



323381

22 FEB. 1966

323381

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de FMC CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en 1617 Pennsylvania Boulevard, Filadelfia, Pensilvania, Estados Unidos de América, por:

"UN METODO DE PREPARAR UN ARTICULO CONFORMADO QUE CONTIENE CARBON, A PARTIR DE UN ARTICULO CONFORMADO QUE CONTIENE AL MENOS 5%, EN PESO, DE CELULOSA MICROCRISTALINA".

5 Esta invención se refiere a un método de preparar artículos conformados de carbón, o que contienen carbón. Más particularmente, se refiere a un método de preparar varios artículos conformados de carbón puro y de carbón puro mezclado con otros materiales.

Los productos formados según esta invención son útiles para una variedad de fines, que dependen de su forma, tamaño y consistencia química. Los artículos de carbón preparados con esta invención son útiles, por ejemplo, como



filtros para gases y líquidos, como catalizadores, para su aplicación en el campo de los reactores nucleares y en --- aplicaciones magnéticas.

5 El método usual de obtener carbones vegetales o de -
origen orgánico altamente adsorbentes, de alto contenido -
en carbono, es a través de la destilación destructiva y la
activación de la madera. El producto procedente de este --
procedimiento se presente generalmente en forma de piezas
de forma irregular que están sometidas a la formación de -
10 polvo y a la exfoliación. Usualmente es necesaria una ope-
ración de activación para producir un carbón vegetal con -
un poder de adsorción satisfactorio.

15 Los artículos preparados de acuerdo con esta inven-
ción proporcionan un carbón activo que tiene una elevada -
capacidad de adsorción, tanto en el intervalo de los poros
de gran radio como en el intervalo de los poros de pequeño
radio, y son de baja formación de polvo y de forma unifor--
me.

20 Según la invención, un artículo conformado que con-
tiene al menos 5% en peso de celulosa microcristalina, se
calienta bajo condiciones reductoras, es decir, en ausen-
cia de oxígeno, hasta una temperatura suficiente para car-
bonizar la celulosa. Preferiblemente, la celulosa micro---
cristalina ha sido desmenuzada mecánicamente y secada por
25 pulverización.

En una realización de la invención, una masa de la -
celulosa microcristalina se densifica para formar un artí-
culo conformado bajo una presión de al menos aproximadamen-
te 70 kg/cm^2 , antes de calentarla.

30 En otra realización, la celulosa microcristalina se

323381



mezcla con un líquido no disolvente para la misma, tal como el agua, para formar una pasta, y se añade hasta 95%, - en peso, de otro material, si se emplea menos de 100% de celulosa. La pasta se transforma después en un artículo con
5 formado, y el líquido se separa de la misma antes de ser - calentada. Los tantos por ciento en peso se basan en el peso de los sólidos secos en el artículo conformado antes de su carbonización.

El otro material puede ser carbón finamente dividido,
10 do, fibras de celulosa o amianto. También puede ser un óxido formador de vidrio, un metal libre, un compuesto metálico o un material que contiene metales.

En una realización preferida, el artículo conformado carbonizado se trata además calentándolo con un gas inerte,
15 te, tal como vapor de agua o dióxido de carbono, hasta una temperatura de al menos 600°C.

De esta forma es posible producir un artículo o producto elaborado que comprende carbón activo que tiene un contenido de carbono puro de al menos aproximadamente 95%,
20 un volumen total de poros, en el intervalo de radios de poro de 100 a 6.300 Å, de desde 1'5 a 2'5 mililitros por gramo, y un volumen total de poros, en el intervalo de radios de poro de menos de 10 Å, de al menos 0'2 y preferiblemente 0'4 mililitros por gramo.

Los artículos que han de fabricarse según esta invención pueden producirse en cualquier forma deseada, incluyendo, por ejemplo, varilla, tubos, esferas y tacos. Si el artículo contiene una gran cantidad de celulosa microcristalina, tendrá lugar una contracción considerable del mismo
30 al carbonizarlo. Esto se tiene en cuenta cuando se pre-

323381

22 FEB 1950



para el artículo, y se incorpora un exceso suficiente de -
la celulosa microcristalina para compensar una eventual re-
ducción de tamaño. Por otro lado, el fenómeno de la contrac-
ción puede utilizarse ventajosamente para la preparación -
de artículos extremadamente pequeños, tales como esferas -
5 minúsculas de carbón. El hecho de que los artículos conser-
van su forma y sus dimensiones relativas, y de que no se -
rompan durante la carbonización, permite la fabricación de
artículos de carbón, que no forman polvo, de todos los ta-
maños y formas.
10

La celulosa microcristalina que se utiliza para la -
invención es el producto insoluble en ácidos de la hidrólisis
controlada de la celulosa, y tiene un grado uniforme -
de polimerización (G.P.), medido según una comunicación de
15 O.A. Battista titulada "Hidrólisis y cristalización de la
celulosa", Industrial and Engineering Chemistry, vol. 42,
págs. 502-7 (1950).

Una forma desmenuzada mecánicamente de la celulosa -
microcristalina se describe en la patente U.S. Nº 2,978,446.

20 La celulosa microcristalina desmenuzada o no desmenu-
zada se seca usualmente para su almacenamiento y manejo --
después de su preparación. El secado se lleva a cabo ade-
cuadamente por medio de varios procedimientos de secado, -
incluyendo, por ejemplo, el secado por pulverización, el -
25 secado por congelación, el secado en tambor y el secado --
por desplazamiento del disolvente. Algunos de estos proce-
dimientos de secado producen ventajosamente materiales de
inferior densidad aparente. El secado por pulverización, -
por ejemplo, produce un material que tiene un área superfi-
30 cial considerablemente mayor, en comparación con el mismo

323381



peso de material secado por reposo al aire o en una estufa. Además, se ha observado que la combinación del desmenuzamiento mecánico, preferiblemente en un medio acuoso, y el secado por pulverización de la celulosa microcristalina, produce un material más poroso, que se prefiere para la fabricación de carbón activo.

Como se ha descrito anteriormente, la operación de conformación puede llevarse a cabo utilizando presión, y puede observarse que también puede tener lugar algo de desintegración o desmenuzación de la celulosa microcristalina durante la operación de someterla a presión. De hecho, cuando mayor es la presión, se obtendrán más partículas con un tamaño más pequeño. Al mismo tiempo, la compresión causa el efecto de orientación o alimentación de las partículas más pequeñas, de tal modo que sus superficies se reúnen tan estrechamente que quedan sujetas por fuerzas de enlace intermoleculares, y se forma una estructura mayor, la densidad de esta estructura mayor, o forma comprimida, tiende a acercarse a la densidad de la celulosa microcristalina. Para facilitar las acciones precedentes, y para facilitar el contacto entre partículas y partículas, la compresión puede llevarse a cabo en un vacío de cualquier magnitud adecuada.

Preferiblemente, el producto conformado se forma sometiendo a presión celulosa microcristalina seca, que contiene aproximadamente un 6% de humedad, hasta la forma deseada. No es necesario añadir humedad para fabricar productos duros y estables.

Generalmente, la operación de formación se realiza a temperatura ambiente aplicando una presión elevada de al



menos aproximadamente 70 kg/cm^2 y más alta. Para la formación de algunos productos se prefieren presiones de 350 a 2.100 kg/cm^2 , aunque son útiles las presiones de 7.000 kg/cm^2 y mayores. A medida que aumenta la presión de formación, aumenta la densidad y dureza del producto resultante, y se hace progresivamente más insensible a la humedad.

El secado del producto conformado antes de la carbonización puede llevarse a cabo a temperaturas que varían desde la temperatura ambiente hasta aproximadamente 100°C . Han de evitarse las condiciones de secado que tiendan a producir vapor de agua.

Otro procedimiento de conformado comprende someter a la celulosa microcristalina húmeda o que no ha sufrido ningún secado, que tiene cualquier tamaño de partículas y distribución de tamaños deseable, a compresión, preferiblemente bajo condiciones que permitan el desprendimiento de agua, y secar después el producto sometido a presión, obteniéndose un material horneado que tiene una superficie muy uniforme y brillante.

Generalmente, la celulosa microcristalina húmeda puede comprimirse a presiones inferiores que la celulosa seca para conseguir un efecto comparable de fuerzas de enlace en el producto. Si se desea, la compresión puede hacerse también a temperaturas más elevada, por ejemplo desde el ambiente hasta 100 a 150°C o más, para favorecer el enlace de hidrógeno, pero se realiza convenientemente a temperaturas ambiente.

Si se combinan otros materiales con la celulosa microcristalina, están generalmente en forma de partículas finamente divididas, o pueden ser solubles en el medio hu-

323301



mectante líquido con el que se mezcla la celulosa microcristalina, o en otro líquido.

Estos otros materiales se emplean en cantidades que varían desde 5 a 95%, con relación al peso de los materiales sólidos secos en el artículo conformado antes de su carbonización. Las cantidades preferidas utilizadas dependerán de la naturaleza del otro material y del uso final que se de al artículo de carbón.

Las fibras de celulosa finamente divididas, las fibras de amianto, la mica, el carbón, los óxidos que forman vidrios, los metales y los compuestos metálicos en general, son ejemplos generales de los componentes de mezcla para esta invención. Para obtener artículos conformados de carbón puro a partir de polvo de carbón, se emplean, por ejemplo, partículas de carbón de tamaños desde 1 a 300 micras o mayores. Los artículos resultantes son artículos que no forman polvo o de poca formación de polvo que tienen la forma de configuración deseadas.

Las fibras de amianto finamente divididas pueden emplearse, por ejemplo, en cantidades de aproximadamente 50% con relación al peso del artículo carbonizado, para producir un artículo conformado de carbón puro que contiene amianto finamente dividido.

Con el aglomerado de celulosa microcristalina pueden emplearse también cantidades elevadas de fibras de celulosa molidas, baratas, para producir artículos conformados de carbón.

Con la celulosa microcristalina pueden mezclarse metales y compuestos metálicos en polvo, en cantidades que varían desde aproximadamente 1% hasta aproximadamente 75%,

323381

22 FEB



en peso, según el uso que se pretenda dar al artículo acabado.

5 Ejemplos de los metales usados para esta invención son sodio, potasio, cobre, magnesio, calcio, bario, cinc, aluminio, titanio, estaño, plomo, manganeso, hierro y níquel. Estos metales pueden emplearse en forma libre finalmente divididos. o en forma de compuesto que se reducen al metal libre durante la carbonización.

10 Los ejemplos de compuestos metálicos que se emplean incluyen el acetato cúprico, carbonato de magnesio, sulfato de bario, carbonato de calcio, sulfato de cinc, cloruro de titanio, acetato de plomo, nitrato férrico, óxido férrico, varios fosfatos metálicos y óxido manganeso.

15 Los óxidos formadores de vidrio incluyen, por ejemplo, dióxido de silicio, óxido de boro, óxido de aluminio y óxido de circonio.

20 La celulosa microcristalina o las mezclas de éste y otros materiales en polvo, puede conformarse en moldes, en forma de una pasta o masa húmeda, por extrusión, laminación, formación de esferas o bolas, o por cualquier otro método oportuno. Después de sacarla hasta que sea una masa solidificada, puede cortarse hasta la longitud o forma deseada antes de la carbonización. Una forma particularmente preferida es una pequeña bola o esfera que puede producirse mezclando los ingredientes, incluyendo el agente humectante, en un recipiente de mezclado que tiene paletas mezcladoras que se amoldan sustancialmente a la forma del cos
25 tado del recipiente. Las batidoras o paletas se ajustan al tamaño deseado de las bolas o esferas separándolas una dis
30 tancia predeterminada de la pared del recipiente. Al comen

323381

22 FEB



zar el mezclado, la mezcla pastosa se aplasta a lo largo -
de la pared del recipiente de mezcla, pero eventualmente -
comienza a tomar la forma de pequeñas bolas o esferas. La
mezcla continuada convierte virtualmente toda la mezcla en
5 esferas de tamaño uniforme. Una vez que se han formado las
esferas, se secan para formar una masa de fácil fluidez.

Aunque el agua es un agente humectante preferido, --
son útiles otros medios líquidos, incluyendo las mezclas -
de agua con líquidos polares o no polares, o combinaciones
10 de los mismos. Los ejemplos de tales líquidos no acuosos -
incluyen los alcoholes, hidrocarburos, ésteres, éteres, á-
cidos, cetonas, aldehídos, aminas, y sulfóxidos.

El artículo conformado se seca, una vez formado, pa-
ra separar el agente humectante. El secado se lleva a cabo
15 generalmente dejando reposar el artículo al aire o en con-
diciones que favorecen el secado. Deben evitarse las condi-
ciones de secado que tienden a producir vapor de agua.

Puede emplearse cualquier procedimiento adecuado de
carbonización. Usualmente, los artículos conformados se co-
20 locan en un dispositivo de calentamiento, tal como un hor-
no eléctrico, y se calientan hasta las temperaturas de car-
bonización, por ejemplo, 400°C y mayores, bajo condiciones
reductoras. Usualmente, durante el procedimiento de carbo-
nización, las temperaturas se elevan lentamente desde 400°C
25 C hasta aproximadamente 800°C. Las condiciones reductoras
implican, preferiblemente, el calentamiento en una atmósfe-
ra de nitrógeno o en ausencia de un gas que contenga oxíge-
no libre.

El procedimiento de carbonización produce un carbón
30 vegetal activado sin el tratamiento corriente de activa---

323381

22F



ción; sin embargo, se produce un carbón activo mejor tratando el carbón en un procedimiento convencional de activación. La activación se lleva a cabo usualmente calentando la masa carbonizada a temperaturas elevadas (600-1000 °C) con vapor de agua o dióxido de carbono, para formar una estructura más porosa.

Para demostrar esta invención, se exponen los siguientes ejemplos.

Ejemplo I

Se prepararon pequeñas esferas de celulosa microcristalina, con un G.P. uniforme medio de aproximadamente 220, desmenuzadas mecánicamente y secadas por pulverización para producir un tamaño medio de partícula de aproximadamente 38 micras, mezclando 125 gramos de la celulosa microcristalina y 205 ml. de agua en un mezclador planetario. Las paletas del mezclador se colocaron a 2.5 mm. de distancia del costado y el fondo de la cubeta de mezclado, y después se hicieron girar a una velocidad de aproximadamente 60 rpm. durante cinco minutos. La velocidad del mezclador se cambió después a 120 rpm. y se dirigió una lámpara calorífica al costado de la cubeta de mezcla. Una hora y veinte minutos después se formaron las esferas y se paró el mezclador.

Las esferas, con un tamaño de aproximadamente 1.5 mm. de diámetro, se separaron de la cubeta de mezcla y se colocaron bajo una lámpara calorífica para secarlas. Una vez secas, las esferas tenían un diámetro de 1.0 mm. aproximadamente.

Después del secado, se colocó una muestra de las esferas en un tubo de vidrio del que se eliminó el aire, y se cerraron herméticamente los extremos. La muestra se cargó

323381



bonizó por calentamiento en un horno eléctrico. Para hacer mínima la fusión de las esferas al calentarlas, la muestra se colocó en el horno a la temperatura ambiente, y la temperatura del horno se incrementó lentamente durante dos ho-
5 ras hasta 575°C, y después se aumentó rápidamente hasta 700 °C, durante 15 minutos. Las esferas de carbón resultantes habían disminuído hasta aproximadamente 1/3 de su tamaño - original, y tenían un peso de aproximadamente el 19 por -- ciento de su peso original.

10

Ejemplo II

250 ml. de una suspensión de sólidos al 30% de car--
bón finamente dividido, con un tamaño de partícula de apro-
ximadamente 20 micras, se añadieron a 125 gramos de celulo-
sa microcristalina, como se describe en el Ejemplo I, en -
15 la cubeta de un mezclador planetario. Se añadieron aproxi-
madamente 25 cc. de agua para dar a la mezcla la consisten-
cia apropiada. El mezclador se puso en marcha con una velo-
cidad de giro de las paletas de aproximadamente 60 rpm., -
durante 10 minutos, y después se aumentó la velocidad hasta
20 aproximadamente 120 rpm. durante 50 minutos. Durante el mez-
clado, se dirigió al costado de la cubeta una lámpara calo-
rífica. Las esferas resultantes no eran coherentes, y se ha-
bían contraído hasta aproximadamente 2/3 de su diámetro en
estado húmedo.

25

Las esferas se carbonizaron como en el Ejemplo I pa-
ra producir partículas de carbono puro, aunque en este ca-
so tuvo lugar muy poca contracción adicional.

EJEMPLO III

Una mezcla que contenía 180.8 gramos de nitrato fé--

323381

22



rrico disueltos en 205 ml. de agua y 125 gramos de celulo-
sa microcristalina, como se describe en el Ejemplo I, se
mezclaron durante unos cuantos minutos, a 60 rpm., en un --
mezclador planetario. La mezcla se hizo muy plástica y ne-
cesitó 55 gramos más de celulosa microcristalina para se--
5 carla hasta el estado en que se separó en gránulos. Se mez-
cló durante otros 120 minutos. Como no se habían formado -
esferas, se decidió extruir la mezcla. Se añadieron 300 ml.
de agua, con mezclado, para obtener una masa extrusionable.
10 La mezcla se extruyó después lentamente a través de una hi-
lera circular de 5 mm., empleando una pistola compresora -
manual, para obtener cilindros lisos uniformes, que se se-
caron en aire hasta obtener un sólido pardo-anaranjado de -
un diámetro de aproximadamente $2/3$ del diámetro original.
15 Los cilindros se calentaron a temperaturas de carbo-
nización de hasta 1200°C en nitrógeno, operación durante la
que se contrajeron hasta aproximadamente $2/3$ de su diámetro
original y se ennegrecieron. Los cilindros eran magnéticos.

Ejemplo IV

20 125 gramos de polvo de óxido de hierro magnético ne-
gro, 125 gramos de celulosa microcristalina, como se des--
cribe en el Ejemplo I, y 255 ml. de agua se mezclaron con-
juntamente, durante 1 hora y media a 60 rpm., en un mezcla-
dor planetario, para obtener pequeñas esferas negras. Des-
25 pués de secarlas, las esferas se carbonizaron, como en el
Ejemplo III, operación durante la que mostraron poca con--
tracción. Las esferas carbonizadas eran magnéticas.

Ejemplo V

102.42 gramos de acetato de níquel hidratado se di--

323381

22 FEB 1954



solvieron en 205 ml. de agua y aproximadamente 10 ml. de ácido nítrico concentrado. Esto se mezcló después con 175 gramos de celulosa microcristalina, como la descrita en el Ejemplo I, en un mezclador planetario. La velocidad de mezcla se estableció en 60 rpm. y se continuó durante 2 horas y media para producir microsferas perfectamente formadas.

Al secarlas, las pequeñas esferas se calentaron en nitrógeno hasta 100°C, operación durante la que se contrajeron y se ennegrecieron. Las minúsculas esferas negras -- eran muy duras y magnéticas.

Ejemplo VI

91.5 gramos de acetato de plomo hidratado, 250 gramos de celulosa microcristalina, como se describe en el Ejemplo I, y 410 cc. de agua, se mezclaron conjuntamente durante cuatro horas en un mezclador planetario, a una velocidad de las paletas de 60 rpm. Las perfectas esferas pequeñas obtenidas a partir de este procedimiento se secaron en aire, y después se carbonizaron en nitrógeno. Durante este calentamiento, las esferas se contrajeron y ennegrecieron. Las escamas de plomo se mantuvieron especulares hasta su punto de fusión.

Ejemplo VII

Se preparó un lote de tartrato de plomo haciendo reaccionar 200 gramos de ácido tartárico, neutralizado hasta pH 8 con hidróxido de sodio concentrado en 1000 ml. de agua, con 400 gramos de acetato de plomo. Algo de aluminio del agitador contaminó probablemente el lote en forma de un gel. se añadió ácido acético hasta un pH 5 y el gel se



disolvió. Después se añadió hidróxido de sodio hasta pH 7, y el lote se filtró y se lavó con agua caliente. La torta del filtro húmeda se colocó en la cubeta de un mezclador planetario, y se añadió celulosa microcristalina seca, como se describe en el Ejemplo I, haciéndose girar las paletas del mezclador a 60 rpm., hasta que comenzó la formación de bolas. Después se hizo girar el mezclador a esta velocidad durante hora y media, para completar la formación de las esferas. Las esferas resultantes se secaron, y una pequeña muestra se calentó en un tubo cerrado en ausencia de aire, y el tubo se cerró herméticamente una vez que la descomposición fué completa. Una vez enfriado, el tubo se abrió rompiéndolo, y el producto ardió espontáneamente por exposición al aire. Por lo tanto, el plomo pirofórico no se desactivó por la carbonización de la celulosa.

Ejemplo VIII

25 gramos de polvo de cobre metálico, 125 gramos de celulosa y 205 ml. de agua, se mezclaron a una velocidad de las paletas de 60 rpm., durante tres horas, en un mezclador planetario. Por secado en aire se obtuvieron pequeñas esferas correctas, que se contrajeron al calentarlas a temperaturas de carbonización en nitrógeno. Las escamas de metal de las esferas carbonizadas se mantuvieron especulares hasta su punto de fusión.

Ejemplo IX

125 gramos de carbonato de calcio en polvo, 125 gramos de celulosa microcristalina, como se describe en el Ejemplo I, y 280 ml. de agua, se mezclaron conjuntamente -



323381

22F

en un mezclador planetario hasta que se completó la formación de bolas. Las esferas se secaron y se calentaron hasta las temperaturas de carbonización bajo nitrógeno.

Ejemplo X

5 180 gramos de carbón activo, 20 gramos de celulosa microcristalina, como se describió en el Ejemplo I, y 410 ml. de agua desionizada, se mezclaron conjuntamente en un mezclador planetario, durante 2 horas y 15 minutos, a una velocidad de giro de las paletas de 60 rpm. Se formaron -
10 esferas aceptables, y secaron en aire. Las esferas se calentaron en nitrógeno aumentando la temperatura del horno desde 200° C hasta 500° C, durante un período de 2 horas y media.

15 Las determinaciones con el aparato de medida de la sorción en la muestra carbonizada mostraron una retención del 97% del área superficial activa para las esferas de carbón.

Ejemplo XI

20 Dos lotes independientes que comprendían 125 gramos de celulosa microcristalina, como se describió en el ---- Ejemplo I, 125 gramos de una suspensión coloidal de sílice que contenía aproximadamente 30% de sólidos, y 84 ml. de agua, se mezclaron conjuntamente en un mezclador planetario, con una separación de 2,0 mm. entre las paletas y
25 la pared de la cubeta, a una velocidad de giro de las paletas de 60 rpm. durante hora y media. La mezcla se secó demasiado rápidamente para conseguir la formación de bolas. Por ello, se combinaron los dos lotes, se añadieron

323391



80 ml. de agua, y se mezcló el lote combinado durante hora y media a 60 rpm., para producir esferas satisfactorias que, una vez secas, medían 1,3 mm. de diámetro.

5 Las esferas secas se calentaron después bajo condiciones reductoras a temperaturas de carbonización y durante un tiempo suficiente para proporcionar esferas de carbón-sílice.

Ejemplo XII

10 125 gramos de celulosa microcristalina, como se describe en el Ejemplo I, 125 gramos de esquistos de fosfato y 225 ml. de agua se mezclaron en un mezclador planetario a 60 rpm., durante hora y media, hasta obtener pequeñas esferas.

15 Las esferas se secaron y se calentaron bajo condiciones reductoras desde 65^o C hasta 360^o C durante 30 minutos, y después desde 360^o C hasta 550^o C durante 66 minutos, para obtener esferas de esquisto de fosfato-carbón que tenían un volumen de aproximadamente 67% de su volumen original.

20 Ejemplo XIII

Se densificó celulosa microcristalina, como en el Ejemplo I, hasta formar tabletas (aproximadamente 10 mm. de diámetro y 3 mm. de espesor), bajo una presión de aproximadamente 350 kg/cm², en una máquina convencional de fabricación de tabletas. Estas tabletas se secaron completamente, en primer lugar, y después se carbonizaron y se activaron con vapor de agua, utilizando técnicas convencionales. Las tabletas, aunque se contrañeron apreciablemen

323301

22



te, conservaron sus formas notablemente bien, no se produ-
 jeron finos, y las tabletas de carbón poseían una capa su-
 perficial exterior que parecía más dura que el interior. -
 El contenido en carbono de la tableta de carbón era apro-
 5 ximadamente del 97%, y al hacerla arder solamente se produ-
 jo una cantidad muy pequeña, aproximadamente el 0,2%, de -
 cenizas. La densidad aparente de la tableta de carbón era
 de aproximadamente 0,30 g./ml.

En la Tabla siguiente se da un resumen de las pro-
 10 piedades superficiales de la tableta de carbón activado,
 de la tableta de carbón no activado, de la tableta de ce-
 lulosa original y de un carbón vegetal activado disponible
 comercialmente.

Tabla I

15	<u>Propiedades</u>	<u>Muestras</u>			
		Tableta de car- bón ac- tivado.	Tableta de car- bón no activa- do.	Tableta de celu- losa -- original	Carbón ve- getal ac- tivado co- mercial.
20	Area superficial, m ² /g	1475	- -	- -	443
	Volumen de partículas, ml/g	2'824	1'606	1'171	1'220
	Volumen total de poros, ml/g	2'340	1'100	0'534	0'754
25	<u>Distribución del volumen de los poros, ml/g</u>				
	<u> Radios de los poros</u>				
	100-63.000 Å	1'670	0'885	0'536	0'494
	menos de 100 Å	0'670	0'215	0'00	0'260
30	menos de 10 Å	0'454	- -	- -	0'071

323381

22 FEB 1954



En la Tabla anterior es significativa la gran área su
perficial y el gran volumen de poro de la tableta de carbón
activo de esta invención. Además, es sorprendente y signifi
cativo el elevado volumen de poro en el intervalo de los ra
5 dios superiores de poro, así como el volumen de poro compa
rativamente alto en el intervalo de radios pequeños de poro
(microporos). Este material es útil para fines de adsorción
tanto para materiales macromoleculares como para micromole
culares, como se comprobó por medio de ensayos de adsorción
10 químicos.

Ejemplo XIV

Se densificó hasta formar tabletas celulosa microcristalina, como en el Ejemplo I, pero con un tamaño medio de --
partículas de aproximadamente 19 micras, teniendo las table
15 tas aproximadamente 10 mm. de diámetro y 3 mm. de espesor, -
bajo una presión de aproximadamente 350 kg/cm². Estas table
tas se secaron primeramente, y después se carbonizaron y se
activaron con vapor de agua empleando técnicas convenciona--
les. Después de una pirólisis, las tabletas parecían casi --
20 las mismas que las del Ejemplo XIII. No se produjeron finos,
y la tableta carbonizada tenía una capa exterior dura que --
ayudaba a impedir la formación de escamas o polvo. La table
ta de carbón contenía una pequeña cantidad de ceniza, aproxi
madamente el 0'5%, y tenía una densidad aparente de aproxima
25 damente 0,22 g./ml. El contenido de carbono encontrado en es
ta muestra era del 96%.

En la Tabla siguiente se expone un resumen de las pro
piedades superficiales de la tableta de carbón activado, de
la tableta de carbón no activado, de la tableta de cristali-

323381 22F



tos de celulosa original, y de un carbón vegetal activado - disponible comercialmente.

Tabla II

Propiedades	Muestras			
	Tableta de carbón activado.	Tableta de carbón no activado.	Tableta de celulosa original.	Carbón vegetal activado comercial.
5	Datos de superficie y de poros			
10	Area superficial, m ² /g	1114	---	---
	Volumen de partículas, ml/g	3'087	1'938	1'311
	Volumen total de poro, ml/g	2'595	1'432	0'674
15	Distribución de volumen de poro, ml/g			
	<u>Radio de poro</u>			
	100 - 63.000 Å	2'092	1'238	0'712
	menos de 100 Å	0'503	0'194	0'00
20	menos de 10 Å	0'267	---	---
				0'071

Como en el Ejemplo XIII, son significativos la gran -- área superficial y el volumen de poro del carbón activado. - Además, el volumen de poro comparativamente alto en el inter-
25 valo de los radios superiores de poro, así como el del inter-
valo de radios de poro pequeños, proporciona un material ad-
sorbente inesperadamente útil.

Estos productos son fundamentalmente útiles como adsor-
bentes para líquidos y gases, tanto de consistencia macromole-
cular como micromolecular. No obstante, también se tiene en
30 cuenta que el artículo conformado de carbón puro es útil pa-
ra otros fines, incluyendo, por ejemplo, el de ser material
aislante tanto para aplicaciones de temperatura como eléctri-



oas.

El método de esta invención puede producir un artículo de carbón puro desusadamente resistente, de baja formación de polvo. Estos artículos son únicos a causa de su resistencia mecánica, su red de poros, la elevada porosidad y la variedad de su eficiencia como adsorbentes.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, con fecha 26 de febrero de 1965, bajo los números 435.712 y 435.744, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

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 siguientes:

12. - Un método de preparar un artículo conformado que contiene carbón a partir de un artículo conformado que contiene al menos 5 %, en peso, de celulosa microcristalina, caracterizado por calentar el artículo conformado bajo condiciones reductoras hasta una temperatura suficiente para carbonizar la celulosa.

22. - Un método según el punto 1, caracterizado por que se densifica una masa de la celulosa microcristalina para formar dicho artículo conformado bajo una presión de al menos aproximadamente 70 kg/cm².

32. - Un método según el punto 2, caracterizado por que la celulosa microcristalina ha sido desmenuzada mecáni-



22F

323381

camente, y preferiblemente secada por pulverización.

42. - Un método según el punto 1, caracterizado por--
que la celulosa microcristalina se mezcla con un líquido no
disolvente para ella, para formar una pasta, añadiéndose --
5 hasta 95% en peso de otro material si se emplea menos del -
100% de celulosa, el artículo conformado se forma a partir
de la pasta, y el líquido se separa del artículo conformado
antes de ser calentado, basándose los tantos por ciento en
peso en el peso de los sólidos secos en el artículo confor-
10 mado antes de su carbonización.

52. - Un método según el punto 4, caracterizado por--
que el líquido es agua.

62. - Un método según los puntos 4 o 5, caracterizado
porque el otro material es carbón, fibras de celulosa, amian-
15 to, un óxido formador de vidrio, un material que contiene -
un metal, o metal libre o un compuesto metálico, finamente
divididos.

72. - Un método según cualquiera de los puntos prece-
dentes, caracterizado porque el artículo conformado carboni-
20 zado se trata además por calentamiento con un gas inerte, -
tal como vapor de agua, hasta una temperatura de al menos -
600^o C.

82. - Un método de preparar un artículo conformado --
que contiene carbón, a partir de un artículo conformado que
25 contiene al menos 5%, en peso, de celulosa microcristalina.

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

323381

22



Esta Memoria consta de veintidós hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

22 FEB. 1960

P.A.

Alberto de Elizáburu
Por Poder

MCR/11164