



327295

MEMORIA DESCRIPTIVA.-
=====

PATENTE DE INVENCION.

P A I S : ESPAÑA.

DURACION : 20 AÑOS.

OBJETO : "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION
"RESPECTO A CLORO DE TERFENILO Y/O MA-
"TERIALES ORGANICOS ANALOGOS".

=====

A nombre de : COMMUNAUTE EUROPEENNE DE L'ENERGIE
ATOMIQUE (EURATOM).

Residente en : BRUSELAS (Bélgica), Belliard, 51-53.



327295

El presente invento se refiere a un procedimiento y a una instalación para la purificación de terfenilo y/o materiales orgánicos análogos que pueden contener pequeñas cantidades de agua disuelta, separando impurezas cloradas presentes en la materia prima. Los materiales orgánicos han sido propuestos como agentes de refrigeración en reactores nucleares. En la práctica pueden ser suministrados por el abastecedor únicamente con un grado de pureza relativamente bajo y es cuestión de hecho el que, incluso pequeñas cantidades de impurezas cloradas del orden de 10 ppm. o menos, son muy indeseables a causa de sus efectos sobre la corrosión de los materiales estructurales del reactor.

El objeto del invento es reducir el contenido de impurezas cloradas en materiales orgánicos del tipo arriba mencionado hasta un valor mínimo extremo, en una forma continua y económica, especialmente cuando el material orgánico sirve como agente de refrigeración en un reactor y el reactor está funcionando.

Con los métodos conocidos hasta ahora, el agente de refrigeración orgánico, o bien se purga con gas inerte a elevada temperatura o bien es hecho recircular a través de un catalizador apropiado, o bien la destilación del refrigerante se lleva a cabo sobre sodio o potasio metálicos. Los inconvenientes de los dos métodos primeros son que presentan sólo una eficacia limitada a concentraciones bajas, mientras que



el tercer método es un proceso peligroso y caro.

Estos inconvenientes se reducen cuando, de acuerdo con el presente invento, el material orgánico es hecho circular a través de un lecho que contiene circonio y/o titanio, con preferencia una aleación de ambos a temperaturas entre 300°C. y 450°C. Para constituir el lecho de purificación deben emplearse fragmentos o virutas o chapas o granos de dicho metal de circonio y/o de dicho metal de titanio, o mejor, de sus aleaciones. Los metales o las aleaciones reaccionan con los compuestos clorados contenidos en el material orgánico y con el agua, porque su superficie se oxida y retiene así las impurezas arriba mencionadas.

Se ha demostrado que, con ayuda de este nuevo procedimiento de purificación, en una mezcla de orto, meta y para-terfenilos, la concentración de las impurezas que contienen cloro disminuye desde 2-10 ppm. originales a 0,1 ppm. o incluso menos. Los metales o aleaciones más eficaces son aparte del circonio y del titanio, algunos de los ya conocidos como getters en tubos electrónicos. La aleación menos resistente a la corrosión es la mejor en este aspecto, por ejemplo, la aleación que consiste en 50% de circonio y 50% de titanio.

El procedimiento de purificación es muy adecuado para la purificación continua del material orgánico usado como refrigerante en reactores, aunque no está limitado a esta aplicación.

En los dibujos adjuntos:

La figura 1 muestra un ejemplo simplificado de un circuito de purificación de acuerdo con el invento asociado con un reactor nuclear.



La figura 2 muestra un trazado semi-logarítmico que ilustra la concentración de impurezas cloradas en ppm. en función del tiempo de recirculación en horas.

En la figura 1, el reactor está representado por el rec-
60.- tángulo 1; está conectado al circuito principal del refrige-
rante 2, que incluye una unidad de potencia 3. Con mucho, la
mayor cantidad de refrigerante orgánico es hecha circular a
través de este circuito, mientras que una proporción pequeña
es retirada continuamente del circuito 3 y pasa por el circui-
65.- to de purificación 4 antes de volver al circuito 3. Un lecho
de descloración 5 que contiene el material de getter (por
ejemplo, la antes citada aleación de circonio-titanio) está
conectado en este ejemplo en serie con el paso de purifica-
ción normal 6 (siempre presente). El refrigerante es hecho
70.- pasar por este lecho a temperaturas de entre 300 y 400°C. El
refrigerante gastado es evacuado del paso de purificación 6
por la tubería 7. El balance del refrigerante es mantenido
añadiendo refrigerante nuevo por la tubería de alimentación
8 al lecho 5.

75.- En la tubería de alimentación puede añadirse un segundo
lecho de descloración, si se desea, con el fin de intensifi-
car la purificación.

En algunos ensayos realizados, OM2-terfenilo bruto (su-
ministrado por Progil, Francia) se hizo circular en un bucle
80.- sobre tiras de circonio. La cantidad total de material orgá-
nico fué de 35 ls. La relación de superficie expuesta del cir-
conio al volumen del material orgánico fué de 0,5 dm²/l. El
contenido en agua durante los ensayos fué de 100 ppm.

El cambio de la concentración de cloro en función del
85.- tiempo de recirculación fué registrado: los resultados obte-



nidos a dos temperaturas, 380 y 420°C., se muestran en la figura 2.

90.- Los análisis del óxido de circonio separado de las tiras de circonio mostraron una concentración de cloruros en el óxido que fluctuaba desde 700 a 3.000 ppm. Ensayos de mayor duración mostraron una disminución de la concentración de cloro del terfenilo hasta 0,05 ppm. Todas las comprobaciones analíticas se hicieron por análisis de activación.

95.- El invento no queda limitado al ejemplo antes descrito sino que puede ser utilizado en todas las instalaciones de purificación para materiales orgánicos análogos. Materiales orgánicos análogos a los terfenilos son, por ejemplo:

- Compuestos alcohólicos o aromáticos de difenilos y terfenilos;
- 100.- - Productos de p. de ebullición elevado de la destilación del petróleo del grupo del polialcoholifenantreno;
- Compuestos de p. de eb. elevado de la destilación de alquitranes.

N O T A.-
=====

105.- Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, son los siguientes:

110.- 1º.- Un procedimiento para la purificación respecto a cloro de terfenilo y/o materiales orgánicos análogos en el cual el material orgánico es hecho circular a través de un lecho de circonio y/o titanio o de una aleación o aleaciones de los mismos a una temperatura entre 300°C. y 450°C.

2º.- Un procedimiento para la purificación respecto a cloro de terfenilo y/o materiales orgánicos análogos en el



115.- cual el material orgánico es hecho pasar a través de un lecho de aleación de circonio-titanio a una temperatura entre 300°C. y 450°C.

3º.- Un procedimiento según el punto 2º, en el cual la aleación contiene en esencia proporciones iguales de circonio y titanio.

120.-

4º.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores, en el cual la temperatura es de unos 380 a 420°C.

125.-

5º.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores, en el cual el lecho está constituido por fragmentos, virutas, granos o láminas de los citados metales o aleaciones.

6º.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores, aplicado a la purificación continua de un refrigerante de reactor nuclear.

130.-

7º.- Un reactor nuclear que emplea terfenilo y/o materiales orgánicos análogos en calidad de refrigerante y que tiene medios para hacer pasar una proporción del refrigerante a través de un lecho de circonio y/o titanio o de una aleación o aleaciones de los mismos entre sí o con otros metales.

135.-

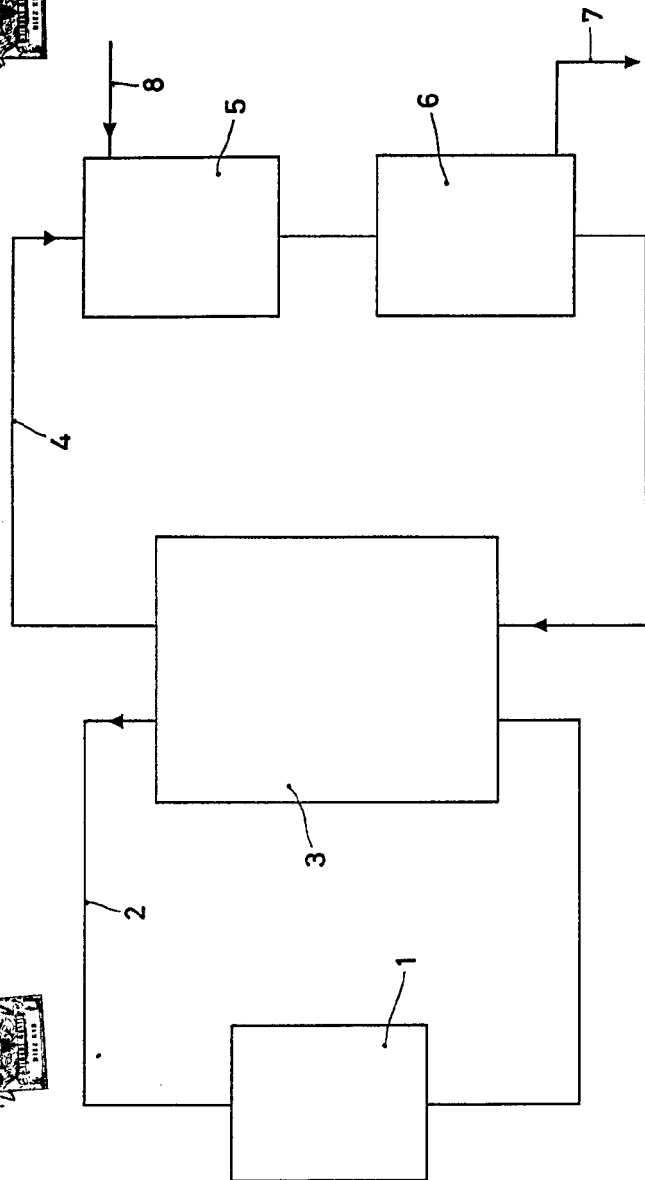
8º.- "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION RESPECTO A CLORO DE TERFENILO Y/O MATERIALES ORGANICOS ANALOGOS", todo tal y conforme se describe en la presente memoria, la cual consta de 138 líneas y a título de ejemplo se representa en los adjuntos dibujos.

Madrid, 28 MAYO 1966

327295



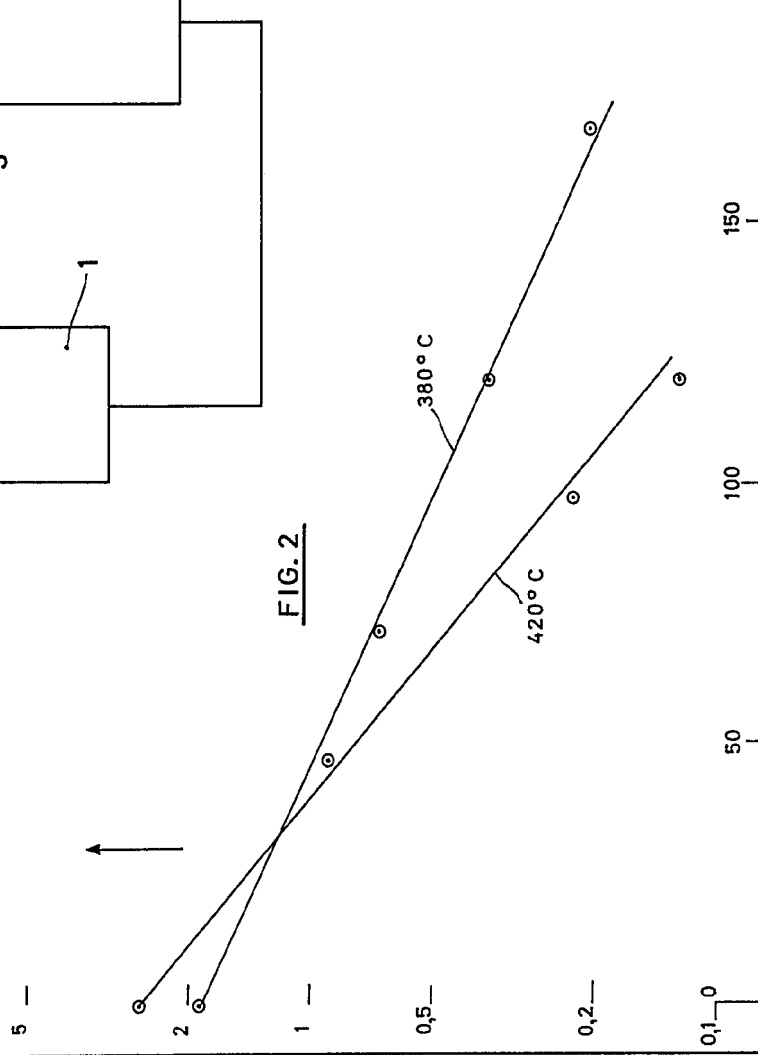
FIG. 1



327295



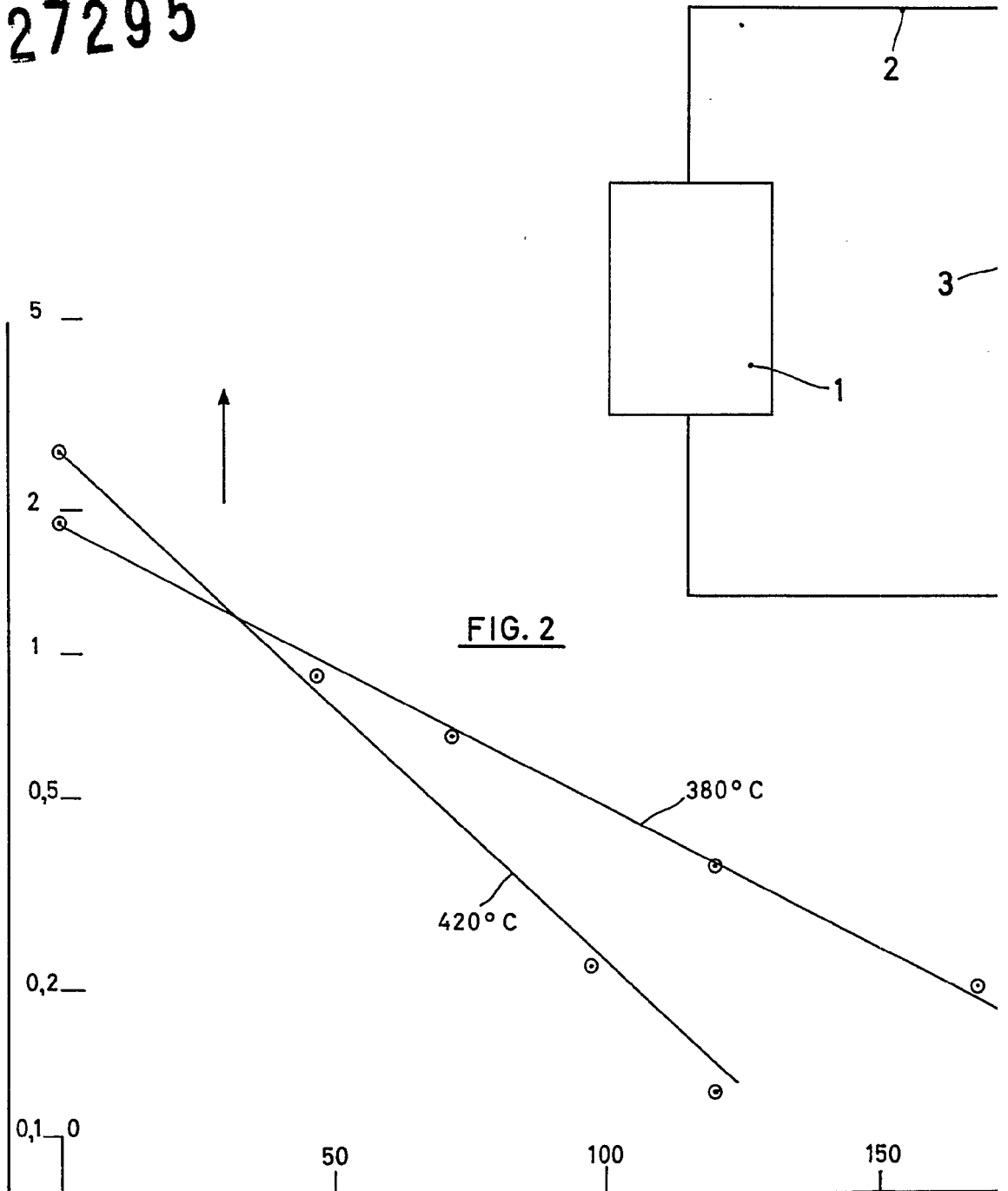
FIG. 2



MADRID, 28 MAY. 1966
P.A.
SOLICITUD DE PATENTE
P.A.

PROF. VICENTE MOLLINAS

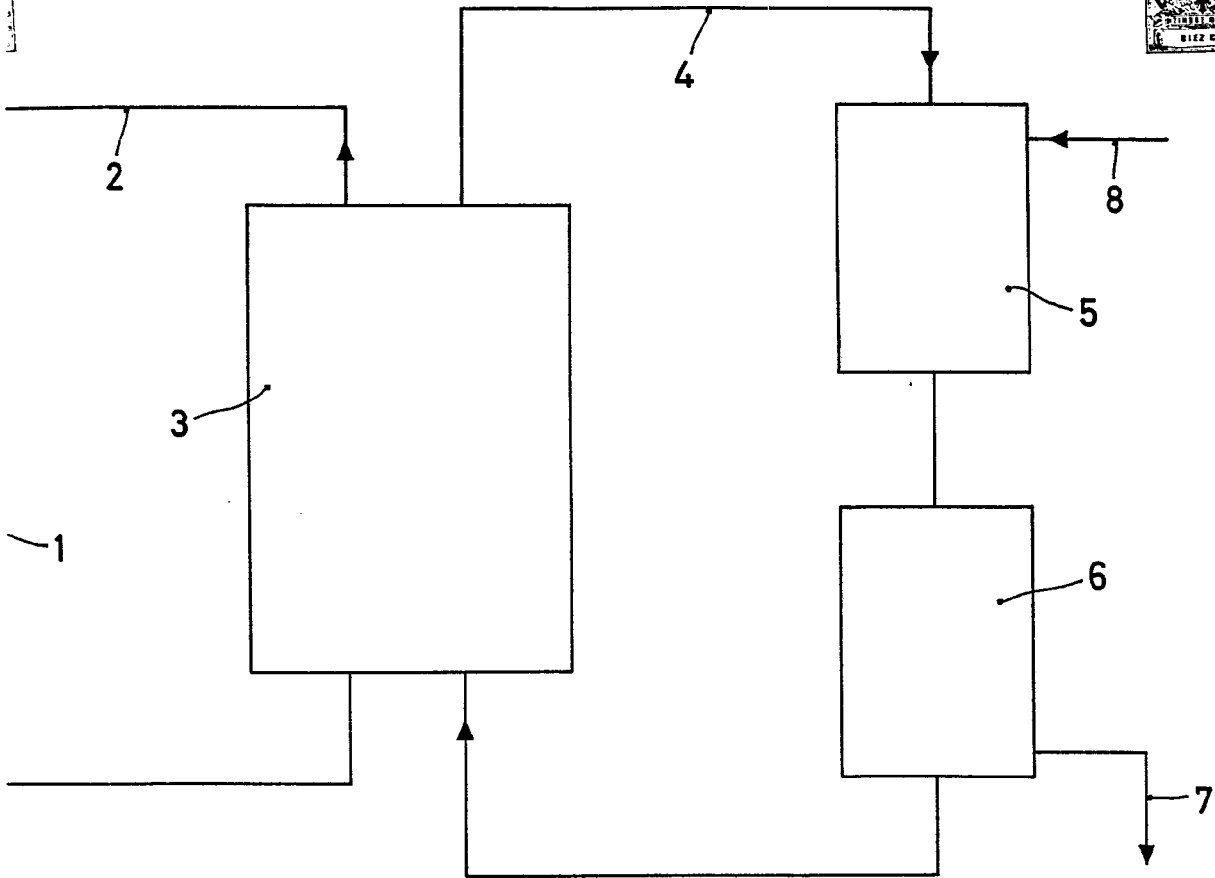
327295



ESCALA VARIABLE

327295

FIG.1



150

MADRID, 28 MAY. 1966

P.A.
JULIO DE PASLOS



Agencia de Patentes