodei amoniacale, este necesară deoarece conținutul de CaO din oxidul de magneziu variază în funcție de gradul de calcinare a dolomitei în cuptoarele de var.

Reducerea conținutului de CaO din oxidul de magneziu s-a realizat experimental utilizând clorură de magneziu. Conform acestui procedeu, precipitatul filtrat de hidroxid de magneziu se amestecă cu o soluție concentrată de 32% $MgCl_2$, după care se calcinează la $600^\circ C$, timp de o oră. Oxidul de magneziu rezultat se spală de clorurile solubile conținute în precipitat, după care se usucă și se calcinează.

Dezavantajele acestui procedeu sunt următoarele:

- în timpul calcinării amestecului de $MgCl_2$ cu MgO se produc aglomerări mari, ceea ce face necesară o fază de mărunțire înainte de spălare;

- prepararea clorurii de magneziu se face prin dizolvarea unei cote parte de oxid de magneziu cu acid clorhidric;

- coroziune foarte ridicată la utilajele unde se face preparare clorurii de magneziu, omogenizarea $MgCl_2$ cu $Mg(OH)_2$ și calcinarea hidroxidului de magneziu tratat.

Procedeu de purificare a oxidului de magneziu, conform invenției, utilizează clorura de amoniu din leșia de filtru din industria sodei amoniacale pentru reducerea conținutului de oxid de calciu din oxidul de magneziu.

Hidroxidul de magneziu, cu un conținut ridicat de CaO, se amestecă cu leșia de filtru (cu conținut de clorură de amoniu), după care urmează fazele de filtrare, uscare, calcinare, spălare, filtrare, calcinare. Produsul astfel obținut se încadrează în sorturile cores-

punzătoare produselor cu refractaritate ridicată.

Procedeu conform invenției prezintă următoarele avantaje:

- se utilizează ca reactiv clorura de amoniu care există în tehnologia sodei, iar soluțiile rezultate la filtrare se recirculă la faza de recuperare a amoniacului;

- temperatura de lucru este de maximum $400^\circ C$, temperaturile mai mari nu favorizează reacția, ci numai grăbesc descompunerea clorurii de amoniu;

- nu sunt necesare protecții anticorozive față de cele din industria sodei clasice;

- datorită temperaturilor scăzute de lucru, hidroxidul de magneziu nu trece în oxid, astfel încât nu se produc aglomerări în cuptor și nu este necesară faza de măcinare înainte de spălare.

În continuare se dă un exemplu de realizare a invenției.

Dolomita se calcinează în cuptoare rotative cu gaz metan sau cuptoare verticale cu cocs la $1050^\circ C$. Varul dolomit se hidratează la $60^\circ C$ cu apă desliciată sau condens, provenit din procesul tehnologic.

Varul dolomit, după o maturare de cca. o oră, este trimis la faza de recuperare a amoniacului legat din leșia de filtru. Reacția se conduce astfel încât să reacționeze numai CaO din dolomită cu NH_4Cl din leșia de filtru.

Leșia de filtru se debicarbonatiază până la 0,2...0,3 g/l CO_2 , pentru a împiedica reprecipitarea $CaCO_3$.

În urma acestei faze rezultă o suspensie de hidroxid de magneziu ca fază solidă și clorură de calciu + clorură de sodiu în faza lichidă.

Leșia finală cu conținut de 24...30 g/l MgO constituie materia primă pentru fabricarea oxidului de magneziu pentru refractare de uz general, se clasează în hidroxid de magneziu parte fină și parte grobă, în raport 12/1 părți în greutate. Hidroxidul de magneziu parte grobă se îngroașă cu ajutorul floclanților, după care se filtrează.

Hidroxidul de magneziu filtrat, cu un conținut de 5...6% CaO, se tratează într-un rezervor cu ajutorul unui agitator cu leșie de filtru debicarbonată, până la 0,2...0,3 g/l CO₂, care conține 120...125 g/l NH₄Cl. Suspensia se decantează și se refiltrează. În timpul acestei faze, hidroxidul de magneziu înglobează o cantitate suficientă de NH₄Cl necesară reacției cu CaO sau CaCO₃ din hidroxidul de magneziu.

Leșia mună de la filtrare se reintroduce în circuitul de leșie de filtru.

Hidroxidul de magneziu rezultat, filtrat, se calcinează la 400°C, când au loc următoarele reacții:

- la temperatura până la 200°C:
 $2\text{NH}_4\text{Cl} + \text{CaO} \rightarrow \text{Cl}_2 + 2\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$

- la temperatura între 217 și 400°C, când are loc reacția de descompunere a clorurii de amoniu în NH₃ și HCl, conform reacției:

$\text{CaO} + \text{HCl} + \text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaCl}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + \text{NH}_3$

$\text{CaCO}_3 + \text{HCl} + \text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaCl}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + \text{NH}_3 + \text{CO}_2$

Oxidul de calciu și carbonatul de calciu se transformă în clorură de calciu, care se elimină prin spălarea hidroxidului de magneziu. Hidroxidul de magneziu spălat de clorurile solubile se usucă și se calcinează la 7000°C, rezultând oxid de magneziu cu un conținut de CaO sub 2,5%.

Operația de tratare se poate face și

cu clorură de amoniu cristalizată, care se poate adăuga precipitatului de hidroxid de magneziu filtrat, stoichiometric față de conținutul de CaO. În acest caz, se reduce fluxul tehnologic cu o operație de deleiere și filtrare. Obținerea clorurii de amoniu cristalizată se face prin salifiere cu NaCl sare solidă.

Revendicări

1. Procedeu de purificare a oxidului de magneziu, prin contactarea hidroxidului de magneziu brut, obținut în procesul de prelucrare a varului dolomitic, cu leșie de filtru cu conținut de NH₄Cl, provenită de la fabricarea sodei amoniacale, urmată de calcinare, caracterizat prin aceea că realizează tratarea hidroxidului de magneziu cu un conținut de oxid de calciu de circa 5...6% cu clorura de amoniu, conținută în leșia de filtru, debicarbonată la 0,2...0,3 g/l CO₂, urmată de calcinare la 400°C pentru conversia hidroxidului de magneziu în oxid de magneziu și a oxidului de calciu în clorură de calciu.

2. Procedeu, conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că, oxidul de magneziu, rezultat după prima treaptă de calcinare, se spală pentru îndepărtarea clorurii de calciu, se filtrează și se calcinează la 700°C, rezultând, în final, un produs cu conținutul prescris de maximum 2,5% oxid de calciu.

Președintele comisiei de invenții: ing. Barbu Mara
 Examinator: ing. Panin Elena