



54 300-1074

410598

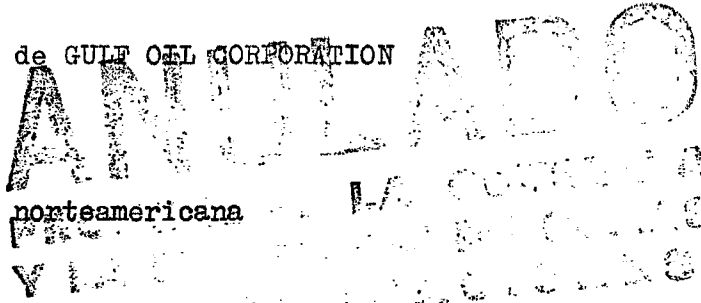
P.- 53.085
File No 31.198-F

MEMORIA DESCRIPTIVA

Clase:	B01J; G21C

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de GULF OIL CORPORATION



entidad norteamericana

con domicilio en 439 Seventh Avenue, Pittsburgh, Pensilvania, Estados Unidos de América.

por: " UN PROCEDIMIENTO DEL TIPO SOL-GEL MEJORADO PARA LA FABRICACION DE MICROESFERAS SOLIDAS DE MATERIALES DE COMBUSTIBLE NUCLEAR FERTILES O FISIONABLES" (Clase Internacional B01j, G21c)



28 AOO. 1974

La presente invención tiene por objeto un método para dispersar un material de alimentación líquido en gotitas líquidas. Más particularmente, la presente invención tiene por objeto un tal método para generar un
5 gran número de gotitas esféricas pequeñas y uniformes que son particularmente apropiadas en la preparación de microesferas sólidas uniformes.

La provisión de partículas microesféricas es importante en diversas aplicaciones técnicas e industriales
10 tales como en la preparación de combustible nuclear para reactores de alta temperatura refrigerados con gas y en la preparación de materiales catalíticos divididos en partículas utilizados en el refinado de petróleos y en otros procedimientos químicos. Es deseable, y a veces esencial, que
15 se provean tales microesferas que tengan un tamaño uniforme preseleccionado, y que sean de forma regular y uniforme.

Las partículas microesféricas se fabrican convencionalmente dispersando un material de alimentación líquido
20 adecuado, que contiene un material disuelto o suspendido, en pequeñas gotitas y solidificándolo subsiguientemente las gotitas de una manera adecuada, tal como por gelificación química de las gotitas y/o evaporación o separación por cualquier otro procedimiento del disolvente o vehículo
25 líquido de las gotitas.



Por ejemplo, microsferas de óxido tales como partículas de combustible nuclear formado por partículas se han producido corrientemente por los denominados procedimientos "sol-gel", en los cuales se prepara un material fértil y/o fisiónable en forma de un material de alimentación líquido constituido por un sol acuoso que se dispersa en pequeñas gotitas que se deshidratan posteriormente o se tratan de cualquier otro modo en condiciones controladas para producir partículas de gel de forma estabilizada. Las partículas estables en forma se sinterizan después hasta alcanzar una densidad alta, y pueden revestirse subsiguientemente con un material refractario tal como carbono pirolítico. El tratamiento de estas gotitas hasta convertirlas en partículas finales esféricas de óxido se lleva a cabo con gran eficiencia si las gotitas tienen un tamaño uniforme y son de forma regular. La formación de gotitas directamente mediante boquillas de alimentación se realiza convencionalmente por la vibración directa de las boquillas de alimentación, así como por pulsación en gotitas en masa del material de alimentación por medios mecánicos.

La velocidad global de producción de partículas microséricas de óxido está limitada en general por la velocidad con que puede dispersarse en gotitas el material de alimentación líquido. La producción económica de microsferas tales como partículas de combustible constituido por



Óxido requiere en general altas velocidades de conversión del líquido en gotitas de tamaño adecuado.

La calidad y uniformidad de dispersión del material de alimentación líquido en gotitas es también por
5 regla general el factor limitante con respecto a la calidad y uniformidad de las partículas de óxido acabadas. De acuerdo con ello, es deseable en la fabricación de microsferas sólidas uniformes que la dispersión del material de alimentación líquido se lleve a cabo a una velocidad rela-
10 tivamente alta sin sacrificar la uniformidad o la calidad del tamaño de las gotitas. No obstante, la obtención de altas velocidades de producción a partir de los dispositivos de generación de gotitas ha estado asociada en general con un extenso intervalo de tamaños, formas o calidades
15 de las gotitas. Por ejemplo, los generadores de gotitas tales como las boquillas de pulverización y los discos y vasos giratorios logran la dispersión del material de alimentación con una elevada capacidad de producción, pero dan lugar a una distribución de tamaños de las gotitas in-
20 deseablemente amplia.

Por el contrario, pueden generarse gotitas generalmente uniformes por medio de dispositivos de generación de gotitas monodispersivos de capacidad relativamente baja, los cuales forman y dejan en libertad gotitas individuales en un orificio adecuado tal como un capilar, bien
25




28 AUG 1974

sea bajo la fuerza de la gravedad o con ayuda del flujo coaxial ajustado cuidadosamente de un segundo fluido. La velocidad de producción de tales dispositivos varía desde menos de cien gotitas por minuto para la formación de gotitas inducidas por gravedad, hasta aproximadamente 2.000 gotitas por minuto para una boquilla de dos fluidos bien ajustada. Velocidades mayores de generación de gotitas, del orden de aproximadamente 20.000 gotitas por minuto con una uniformidad de tamaños relativamente satisfactoria se pueden alcanzar con dispositivos capilares de vibración en los que se imparte un movimiento de vaivén con una frecuencia de generación de gotitas preseleccionada al capilar concomitante con la dispersión del material de alimentación líquido. Es también conocida la introducción de una corriente o chorro de solución de material de alimentación en una zona en reposo de disolvente de extracción, en conjunción con un vibrador en el sistema de suministro de la alimentación.

No obstante, los dispositivos de generación de gotitas monodispersivos conocidos no han sido completamente satisfactorios para la producción de microsferas por diversas razones tales como velocidades de producción relativamente bajas o falta de uniformidad de las gotitas.

De acuerdo con ello, es un objeto de la presente invención proporcionar un método monodispersivo mejora-

28  1974

do para la generación de gotitas. Es un objeto adicional proporcionar un método de generación de gotitas capaces de alcanzar altas velocidades de producción de gotitas de tamaño uniforme. También se describe en esta memoria un aparato monodispersivo de generación de gotitas que es confiable y flexible en su funcionamiento dentro de un amplio intervalo de parámetros tales como la selección del tamaño de las gotitas y la velocidad de producción. Otro objeto adicional es proporcionar un método mejorado para generar continuamente un gran número de gotitas pequeñas uniformes en la producción de microsferas de óxido a partir de un sol apropiado, procedimiento que es económico y fácil de controlar.

Estos y otros objetos de la invención indican más particularmente en la descripción detallada que sigue y en los dibujos que se adjuntan, en los cuales:

la figura 1 es una vista desde arriba, parcialmente en corte, de un dispositivo de generación de gotitas de acuerdo con una realización de la presente invención;

la figura 2 es una vista lateral en corte transversal del dispositivo de generación de gotitas de la figura 1, tomada por la línea 2-2;

la figura 3 es una vista en corte transversal del dispositivo de generación de gotitas de la figura 2, tomada por la línea 3-3, y



la figura 4 es una vista en corte transversal del dispositivo de generación de gotitas de la figura 2, tomada por la línea 4-4.

En general, la presente invención tiene por finalidad proporcionar un aparato monodispersivo de generación de gotitas para dispersar un material de alimentación líquido en gotitas esféricas uniformes. El generador de gotitas comprende en general medios para proporcionar un chorro del material de alimentación líquido, y medios para generar inestabilidades varicosas uniformemente periódicas en la corriente en chorro, los cuales consisten en dilataciones y contracciones alternadas en el chorro que son por lo general radialmente simétricas con respecto al eje del chorro. El generador de gotitas incluye también medios para proporcionar un flujo paralelo y coaxial de fluido que rodea la corriente en chorro a fin de exaltar estas inestabilidades con objeto de provocar la disgregación uniforme del chorro en gotitas esféricas uniformes. La proporción de la longitud de onda de las inestabilidades varicosas al diámetro medio del chorro debería estar, óptimamente, comprendida dentro de un intervalo particular de valores para un funcionamiento de efectividad óptima.

En los dibujos se ilustra un dispositivo monodispersivo de generación de gotitas de acuerdo con



una realización de la presente invención. El generador de
gotitas 10, ilustrado en corte transversal en la figura
2, incluye medios 12 para proporcionar una corriente en
chorro del material de alimentación líquido que se desea
5 dispersar en gotitas, y medios 14 para generar inestabili-
dades varicosas uniformemente periódicas en la corriente
en chorro. El generador de gotitas 10 incluye también me-
dios 16 para proporcionar un flujo coaxial paralelo de flui-
do 24 alrededor de la corriente en chorro para exaltar
10 inestabilidades varicosas 22 en la corriente en chorro 20
con objeto de provocar la dispersión uniforme de la corrien-
te en chorro en gotitas esféricas uniformes 26 del mate-
rial de alimentación líquido.

En la realización ilustrada, los medios 12 para
15 proporcionar la corriente en chorro 20 comprenden un tubo
28 a través del cual el material de alimentación líquido
se puede formar para proporcionar la corriente en chorro.
El tubo 28 en el dispositivo 10 puede ser un cilindro ca-
pilar recto que tenga diámetros interior y exterior uni-
20 formes y constantes en toda su longitud. Preferiblemente,
sin embargo, se puede obtener una reducción de presión pa-
ra forzar la corriente en chorro a través del tubo 28 y
un aumento acusado en la velocidad de producción de goti-
tas empleando un tubo que tenga un diámetro interior con-
25 siderablemente mayor que el diámetro del orificio capilar



deseado junto con piezas suplementarias intercambiables localizadas en el extremo distal 30 para proporcionar una multiplicidad de diámetros de orificio selectivos y fácilmente cambiables. El extremo distal 30 del tubo capilar proporciona, de acuerdo con ello, un orificio adecuado por el cual puede salir el material de alimentación líquido en forma de una corriente en chorro 20 bien definida cuando se ve forzado a pasar a través del tubo capilar 28. El extremo próximo 32 del tubo capilar 28 está en comunicación fluida con una cámara 34 que sirve como depósito del material de alimentación líquido. La cámara del material de alimentación 34 tiene generalmente una forma cilíndrica definida por un espacio cilíndrico 35 que, en la realización ilustrada, está construido de un material adecuado inerte frente al material de alimentación, tal como acero inoxidable. El espacio cilíndrico 35 está conectado, por un extremo 36, de una manera hermética a los fluidos, con el tubo capilar 28 por medio de una junta elástica 38 que tiene la forma de un tronco de cono. Como se ilustra también en las figuras 2 y 3, el tubo capilar 28 atraviesa la junta 38 a lo largo de su eje longitudinal, y la junta y el tubo capilar están centrados en el extremo 36 del espacio cilíndrico 35 de tal modo que el tubo capilar está situado también a lo largo del eje longitudinal de la cámara cilíndrica 34 del material de alimentación líquido. La jun-



ta elástica 38 se mantiene en compresión contra el extremo 36 del espacio cilíndrico 35 para proporcionar así un cierre hermético a los fluidos no sólo entre la junta y dicho espacio cilíndrico 35, sino también entre la junta
5 y el tubo capilar 28.

La cámara 34 del material de alimentación líquido recibe el material de alimentación líquido por el tubo de abastecimiento 40, a través del costado del espacio cilíndrico 35. El tubo de abastecimiento 40 establece también una comunicación hermética a los fluidos con la cámara 34 que sirve como depósito, y está en comunicación fluida con una fuente (no representada) de un material de alimentación líquido adecuado. El material de alimentación líquido se puede cargar a una velocidad preseleccionada uniforme por el tubo de abastecimiento 40 a la cámara 34, y se verá forzada entonces a través del capilar 28 para proporcionar una corriente en chorro 20 a medida que salga por el orificio del extremo distal 30 del capilar.
10
15
20

Además de servir como parte del sistema de abastecimiento fluido para el tubo capilar 28 desde el cual sale del sistema la corriente en chorro 20, la cámara 34 que sirve de depósito actúa también para generar inestabilidades varicosas periódicas en la corriente en chorro.
25



En este sentido, la cámara de depósito 34 está cerrada her-
méticamente por medio de una membrana elástica 44 en su ex-
tremo 42, el cual está frente al extremo 36 del espacio 35
adyacente al extremo próximo 32 del tubo capilar. La mem-
brana 44 está construida de un material flexible adecuado
tal como polietileno, que es impermeable al material de ali-
mentación líquido. En la realización ilustrada, la membra-
na elástica se encuentra en forma de un disco circular del-
gado que tiene un diámetro mayor que el diámetro de la cá-
mara cilíndrica 34 que sirve de depósito. La membrana elás-
tica plana está montada de tal manera que se apoya en el
extremo plano 46 del espacio cilíndrico 35 y se mantiene
en relación de compresión contra la cara plana 46 del es-
pacio cilíndrico por mediación del anillo de retención 48.
El anillo de retención, a su vez, se apoya en el cuerpo
exterior 50 del generador de gotitas 10 a lo largo de una
dirección longitudinal del eje del tubo capilar 28 y la
cámara cilíndrica 34 que sirve de depósito.

Como se muestra en la figura 2, la superficie
interior 52 de la membrana 44 forma una superficie de la
cámara 34 que sirve como depósito del material de alimen-
tación líquido, mientras que la superficie exterior 54 de
la membrana está expuesta a una cavidad cilíndrica que es
formada por el anillo de retención 48 y el cuerpo exte



rior 50 del generador 10 y que es coaxial con el compartimiento 34 que sirve de depósito. Debido a que la membrana 44 es relativamente flexible, es capaz de transmitir impulsos de presión desde su superficie exterior 54
5 al material de alimentación líquido contenido en el compartimiento que sirve de depósito, y se verá que cualesquiera impulsos de presión así transmitidos se comunicarán a la corriente en chorro del material de alimentación líquido a medida que éste salga por el orificio del tubo
10 capilar 28 en su extremo distal 30. Tales impulsos de presión, a su vez, generarán inestabilidades varicosas en la corriente en chorro 20.

La amplitud de los impulsos de presión es de tal magnitud que origina inestabilidades periódicas uniformes en la corriente en chorro, las cuales son por sí mismas insuficientes para crear gotitas individuales de tamaño uniforme.

Debe entenderse que las inestabilidades pueden impartirse a la corriente en chorro del material de alimentación por aplicación controlada adecuadamente de los
20 impulsos de presión al material de alimentación líquido en el interior de la cámara 34 que sirve de depósito por una diversidad de medios que se describirán más adelante. Sin embargo, en la realización ilustrada, los impulsos de
25 presión se producen por choque periódico de una corriente

15 FEB 1973



de gas, tal como un chorro de aire, sobre la superficie exterior 54 de la membrana 44. Se induce una periodicidad uniforme en la corriente gaseosa incidente por medio de un obturador intercalado entre la membrana y la fuente de la corriente de gas. La periodicidad uniforme de la corriente de gas incidente, y la consiguiente periodicidad uniforme de los impulsos de presión transmitidos al fluido que sale del orificio capilar, darán como resultado la periodicidad uniforme de las inestabilidades varicosas generadas en la corriente en chorro 20. En la realización ilustrada, se suministra un chorro continuo 56 de aire u otro gas por una boquilla 58. La boquilla 58 está en comunicación con una fuente de gas a presión (no representada), la cual puede regularse de una manera adecuada para proporcionar un caudal deseado y uniforme a través de la boquilla. La boquilla está dispuesta coaxialmente con respecto a los ejes del tubo capilar 28 y la cámara 34 que sirve de depósito, y el chorro de gas 56 está dirigido, de acuerdo con ello, para proporcionar un choque ortogonal contra la membrana flexible 44. Con el fin de convertir el chorro de gas uniforme 56 procedente de la boquilla en una fuente rápida y regularmente periódica de impulsos de presión, está intercalado entre la boquilla 58 y la membrana 44 un dispositivo 60 de obturación rotativo. Como se representa de la mejor manera en la figura



ra 1, el obturador rotativo 60 comprende un disco circu-
lar plano 62 que está montado de manera que pueda girar
con un eje de rotación generalmente paralelo a, pero des-
plazado lateralmente de, los ejes de la boquilla 58, de
5 la cámara 34 que sirve de depósito, y del tubo capilar
28. El disco 62 tiene una pluralidad de muescas 64, rec-
tangulares por lo general, dispuestas a intervalos regu-
lares alrededor de su circunferencia, y como se muestra
en las figuras 1 y 2, el desplazamiento lateral del eje
10 de rotación del disco 62 provisto de muescas en una dis-
tancia algo inferior al radio del disco, produce la obs-
trucción regularmente periódica del flujo de gas desde la
boquilla 58 a la membrana 44 como consecuencia de la ro-
tación del disco provisto de muescas a una velocidad an-
15 gular uniforme. En relación con esto, el disco 62 está
conectado a un motor adecuado 66 mediante un eje de mon-
taje 68 con objeto de proporcionar la rotación del disco
a una velocidad uniforme deseada. La velocidad del motor
66 puede seleccionarse o regularse de cualquier manera
20 adecuada. Por elección apropiada del número de muescas
64 y de la velocidad de rotación del disco, se puede pro-
porcionar un intervalo muy amplio de frecuencias de impul-
sos. Además de ello, la energía total suministrada a la
membrana durante cada impulso puede modificarse variando
25 la presión de suministro del chorro de gas 56 a través de



la boquilla 58 y/o la anchura de las muescas 64 en el disco 62. Esta capacidad de regulación de la frecuencia y la intensidad de los impulsos del chorro de gas hace posible el ajuste de la frecuencia y la amplitud de las inestabilidades varicosas generadas en la corriente líquida en chorro 20 para la operación del generador de gotitas. La boquilla 58 y el disco 62 provisto de muescas están alojados en el interior de un espacio 70 con objeto de reprimir el ruido generado por el funcionamiento del sistema de obturador rotativo del chorro de gas.

El generador de gotitas incluye también medios 16 para proporcionar un flujo coaxial paralelo de gas alrededor de la corriente en chorro 20 con el fin de exaltar las inestabilidades varicosas generadas en la corriente en chorro a fin de provocar la dispersión uniforme de la corriente en chorro líquida 20 en gotitas esféricas uniformes. En relación con esto, el tubo capilar 28 se prolonga desde la cámara 34 que sirve de depósito del material de alimentación líquido a través de un conducto cilíndrico 72 que está formado por el director de flujo de gas coaxial 74 y la tuerca de presión 76. El conducto cilíndrico 72 es coaxial con el tubo capilar 28 y está en comunicación con una pluralidad de conductos de alimentación 78 que penetran a través del director de flujo coaxial para el suministro de gas destinado al flujo de aire coaxial.



Como se muestra en las figuras 2 y 4, el director de flujo coaxial 74 es generalmente de forma cilíndrica y está alojado en un rebaje cilíndrico 80 del cuerpo del generador de gotitas 50. Una tubería de abastecimiento de gas 82 se prolonga a través del cuerpo 50 en comunicación con un distribuidor 84, rebajado alrededor de la circunferencia del director de flujo coaxial 74, el cual sirve para distribuir gas a los conductos 78 de alimentación de gas. Cierres 86 formados por anillos "O" cierran herméticamente el sistema de abastecimiento de gas del director de flujo coaxial.

El conducto cilíndrico 72 debería tener una longitud suficiente para proporcionar un flujo radialmente uniforme de gas generalmente en una dirección paralela a la dirección de flujo de la corriente en chorro líquida 20. La provisión de una pluralidad de conductos 78 de alimentación de gas en el conducto cilíndrico 72 del director de flujo coaxial 74 favorece también el establecimiento de un flujo uniforme de gas alrededor de la corriente en chorro 20. El extremo interior 88 del conducto cilíndrico 72 está cerrado herméticamente, proporcionando el director de flujo coaxial 74 soporte para el tubo capilar 28 en este punto. El extremo exterior 92 del conducto cilíndrico está, por supuesto, abierto, y termina en la cara exterior 90 de la tuerca de presión 76. El tubo capilar 28 se extien



de ligeramente más allá del extremo exterior 92 del conducto cilíndrico 72 de tal modo que el flujo coaxial de gas procedente del conducto estará dispuesto libremente alrededor de la corriente líquida en chorro 20 a medida que sale del orificio capilar. La tuerca de presión 76 en la realización ilustrada, no sólo sirve para definir la porción terminal del conducto cilíndrico, sino que actúa también para completar el conjunto de los diversos componentes del generador de gotitas. La tuerca de presión 76 mantiene el director de flujo coaxial en compresión contra la junta 38, la cual, a su vez, está comprimida y hace un cierre hermético contra el espacio cilíndrico 35. El espacio cilíndrico 35 está aislado herméticamente, de modo análogo, por medio de la membrana 44 y el anillo de retención 48, el cual está apoyado en un reborde del cuerpo exterior 50 del generador 10.

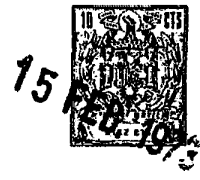
En la operación del generador de gotitas 10, un material de alimentación líquido es suministrado por un mecanismo adecuado a un caudal preajustado uniforme mediante el tubo de abastecimiento 40 de material de alimentación líquido, material que pasa al interior del depósito 34 del material de alimentación líquido. En general, este caudal se ajustará de tal modo que, en ausencia de generación de inestabilidad varicosa y de flujo de gas coaxial, se suministre una corriente en chorro 20 laminar



relativamente suave desde el tubo capilar que se prolonga una distancia fácilmente observable y apropiada más allá de su orificio, tal como entre aproximadamente 1 y aproximadamente 4 centímetros para tubos capilares que
5 tengan un diámetro interior comprendido dentro del margen que va desde aproximadamente 400 μ hasta aproximadamente 1200 μ .

Se pueden generar inestabilidades varicosas regulares en la corriente en chorro 20 líquida mediante el empleo de medios 14. En relación con esto, es deseable
10 que las inestabilidades varicosas en la corriente en chorro tengan una frecuencia tal que la proporción de la longitud de onda de la inestabilidad al diámetro de la corriente en chorro no perturbada sea mayor que aproximadamente π y preferiblemente debería estar comprendida entre aproximadamente 4 y aproximadamente 8. Es particularmente deseable una proporción de aproximadamente 4,5. Por
15 longitud de onda de la inestabilidad se entiende la distancia a lo largo de la corriente en chorro líquida entre máximos o mínimos radiales sucesivos de la inestabilidad
20 regularmente periódica generada en la corriente en chorro. Para fines prácticos, el diámetro no perturbado de la corriente en chorro se puede referir al diámetro del orificio del tubo capilar.

25 Se puede establecer de cualquier manera adecuada



da una proporción deseada de longitud de onda de inestabilidad a diámetro de la corriente en chorro no perturbada. Cuando se ha ajustado el flujo al interior de la cámara de líquido 34 para proporcionar una corriente en chorro laminar uniforme, este caudal se puede medir y la velocidad de la corriente en chorro se puede calcular a partir de este valor y del diámetro del orificio capilar. La velocidad de rotación del disco 62 provisto de muescas puede ajustarse después para proporcionar la frecuencia adecuada de la incidencia de los impulsos de presión desde la boquilla de gas 58 sobre la membrana 44 que dé como resultado la generación de inestabilidades varicosas regularmente periódicas de la longitud de onda deseada en la corriente en chorro. La generación de inestabilidades varicosas en la corriente en chorro líquida mediante la provisión de impulsos de presión periódicos no es suficiente para inducir la formación de gotitas de la uniformidad deseada o con la velocidad deseada. Un flujo coaxial 24 de un gas tal como aire que sea relativamente inerte a las propiedades del líquido correspondiente al material de alimentación es proporcionado por medios 16 con el fin de exaltar las inestabilidades hasta el punto de la formación de gotitas uniformes. Con el caudal de líquido y la frecuencia de la inestabilidad ajustados, pero sin flujo alguno de gas coaxial, la velocidad de producción



de gotitas y la distribución de tamaños de las mismas se
rán relativamente al azar. A medida que se inicia el flu
jo de gas coaxial y que aumenta el mismo, se produce una
fracción creciente de gotitas uniformes que tienen un vo
5 lumen ideal igual al caudal volumétrico del material de
alimentación líquido en la corriente en chorro, dividido
por la frecuencia de la inestabilidad. Para caudales de
gas coaxial bajos, habrá una fracción importante de goti
tas que tengan volúmenes que son un múltiplo entero del
10 volumen de las gotitas ideales. A medida que se aumenta
el caudal de gas coaxial, la fracción de gotitas de ta
maño ideal aumentará hasta que esencialmente todas las go
tites sean uniformes y tengan un volumen ideal. Si se hace
aumentar adicionalmente el flujo de gas coaxial, tienden
15 a aparecer gotitas más pequeñas, y finalmente la corrien
te en chorro líquida se convierte en una pulverización
arrastrada constituida por una distribución al azar de
gotitas muy pequeñas.

Con referencia a la realización de la figura 2,
20 se verá que el tubo capilar 28 que forma la corriente en
chorro líquida se prolonga una cierta distancia, por ejem
plo aproximadamente 0,5 centímetros, más allá del orifi
cio del flujo de gas coaxial. A consecuencia de esta geo
metría, la velocidad numérica a lo largo de la corriente
25 en chorro, que generalmente excederá de la velocidad de



la corriente en chorro líquida, no se puede calcular fácilmente, si bien puede controlarse sobre una base de flujo volumétrico y puede ajustarse fácilmente para conseguir la uniformidad deseada de disgregación de la corriente en

5 chorro líquida. Conviene indicar que un flujo de gas coaxial sin la generación de inestabilidades varicosas periódicas y regulares en el mismo no producirá una dispersión uniforme de gotitas con una alta velocidad de producción. En general, cuando el flujo de gas coaxial está ajustado adecuadamente,

10 se formará una gotita por cada longitud de onda de la inestabilidad varicosa y, de acuerdo con ello, la velocidad de formación de gotitas será aproximadamente igual a la frecuencia de la inestabilidad y, por tanto, a la frecuencia de los impulsos de presión proporcionados por el obturador rotativo. Como será evidente para

15 los expertos en la técnica a la vista de la presente descripción, pueden alcanzarse frecuencias de inestabilidad muy elevadas, y correspondientemente altas velocidades de producción de gotitas uniformes mediante el empleo de la

20 presente invención.

La velocidad del gas coaxial correctamente ajustada con relación a la velocidad de la corriente en chorro líquida depende de la viscosidad del material de alimentación líquido y de su tensión superficial. Las corrientes

25 en chorro de líquido que tienen una viscosidad infe-



rior a aproximadamente 25 centistokes se dispersan con facilidad en gotitas uniformes con la realización ilustrada de la presente invención. Cuando se desea solidificar las gotitas uniformes y recuperarlas en forma de partículas individuales uniformes como en el caso de la producción de microsferas de óxido, generalmente es deseable para ciertos procedimientos de recuperación que el material de alimentación líquido tenga una viscosidad superior a aproximadamente 10 centistokes. La tensión superficial de las soluciones del material de alimentación líquido está determinada en general por sus componentes principales, y de ordinario puede ser rebajada únicamente por medio de aditivos. La viscosidad de los fluidos es muy sensible a pequeñas adiciones de agentes espesantes, y se puede ajustar a un valor preseleccionado con tales materiales.

Como se ha indicado anteriormente, las inestabilidades se pueden impartir a la corriente en chorro líquida por una diversidad de medios distintos de los descritos en la realización específica anterior. Por ejemplo, los impulsos de presión pueden producirse en el material de alimentación líquido por medio de un pistón accionado por una bobina vibradora que choca directamente con el material de alimentación líquido en el extremo superior de una cámara cilíndrica que sirve de depósito si-



milar a la cámara 34 previamente descrita. El movimiento oscilante vertical del pistón impartido por la bobina vibradora cuando ésta vibra a la frecuencia y amplitud deseadas produce las inestabilidades varicosas en el material de alimentación como en la realización ilustrada. Una tal realización es particularmente adecuada para altas presiones de funcionamiento. La amplitud requerida para producir las inestabilidades varicosas dependerá de las dimensiones y geometría de la cámara que sirve de depósito, así como de la viscosidad del material de alimentación. La amplitud óptima que permite la formación de gotitas de acuerdo con la presente invención se encuentra fácilmente por vía de experimentación.

En ciertas aplicaciones, puede ser deseable utilizar un fluido coaxial diferente de un gas para exaltar las inestabilidades varicosas. Por ejemplo, puede emplearse un líquido inerte. Con un material de alimentación tal como el que se muestra en los ejemplos que siguen, el fluido inerte puede ser queroseno, tetracloruro de carbono, etc. Además de ello, en ciertos aparatos que utilizan un líquido inerte para exaltar las inestabilidades varicosas, el dispositivo de producción de las gotitas puede invertirse y colocarse en el fondo de una columna vertical ascendente de una mezcla del líquido inerte y un agente de gelificación adecuado, de tal modo que las gotitas forma-



das a partir de la corriente en chorro por la acción de los impulsos de presión y del flujo del líquido coaxial son arrastradas y gelificadas por la mezcla líquida que fluye hacia arriba. El agente de gelificación se difunde
5 hacia el interior a través del líquido inerte que fluye coaxialmente y que rodea la corriente en chorro, provocando la gelificación de las gotitas que se forman. Con el fin de impedir una gelificación prematura y evitar el posible choque de unas gotitas contra otras en el área de
10 formación de las gotitas más allá del extremo distal del tubo capilar por el que se expulsa la corriente en chorro, el conducto cilíndrico circundante a través del cual circula el líquido inerte puede prolongarse una cierta distancia más allá del extremo del tubo capilar. Tal extensión
15 puede tener forma de cono para reducir al mínimo la turbulencia y proporcionar un aumento gradual en la concentración del agente de gelificación en el líquido que entra en contacto con las gotitas formadas individualmente.

20 Los ejemplos que siguen ilustran diversos aspectos de la presente invención.

Ejemplo 1

Se dispone de un generador de gotitas similar a
25 la realización ilustrada en las figuras 1, 2, 3 y 4, que

15 FEB 1973

tiene un tubo capilar de una longitud aproximada de 3,6
cm, con un orificio de 630 micras de diámetro. El conducto
cilíndrico para el flujo de gas coaxial mide aproximada
damente 1,1 cm de longitud y tiene un diámetro de aproxima
5 madamente 0,25 cm. El tubo capilar se prolonga aproximada
damente 0,6 cm más allá del orificio del flujo de gas coaxial
de la tuerca de presión. La cámara que sirve como depósito
de líquido tiene un volumen de aproximadamente 0,15
cm³, y la membrana tiene un espesor aproximado de 0,013 cm
10 y está construida en material de lámina de polietileno. La
membrana circular tiene un diámetro expuesto de aproximada
mente 0,5 cm. El disco rotativo tiene 2 muescas uniformemen
te distanciadas alrededor de su circunferencia que ocupan
aproximadamente el 50% del área de muescas del disco,
15 y es accionado por un motor eléctrico de alta velocidad.
La boquilla del chorro de gas continuo está localizada
aproximadamente a 1 cm de distancia de la membrana, tiene
un diámetro de orificio de aproximadamente 0,16 cm, y es
alimentada con aire a una presión de aproximadamente 4,2
20 kg/cm² manométricos. Un sol de óxido de torio que tiene
una viscosidad de 25,5 centistokes y una densidad de 1,18
gramos por centímetro cúbico se carga a la cámara de depósito
de líquido y pasa luego desde ella a través del tubo
capilar a un caudal uniforme de 13 mililitros por minuto
25 para formar una corriente en chorro laminar con un diáme



tro no perturbado de aproximadamente 630 micras. El disco provisto de muescas se activa de tal manera que proporcione un ritmo de impulsos de presión de 14.000 impulsos por minuto, lo cual da como resultado una proporción de longitud de onda de inestabilidad a diámetro de la corriente en chorro de 4,75. El diámetro de gotita ideal calculado para estos parámetros es de 1420 micras.

Con objeto de demostrar el efecto del flujo de gas coaxial, se llevan a cabo tres operaciones para estos parámetros operativos con diferentes caudales coaxiales de aire suministrados al director de flujo coaxial. Las gotitas generadas pasan a través de una zona de amoníaco gaseoso en la que se gelifican químicamente pasando a una condición estable de retención de forma, y a una solución acuosa de hidróxido de amonio. Las partículas se recuperan después para examen microscópico. Los datos para tales operaciones son como sigue:

<u>Operación Num.</u>	<u>Caudal de Aire Coaxial (litros por minuto)</u>	<u>Diámetro de las Gotitas, estimado por Examen Microscópico</u>
20 1	0	Grande y variable
2	9,2	Aproximadamente 1210 micras, y mayor
3	14,4	Aproximadamente 1210 micras

Ejemplo 2

En este ejemplo, se lleva a cabo una operación



similar a las del Ejemplo 1, con los parámetros siguientes:

	Material de alimentación líquido	Un sol de óxido de torio
5	Viscosidad del material de alimentación líquido	11,1 centistokes
	Densidad del material de alimentación líquido	1,18 g/cm ³
	Caudal del material de alimentación	23,4 ml/min
10	Diámetro del orificio capilar	814 micras
	Frecuencia de la inestabilidad	12.250/minuto
	Proporción longitud de onda/diámetro	4,5
15	Diámetro ideal de las gotitas	1540 micras

El flujo de aire coaxial se ajusta para la disgregación uniforme de la corriente en chorro, y las gotitas se gelifican al pasar a través de una atmósfera de amoníaco, yendo a parar a una solución acuosa de hidróxido de amonio. Las partículas gelificadas se secan luego al aire, y se lleva a cabo la fotomicrografía de una muestra de las partículas secadas al aire, midiéndose sus diámetros. En el caso de esta muestra, los diámetros del 99% de las esferas están comprendidos dentro del intervalo relativamente estrecho de 599 ± 43 micras.



Ejemplo 3

Se lleva a cabo una operación similar a la operación del Ejemplo 2, con los parámetros siguientes:

5	Material de alimentación líquido	Un sol de óxido de torio
	Viscosidad del material de alimentación líquido	17,5 centistokes
	Densidad del material de alimentación líquido	1,18 g/cm ³
	Caudal del material de alimentación	18 ml/minuto
10	Diámetro del orificio capilar	630 micras
	Frecuencia de la inestabilidad	12.000/minuto
	Proporción longitud de onda/diámetro	7,65
15	Diámetro ideal de las gotitas	1420 micras

Después de gelificación en amoníaco y secado al aire, las partículas se calcinan a una temperatura relativamente baja y se tamizan para su distribución por tamaños:

Distribución por tamaños después de la calcinación a temperatura baja (micras):

25



	<u>Fracción de tamizado</u>	<u>Porcentaje en peso</u>
	175-295	0,4
	295-494	90,4
	(420-490, por método óptico)	
5	superior a 495	9,3

En este ejemplo, se emplea una proporción longitud de onda/diámetro mayor que la utilizada en los ejemplos 1 y 2, para demostrar la posibilidad de producir gotitas de diversos tamaños mediante la variación de esta proporción.

Ejemplo 4

En este ejemplo, se lleva a cabo una operación similar a la del ejemplo 2 para demostrar el empleo de un material de alimentación líquido más complejo. La operación tiene los parámetros siguientes:

20	Material de alimentación líquido	Una dispersión de carbono en una solución que contiene nitratos de zirconilo y uranilo
	Viscosidad del material de alimentación líquido	17,8 centistokes
	Densidad del material de alimentación líquido	1,06 g/cm ³
25	Caudal del material de alimentación	13,8 ml/minuto



	Diámetro del orificio capilar	630 micras
	Frecuencia de la inestabilidad	15.800/minuto
	Proporción longitud de onda/diámetro	4,5
5	Diámetro ideal de las gotitas	1150 micras

Las gotitas gelificadas producidas en esta operación tienen un diámetro uniforme de 1100 micras cuando se miden ópticamente. Las gotitas gelificadas se pueden emplear en la producción de microsferas de carburo de acuerdo con procedimientos conocidos.

Ejemplo 5

En este ejemplo, se llevan a cabo operaciones análogas a la del ejemplo 2 (excepto que el disco de 2 muescas se reemplaza por un disco de 8 muescas) para diversas frecuencias de generación de gotitas, variándose el caudal de alimentación líquida para mantener la proporción de longitud de onda a diámetros en 4,5. Los parámetros de las operaciones son:

	Material de alimentación líquido	Una solución de nitrato de uranilo
	Viscosidad del material de alimentación líquido	18 centistokes
25	Densidad del material de alimentación líquido	1,13 g/cm ³



Diámetro del orificio capilar 342 micras
Longitud de onda/diámetro 4,5
Diámetro ideal de las gotitas 646 micras

Operación	Caudal de alimentación líquida (ml/min)	Frecuencia de inestabilidad	Rendimiento
5 Núm. 1	5,75	43.600	Alto rendimiento de tamaño ideal
2	12,7	88.000	Rendimiento satisfactorio de tamaño ideal; cierta proporción de granos de mayor y menor tamaño
10 3	23	160.000	Rendimiento aceptable de tamaño ideal; proporción importante de granos de mayor y menor tamaño

15

De acuerdo con ello, se ve que se ha proporcionado un generador de gotitas y un método que es capaz de producir gotitas líquidas de pequeño diámetro y de tamaño muy uniforme. La velocidad de producción de gotitas se puede variar dentro de un amplio intervalo desde menos de 10.000 por minuto hasta más de 100.000 por minuto.

20

Como resultará evidente para los expertos en la técnica, pueden hacerse diversas otras modificaciones, adaptaciones y variaciones de la descripción específica que antecede, sin desviarse de las enseñanzas de la pre-

25



sente invención.

En las reivindicaciones que siguen se indican diversas características de la invención:

5 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 14 de Enero de 1972, bajo el Nº 217.853, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

REIVINDICACIONES

15 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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

20 1ª.- Un procedimiento del tipo sol-gel mejorado para la fabricación de microesferas sólidas de materiales de combustible nuclear fértiles o fisionables en el cual un sol líquido del material de combustible nuclear se dispersa en gotitas, las gotitas se solidifican a un estado de forma estable por contacto con un fluido de gelificación para el sol, y las gotitas gelificadas y solidifica-

25



das se sinterizan subsiguientemente para proporcionar partículas microesféricas sólidas, en donde la mejora comprende efectuar en combinación las etapas de proporcionar una corriente en chorro de materiales de alimentación líquido de sol que tiene una viscosidad de por encima de aproximadamente 10 centistokes, proporcionando inestabilidades varicosas uniformemente periódicas en la corriente en chorro que tiene una longitud de onda de al menos aproximadamente π veces al diámetro sin perturbar la corriente en chorro, proporcionando un flujo de separación concurrente y coaxial de un primer fluido que rodea la corriente en chorro para mejorar las inestabilidades varicosas con el fin de causar una dispersión uniforme de la corriente en chorro en gotitas esféricas uniformes, siendo dicho primer fluido sustancialmente inerte con respecto a la acción de causar la solidificación de dicho sol, y poner subsiguientemente en contacto dichas gotitas con un fluido de gelificación que es interactivo con el sol para solidificar las gotitas.

2ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, en donde dicho fluido de separación coaxial e inerte es un gas.

3ª.- Un procedimiento de acuerdo



con la reivindicación 2ª, en donde dicho segundo fluido de gelificación comprende amoníaco gaseoso.

5 4ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, en donde dicho fluido de separación inerte y coaxial es un líquido y en donde dicho fluido de gelificación es una mezcla de dicho líquido y un agente de gelificación.

10 5ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4ª, en donde dicho líquido es queroseno o tetracloruro de carbono.

15 6ª.- Un procedimiento del tipo sol-gel mejorado para la fabricación de microesferas sólidas de materiales de combustible nuclear fértiles o fisionables.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

20

25



Esta Memoria consta de treinta y cinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, -4 SET. 1974

P.A.

Alberto de Eizaburu
Por Poder

5

29.8.74

JGM/.

- 35 -



FIG. 1

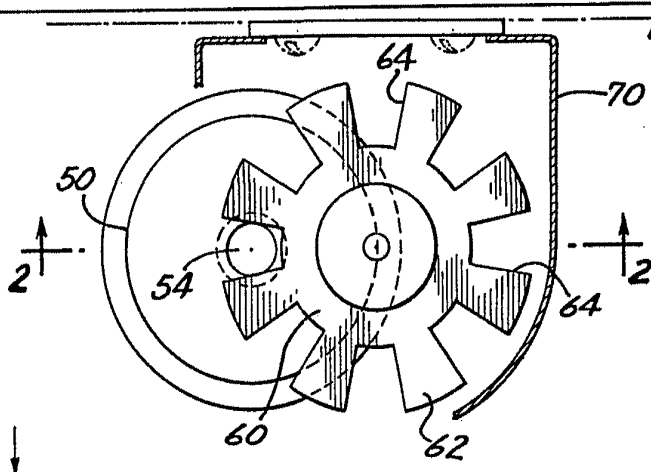


FIG. 2

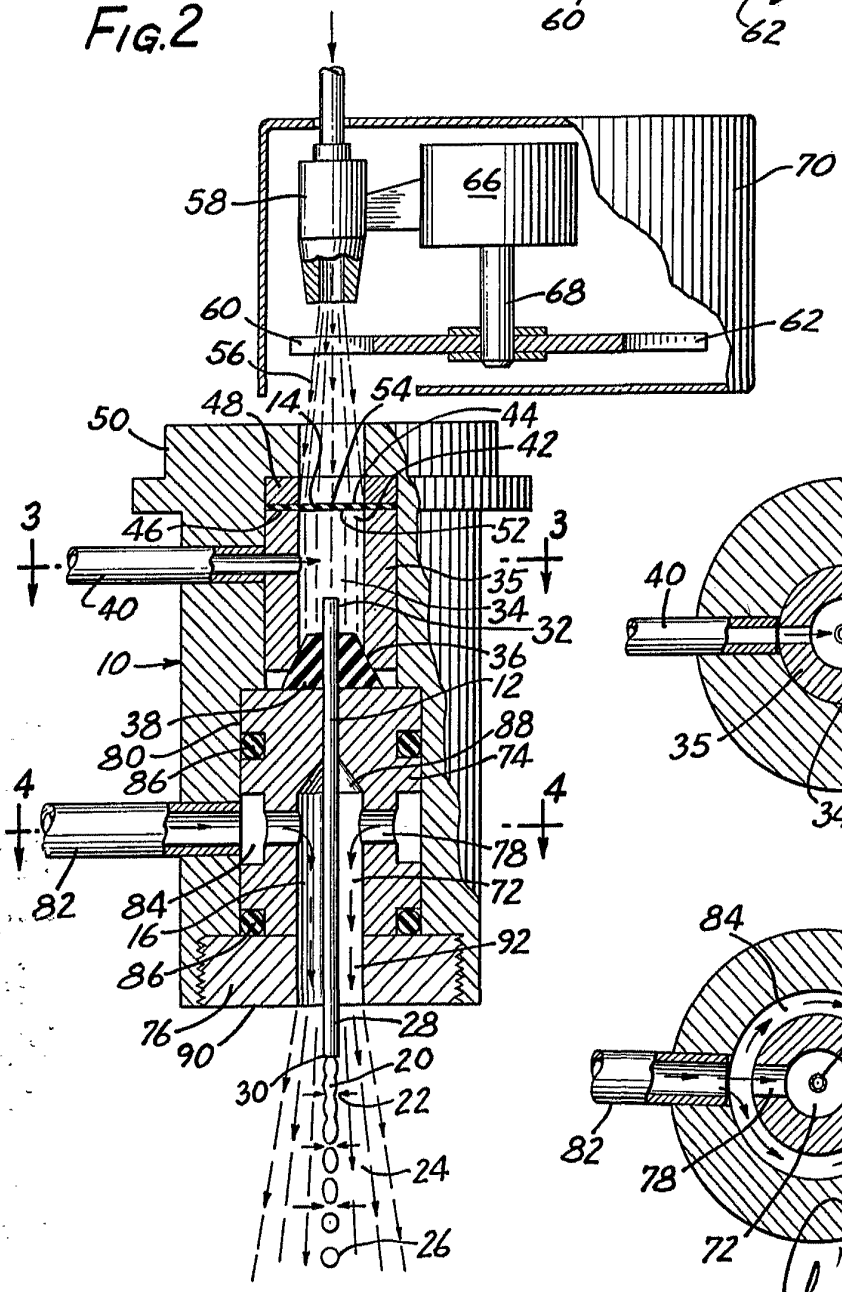


FIG. 3

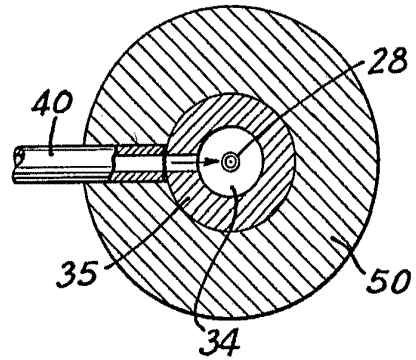
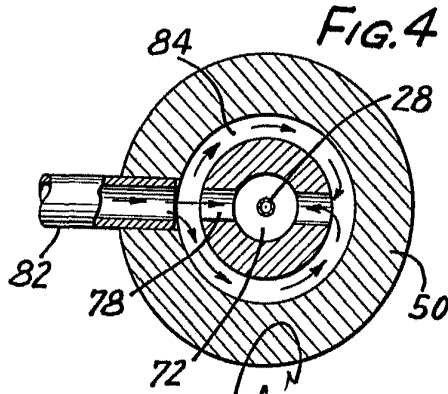


FIG. 4



Alberto de Ercaburu
Per Pedem