

388438



388438

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>e10</u>
SUBCLASE <u>B</u>

MEMORIA DESCRIPTIVA  
de una Patente de Invención a nombre de:  
RÜTGERSWERKE AKTIENGESELLSCHAFT, de nacionalidad alemana, domiciliada en Mainzer Landstr. 195-217, 6000 Frankfurt am Main 1 (Alemania); por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COQUE ISÓTROPO MUY PURO".

-----

5 Para la producción de un grafito isótropo que ha de ser utilizado como moderador o reflector en reactores nucleares (véase por ejemplo la Memoria de Publicación Alemana 1.464.935) se parte convenientemente de coque isótropo. Este coque deberá ser además muy puro, es decir deberá contener la menor cantidad posible de elementos extraños.

10 Los hidrocarburos aromáticos policíclicos, que sólo contienen anillos de seis miembros, proporcionan en la coquificación a baja temperatura coques con propiedades pronunciadamente anisótropas. Dentro del marco de estudios acerca de la relación entre el principio estructural del material de partida empleado en

388438



la coquificación a baja temperatura y de las propiedades de los coques obtenidos (véase solicitud de patente P. 20 13 927.9) se encontró sorprendentemente que hidrocarburos aromáticos con 3 y más anillos, de los cuales uno es de cinco miembros, y heterociclos nitrogenados, oxigenados o sulfurados de igual tipo, en los cuales al menos un heteroátomo se encuentra en el anillo de cinco miembros, proporcionan en la coquificación a baja temperatura coques con propiedades inequívocamente isótropas.

Objeto del invento es un procedimiento para la preparación de coque isótropo muy puro, que está caracterizado porque se coquifican a baja temperatura hidrocarburos aromáticos con 3 y más anillos, de los cuales uno es de cinco miembros, y heterociclos nitrogenados, oxigenados o sulfurados de igual tipo, en los cuales al menos un heteroátomo se encuentra en el anillo de cinco miembros, solos o en mezcla, a 430 hasta 550°C y a 3 hasta 15 atmósferas manométricas, y se calcina de manera conocida el coque obtenido.

En calidad de hidrocarburos aromáticos se pueden utilizar de acuerdo con el invento, por ejemplo: acenaftileno, acenafteno, fluoreno, fluorantreno o mezclas de éstos, y en calidad de heterociclos: carbazol, óxido de difenileno, brasano, sulfuro de difenileno o mezclas de éstos. Las sustancias no necesitan estar presentes en estado de pureza química; es suficiente una pureza de 90 hasta 98%.

En otra forma de realización del invento, se utiliza en calidad de heterociclos la mezcla de heterociclos separada del material no reaccionante por fusión en medio alcalino a partir de fracciones de alquitrán de lignito de elevado punto de ebullición

388438



o a partir de pez de alquitrán de lignito, y aislada por separación del material no atacado y descomposición con agua de la masa fundida.

5 En otra forma de realización del invento, en calidad de mezcla de hidrocarburos aromáticos y heterocíclicos se utiliza la mezcla de hidrocarburos y heterociclos separada del material no reaccionante por fusión con sodio o con amida de sodio a partir de frecciones de alquitrán de lignito de elevado punto de ebullición o a partir de pez de alquitrán de lignito, y aislada  
10 por separación del material no atacado y descomposición de la masa fundida, por ejemplo con alcohol.

El procedimiento de acuerdo con el invento proporciona buenos rendimientos de coque isótropo, de 60 hasta 85% dependiendo del material empleado. Los coques así preparados muestran en la  
15 sección pulida en observación con microscopio una imagen enteramente isótropa, y después de grafitización conducen a un grafito isótropo, excelentemente apropiado para la técnica de reactores nucleares.

20 Los siguientes ejemplos deben explicar el invento con más detalle:

Ejemplo 1.- 100 partes de acenaftileno (grado de pureza 95%) son coquificadas a baja temperatura de manera conocida a 430°C y 11,5 atmósferas manométricas. El coque de baja temperatura obtenido es calcinado de manera conocida. Se obtienen 68  
25 partes de un coque isótropo.

Ejemplo 2.- 100 partes de acenafteno (grado de pureza 95%) son coquificadas a baja temperatura de manera conocida a 450°C y 15 atmósferas manométricas. El coque de baja temperatura

388438



obtenido es calcinado de manera conocida. Se obtienen 68 partes de un coque isótropo.

Ejemplo 3.- 100 partes de fluoreno (grado de pureza 93 hasta 95%) son coquificadas a baja temperatura de manera conocida a 430°C y 10 atmósferas manométricas. El coque de baja temperatura obtenido es calcinado de manera conocida. Se obtienen 75 partes de un coque isótropo.

Ejemplo 4.- 100 partes de fluorantreno (grado de pureza 95%) son coquificadas a baja temperatura de manera conocida a 500°C y 5,5 atmósferas manométricas. El coque de baja temperatura obtenido es calcinado de manera conocida. Se obtienen 92,5 partes de un coque isótropo.

Ejemplo 5.- 100 partes de carbazol (grado de pureza 95 hasta 98%) son coquificadas a baja temperatura de manera conocida a 500°C y 5 atmósferas manométricas. El coque de baja temperatura obtenido es calcinado de manera conocida. Se obtienen 70 partes de un coque isótropo.

Ejemplo 6.- 100 partes de óxido de difenileno (grado de pureza 95%) son coquificadas a baja temperatura de manera conocida a 440°C y 12 atmósferas manométricas. El coque de baja temperatura obtenido es calcinado de manera conocida. Se obtienen 63 partes de un coque isótropo.

Ejemplo 7.- 100 partes de brasano (óxido de 2,3-benzodifenileno, grado de pureza 97%) son coquificadas a baja temperatura de manera conocida a 550°C y 9 atmósferas manométricas. El coque de baja temperatura obtenido es calcinado de manera conocida. Se obtienen 92,3 partes de un coque isótropo.

Ejemplo 8.- 100 partes de sulfuro de difenileno (grado

388438



de pureza 95%) son coquificadas a baja temperatura de manera conocida a 435°C y 10 atmósferas manométricas. El coque de baja temperatura obtenido es calcinado de manera conocida. Se obtienen 62 partes de un coque isótropo.

5                    Ejemplo 9.- Pez blanda de alquitrán de lignito (alquitrán menos 15% de porciones de bajo punto de ebullición) es calentado en la proporción de 3:1 con una mezcla de NaOH y KOH (1:1) y es agitada a 290°C bajo reflujo durante 3/4 horas, es dejada reposar a 200°C durante 24 horas y se elimina la pez blanda situada en la parte superior.

10                    La masa fundida remanente es descompuesta con agua y el precipitado que se forma es bien lavado con agua, es filtrado y es secado. 100 partes del precipitado secado son coquificadas a baja temperatura de manera conocida a 430°C y 4 atmósferas manométricas. El coque de baja temperatura obtenido es calcinado de manera conocida. Se obtienen 72 partes de un coque isótropo.

15                    Ejemplo 10.- 1500 partes de pez blanda de alquitrán de lignito (igual que en el Ejemplo 9) son calentadas a 163°C con 3000 partes de mesitileno y son mantenidas bajo reflujo durante 10 minutos, luego son enfriadas a 80°C y los componentes insolubles en mesitileno son separados por filtración, cubriéndose con otras 200 partes de mesitileno. A esta mezcla de disolvente/pez blanda se añaden en el espacio de 2 horas 100 partes de sodio y se deja reaccionar posteriormente durante 2 horas a una temperatura de 150°C y luego se filtra.

25                    El residuo de filtración es descompuesto con esencia. Resultan 124 partes de una mezcla que contiene compuestos aromáticos de cinco anillos y heterociclos de cinco anillos, que es

388438



1974

separada por filtración, es lavada con esencia y con agua, y es secada.

100 partes de esta mezcla son coquificadas a baja temperatura de manera conocida a 450°C y 5 atmósferas manométricas.

5 El coque de baja temperatura obtenido es calcinado de manera conocida. Se obtienen 73 partes de un coque isótropo.

Ejemplo 11.- Aceite de antraceno a base de alquitrán de lignito (margen de ebullición 300 hasta 380°C) es calentado en la proporción 3:1 con una mezcla de NaOH y KOH (1:1) y es agitada  
10 durante 3/4 horas bajo reflujo a 290°C, es dejada reposar durante 18 horas a 150°C, y se elimina el aceite situado en la parte superior. Después de enfriar la masa fundida, su superficie es liberada con benceno del aceite todavía adherido.

La masa fundida es descompuesta con agua y el precipitado que se forma es bien lavado con agua, es separado por filtración, y es secado. 100 partes del precipitado secado son coquificadas a baja temperatura de manera conocida a 500°C y 5 atmósferas manométricas. El coque de baja temperatura obtenido es calcinado de manera conocida. Se obtienen 69 partes de un coque isótropo.  
15  
20



----- N O T A -----

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

- 5 1. Procedimiento para la preparación de coque isótropo muy puro, caracterizado porque se coquifican a baja temperatura hidrocarburos aromáticos con 3 y más anillos, de los cuales uno es de cinco miembros, y heterocíclicos nitrogenados, oxigenados o sulfurados de igual tipo, de los cuales al menos un heteroátomo se encuentra en el anillo de cinco miembros, solos o en mezcla, a 430 hasta 550°C y a 3 hasta 15 atmósferas manométricas, y se calcina de manera conocida el coque obtenido.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en calidad de hidrocarburos aromáticos se utilizan acenaftileno o acenafteno, o fluoreno, o fluorantreno, o sus mezclas.
- 5 3. Procedimiento según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en calidad de heterociclos se utilizan carbazol, u óxido de difenilo, o brasano, o sulfuro de difenilo, o sus mezclas.
- 20 4. Procedimiento según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en calidad de heterociclos se utiliza la mezcla de heterociclos separada del material no reaccionante por fusión en medio alcalino a partir de fracciones de alquitrán de lignito de elevado punto de ebullición o a partir de pez de alquitrán de lignito, aislada por separación del material no atacado y descomposición con agua de la masa fundida.
- 25 5. Procedimiento según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en calidad de mezcla de hidrocarburos aromáticos y heterociclos se

*Ref.*

388438



1971

utiliza la mezcla de hidrocarburos y heterociclos separada del material no reaccionante por fusión con sodio o amida de sodio a partir de fracciones de alquitrán de lignito de elevado punto de ebullición o a partir de pez de alquitrán de lignito, aislada por  
5 separación del material no atacado y descomposición de la masa fundida, por ejemplo con alcohol.

6. PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COQUE ISOTROPO MUY PURO.

Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva, que consta de ocho hojas escritas a máquina por  
10 una sola cara.

Madrid, 19 FEB. 1971

CARLOS FERNANDEZ CANDELAS  
P.P.

*[Handwritten mark]*