



P.- 32.429

B. 2039-3

328255

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

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

formulada el 22 de junio de 1.966 con el núm. 328.255

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, entidad francesa, establecida en 29, rue de la Fédération, Paris, Francia, por: " PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE POLUCITA FRITADA "

El presente invento tiene por objeto un procedimiento de preparación de polucita fritada utilizable especialmente para la realización de fuentes radioactivas.

La polucita es un silicoaluminato de cesio que cristaliza en el sistema cúbico, y de composición $Cs_2O, Al_2O_3, 4 SiO_2, H_2O$.

Es sabido obtenerla sintéticamente:

- ya sea por vía hidrotérmica, es decir, por caldeo en autoclave entre 160° y 400°C de una mezcla de una solución coloidal de sílice, de hidróxido de aluminio obtenido por hi-



drólisis de la amalgama de aluminio y de hidróxido de cesio formada por la acción del sulfato de cesio sobre el hidróxido de bario.

5 - ya sea por vía seca, es decir, por transformación del alfa espodumeno en beta espodumeno por caldeo a 1.100°C.



10

y caldeo a 95°C aproximadamente de una mezcla de beta espodumeno molido (granulometría del orden de 150 mesh) con sulfato de cesio y, finalmente, lavado con agua para eliminar las sales solubles.

15

Estos procedimientos conducen, sin embargo, a la formación de una polucita cristalizada y difícilmente fritable; son, además, de una puesta en práctica relativamente larga y compleja.

20

El presente invento tiene por objeto un procedimiento de preparación sencilla y económica de un polvo amorfo que se deja poner fácilmente en forma y fritar en estado de polucita cristalizada.

25

El procedimiento conforme al invento se caracteriza esencialmente por que comprende las etapas sucesivas de realización de una mezcla de solución coloidal de sílice y de soluciones de sales de cesio y de aluminio en cantidades estequiométricas, de evaporización a sequedad y bajo agitación de dicha mezcla, de caldeo a una temperatura inferior a 1000°C, de compresión y de fritado a una temperatura del orden de 1600°C.

30

Para realizar la mezcla de partida, se utilizan ven-

328255

20 JUL 1964



5 tajosamente los nitratos de cesio y de aluminio, dado su punto de descomposición relativamente bajo. Estas sales se añaden en cantidades estequiométricas a una solución coloidal de sílice, y luego el conjunto se evapora a sequedad bajo agitación a una temperatura del orden de 100°C.

Se recomienda ejecutar la evaporación bajo agitación con el fin de conservar constante la homogeneidad de la mezcla.

10 Los nitratos comienzan a descomponerse a partir de los 250°C. El programa de caldeo de esta etapa debe ser bastante lento, del orden de 100 a 150°C/h.

15 El polvo amorfo obtenido después del tratamiento térmico es eventualmente molido de nuevo y luego puesto en forma de pastillas por simple compresión bajo presiones relativamente elevadas, por ejemplo del orden de 2500 bares. El empleo de presiones elevadas permite reducir el encogimiento ulterior durante el fritado. Después de la compresión, la polucita es fritada, de preferencia bajo vacío, a una temperatura del orden de 1600°C.

20 Se obtiene finalmente un producto de una densidad del orden de 3,30.

25 Según una variante de realización del invento, el producto obtenido después de la evaporación a sequedad se somete a una calcinación prolongada a una temperatura inferior a 600°C y se muele a una granulometría bien definida. El polvo obtenido es activado por el vapor de agua; es puesto en forma por prensado y fritado según un tratamiento térmico que comprende dos niveles situados, respectivamente, hacia 970 y 1.200°C.

30 La calcinación del polvo debe ser efectuada a una



temperatura comprendida, de preferencia, entre 520 y 540°C hasta descomposición completa del nitrato de cesio. La duración de la calcinación depende de la granulometría del polvo y del espesor de la capa obtenida después de la evaporación a sequedad. Es de 40 horas para un polvo de granulometría media de 0,5 mm. y para una capa de espesor de 6 mm. Es de 90 horas para un polvo de una granulometría media de 1 mm y para una capa de un espesor de 10 mm.

El producto amorfo obtenido después del tratamiento térmico se muele hasta la granulometría media de 10 μ . La molienda se efectúa, de preferencia, bajo éter, lo que facilita la obtención de una buena granulometría y evita la formación de nubes de polvo.

Según una disposición importante de esta variante de realización del procedimiento, el polvo, después de evaporación del éter, es activado, es decir, hecho esencialmente apto para sufrir las operaciones de puesta en forma y de fritado. Esta activación consiste en colocar el polvo previamente calentado a una temperatura próxima a 200°C en una atmósfera saturada de vapor de agua a 100°C durante un cuarto de hora a media hora. Esta operación confiere al polvo una plasticidad notable y una aptitud para el fritado notablemente incrementada.

El polvo amorfo obtenido después de la activación es puesto en forma de pastillas por simple compresión bajo una presión del orden de dos toneladas por cm².

Después de la compresión, las pastillas son fritadas según un programa de caldeo que comprende dos niveles, uno a una temperatura de aproximadamente 970°C y el otro a una temperatura de aproximadamente 1200°C. Las duraciones

328255

20 JUN



de caldeo a estas temperaturas dependen de la geometría de los comprimidos. Son, respectivamente, de dos horas para un comprimido de un diámetro de 6 mm y de una altura de 4mm. Son respectivamente de cinco horas y de siete horas para un comprimido de un diámetro de 300 mm y de una altura de 15 mm. La norma de la velocidad de caldeo es próxima a 150°C por hora.

El procedimiento conforme al invento permite preparar un producto cristalizado y fritado análogo a la polucita, de densidad elevada, sin pérdidas apreciables de cesio.

El producto cristalizado preparado por fritado según el procedimiento descrito más arriba es utilizable especialmente para la fabricación de fuentes radioactivas cerámicas de cesio 137.

Una fuente radioactiva a base de polucita fritada presenta numerosas ventajas sobre las fuentes anteriormente utilizadas. La polucita fritada totalmente insoluble une una gran resistencia mecánica a una gran resistencia al calor.

La fuente radioactiva cerámica así preparada se utiliza ventajosamente como fuente de calor en un generador de energía eléctrica que utiliza un sistema de conversión directa del calor en electricidad. Este generador de tal tipo podrá ser utilizado ventajosamente gracias a estas dimensiones reducidas en un vehículo espacial.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Francia, con fecha 23 de junio de 1965, bajo los N^{os} P.V. 21959 y P.V. 21960, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

328255



N O T A

20 JUN

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:

5

1.- Procedimiento de preparación de polucita fritada, caracterizado por que comprende etapas sucesivas de realización de una mezcla de solución coloidal de sílice y de soluciones de sales de cesio y de aluminio en cantidades estequiométricas, de evaporación a sequedad y bajo agitación de dicha mezcla, de caldeo a una temperatura inferior a 1.000°C, de compresión y de fritado a una temperatura del orden de 1600°C.

10

15

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el producto obtenido después de la etapa de evaporación a sequedad es sometido a una calcinación a una temperatura inferior a 600°C, por que es molido a una granulometría bien definida, por que el polvo obtenido es activado por el vapor de agua y por que dicho polvo es puesto en forma prensado y fritado según un tratamiento térmico que comprende dos niveles situados, respectivamente, hacia 970° y 1200°C.

20

25

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por que las sales de cesio y de aluminio utilizadas están constituidas por los nitratos de cesio y de aluminio.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por que la compresión se efectúa bajo una presión del orden de 2.500 bares.

328255²⁰JUL



5.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por que la calcinación se efectúa a una temperatura comprendida entre 520 y 540°C.

5 6.- Procedimiento según la reivindicación 2, - caracterizado por que el producto es molido a una granulometría media de 10 μ .

10 7.- Procedimiento según la reivindicación 2, ca- racterizado por que el polvo se coloca para la activación en una atmósfera de vapor de agua a una temperatura próxi- ma a 100°C y durante un periodo de 15 a 30 minutos.

8.- Fuente radioactiva de cesio 137 caracteriza- da por que está constituida por polucita fritada obtenida por el procedimiento conforme a las reivindicaciones 1 y 2.

15 9.- Procedimiento de preparación de polucita fri- tada.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante- cede y con los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de siete hojas escri- tas a máquina por una sola cara.

20

Madrid,

20 JUL 1966

P.A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder