



PATENTE DE INVENCION

423666

Int. Cl.²: G01N/B2PC

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA CONTROLAR LAS PROPIEDADES GEOMETRICAS
DE PARTICULAS DE MATERIALES CERAMICOS"

Solicitante: AGIP NUCLEARE S.p.A.,

sociedad anónima italiana, establecida en
ROMA (Italia), Piazzale Enrico Mattei, 1.

Prioridad: Solicitud de Patente Nº 20749 A/73,
depositada en Italia en
23 de Febrero de 1973.

423666



La presente invención se refiere a un procedimiento para controlar las propiedades geométricas de partículas de materiales cerámicos, efectuándose dicho control mediante el control de las viscosidades de las soluciones de alimentación utilizadas, por medio de termostatación de dichas soluciones inmediatamente antes de su dispersión en partículas líquidas.

Los materiales cerámicos arriba mencionados pueden ser combustibles nucleares, materiales de propiedades magnéticas especiales, catalizadores, etc.

En dos Patentes italianas anteriores, a saber en la Patente Nº 727.301 de la casa Snam S.p.A. y en la Patente Nº 778.786 de la casa Snam Progetti S.p.A., queda reivindicado un procedimiento de preparación de partículas esféricas de materiales cerámicos y particularmente de microesferas de aceite nuclear. Esencialmente, dicho procedimiento consiste en la preparación de una solución acuosa de los iones metálicos de que se trata, espesada por medio de la adición de compuestos poliméricos y eventualmente modificada por la presencia de aditivos orgánicos solubles en agua, en la formación de pequeñas gotas mediante un proceso mecánico apropiado tal como por ejemplo la formación de gotas a través de una tobera o de un pulverizador de construcción apropiada, en la transformación de las gotas líquidas en partículas sólidas de naturaleza gelatinosa mediante precipitación de iones metálicos contenidos en dichas gotas en baños químicos apropiados, por ejemplo alcalies, en el envejecimiento, lavado y secado y finalmente en la calcinación

423666



de las partículas mediante tratamientos térmicos apropiados y en atmósferas controladas a fin de obtener productos que presentan las propiedades químico-físicas deseadas.

Las propiedades geométricas de las partículas preparadas mediante procedimientos del tipo arriba citado están en estrecha relación con los valores de viscosidad y tensión superficial de las soluciones de alimentación del proceso.

Por consiguiente, es importante que dichos valores elegidos empíricamente para un determinado tipo de producto se mantengan constantes dentro de límites adecuados.

Por otra parte, es sabido que incluso pequeñas variaciones de temperatura dan lugar a considerables variaciones en los valores de tensión superficial y de manera más destacada en los valores de la viscosidad de las mismas soluciones.

Viceversa, variaciones de la viscosidad de las soluciones de alimentación originadas por diferentes motivos tales como por ejemplo degradación de los agentes espesadores utilizados por efecto de agentes químicos y/o de radiaciones ionizadoras, errores de pesado del agente espesador, etc., pueden ser fácilmente compensadas, dentro de ciertos límites, mediante variaciones relativamente pequeñas de la temperatura de la solución de alimentación.

Además, en ciertos casos particulares, tales como por ejemplo en la preparación de partículas con diámetros del orden de micras, puede resultar deseable operar con soluciones de alimentación que tengan una viscosidad particularmente baja a fin de obtener una buena capacidad de las tobe-

423666



ras utilizadas, en combinación con buenas propiedades de esfericidad del producto final.

La finalidad de la presente invención consiste en proporcionar un procedimiento para controlar las propiedades de viscosidad de las soluciones de alimentación en procesos del tipo arriba mencionado, mediante un control de temperatura de las soluciones de alimentación. Este control puede obtenerse fácilmente, tal como se desprende, por ejemplo, del esquema ilustrado en la Fig. 1 de los dibujos, mediante el acondicionamiento termostático de un volumen relativamente pequeño de la solución de alimentación, dispuesto inmediatamente por delante de la tobera de goteo, en el sentido de avance del fluido.

En los siguientes ejemplos se hará siempre relación al aparato ilustrado en la Fig. 1, únicamente a título de ejemplo no limitativo, pero es evidente que el mismo principio de control es aplicable a otros tipos de toberas de formación de gotas de líquido, tales como por ejemplo toberas de vibración mecánica, o toberas pulverizadoras del tipo utilizado en los quemadores de combustible líquido, etc.

En la Fig. 1 se ilustra el aparato de goteo dotado de la tobera termostática.

Esencialmente, este aparato consiste en un sistema convencional de goteo, modificado, sin embargo, a fin de permitir la termostatación de un pequeño volumen de la solución de alimentación por delante del dispositivo de goteo y antes de la entrada del aire de arrastre. Con el número de referencia 1 se designa la entrada de la solución

423666



de alimentación, mientras que con el número 2 se designa el líquido termostático. Las temperaturas se miden mediante termopares Ni-NiCr en los puntos indicados en el esquema, indicándose con 3 el termopar destinado a medir la temperatura de la solución y con 4 el termopar destinado a medir la temperatura del aire de arrastre. Con 5 se designa una resistencia eléctrica apropiada para calentar el aire de arrastre, mientras que 6 es la entrada de dicho aire de arrastre. Con el número de referencia 7 se indica la aguja que forma parte de la tobera 9, y con 8 se representa la solución de NH_4OH .

A continuación se describen varios ejemplos a título no limitativo.

EJEMPLO 1

Preparación de partículas de UO_2 con un diámetro final de 800 micras.

Se preparó una solución de alimentación de la siguiente composición química:

	$\text{UO}_2 (\text{NO}_3)_2$	0,666 M
20	metocel 90 HG-4000	0,75%
	alcohol tetrahidro- furfurílico	35%
	HNO_3 libre	0,15 M

La viscosidad de esta solución a temperatura ambiente de 18°C era de 280 centipoises. La solución se introdujo a gotas en NH_4OH mediante el dispositivo de goteo ilustrado en la Fig. 1 y, mediante precipitación de uranio, se obtuvieron partículas de diuranato amónico en forma de "lágrimas".

423666



La misma solución se introdujo por goteo en NH_4OH después de una termostatación a la temperatura de 32°C .

En este caso se obtuvieron partículas con buenas propiedades específicas.

5 EJEMPLO 2

Preparación de partículas de UO_2 con un diámetro final de 20 micras. Una solución de la misma composición que la indicada en el ejemplo 1 se pulverizó, una vez termostata-
10 zada a la temperatura de 47°C , a través de una tobera del tipo ilustrado en la Fig. 1, a fin de obtener partículas de diuranato amónico, las cuales, transformadas en UO_2 después de tratamientos térmicos apropiados, presentaban un diámetro de 20 micras.

N O T A

15 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de ponerlo en práctica, se hace constar que todo cuanto no altere, cambie o modifique su principio fundamental, puede quedar sometido a variaciones de detalle. También se hace constar que esta invención corresponde a
20 la descrita en la Solicitud de Patente N^o 20749 A/73, depositada en Italia en 23 de Febrero de 1973, cuya prioridad se reivindica de acuerdo con los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo esencial y por lo que se solicita Patente de Invención, por veinte años, lo que queda resumido en
25 las siguientes reivindicaciones:

1^a.- Procedimiento para controlar las propiedades geométricas de partículas de materiales cerámicos, obtenidas mediante goteo de soluciones que contengan resinas,

me

423666



5 caracterizado porque dicho control se realiza mediante el control de la viscosidad de las soluciones de alimentación utilizadas, por medio de termostatación de dichas soluciones inmediatamente antes de su dispersión en partículas líquidas.

10 2^a.- Procedimiento para el control de las propiedades geométricas de partículas de materiales cerámicos según la reivindicación 1^a, caracterizado porque para compensar la disminución de la viscosidad de las soluciones de alimentación ocasionada por efectos químicos y/o por efecto de radiaciones ionizadoras, dicho control se efectúa mediante enfriamiento de la solución de alimentación.

15 3^a.- Procedimiento para el control de las propiedades geométricas de partículas de materiales cerámicos según la reivindicación 1^a, caracterizado porque para la preparación de partículas de diámetro del orden de 1 micra de los diferentes materiales cerámicos, se aumenta la fluidez de las soluciones de alimentación mediante calentamiento.

20 4^a.- Procedimiento para controlar las propiedades geométricas de partículas de materiales cerámicos según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dichos materiales cerámicos pueden ser combustibles nucleares, materiales de propiedades magnéticas especiales, catalizadores, etc.

25 5^a.- PROCEDIMIENTO PARA CONTROLAR LAS PROPIEDADES GEOMETRICAS DE PARTICULAS DE MATERIALES CERAMICOS, tal y como queda descrito y reivindicado en la presente

ME

423666



memoria que consta de ocho hojas mecanografiadas por una sola cara y de una lámina de dibujos.

BARCELONA, 19 de Febrero de 1974.

AGIP NUCLEARE S.p.A.
P.P.

J. GOMEZ-ACEBO Y MODET

(Handwritten signature)
S. D. Filmoda, W. Stöbhl, Sion

ME

ESCALA VARIABLE

423666

423666

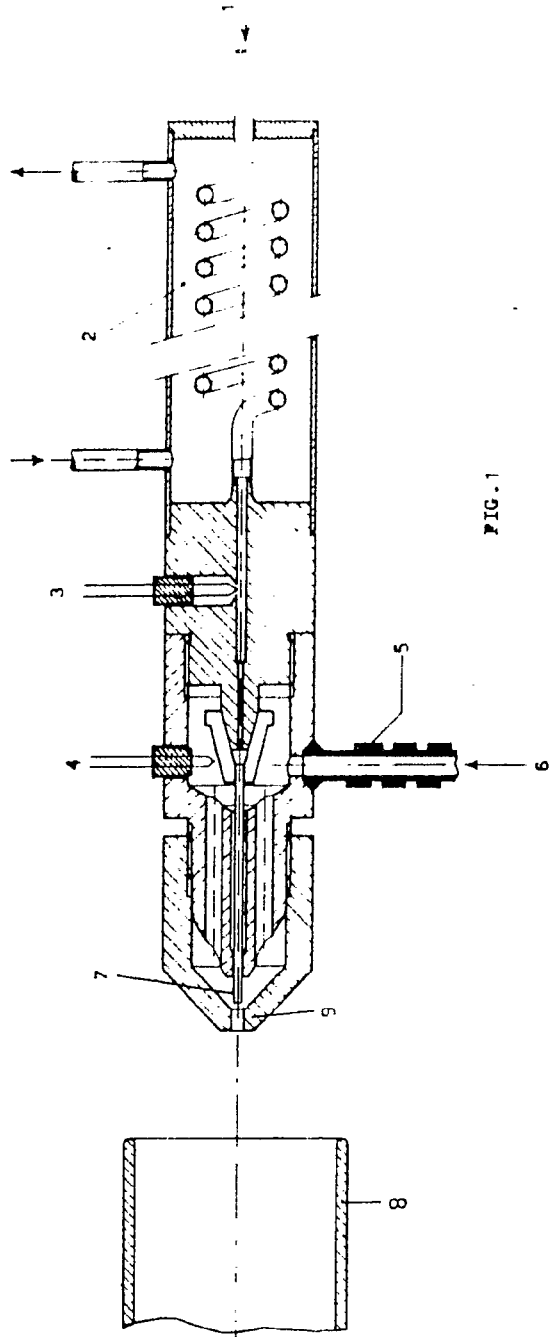
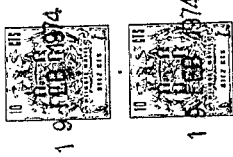
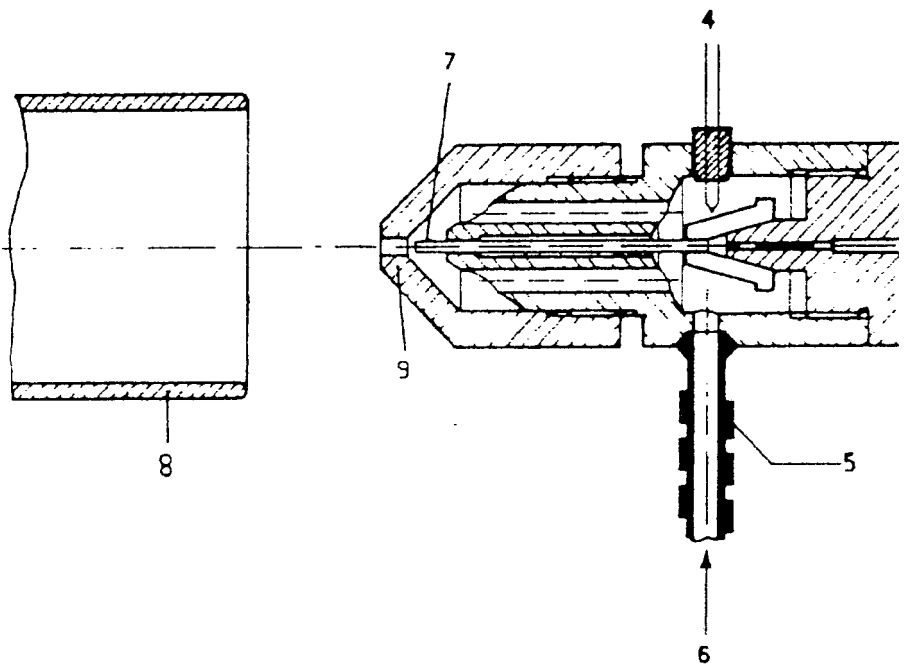


FIG. 1

Barcelona, 19 de Febrero de 1974
AGIP NUCLEARE S.p.A.
P.R. GOMEZ-ACEBO Y MODE,
INGENIEROS

423666



ESCALA VARIABLE

423666

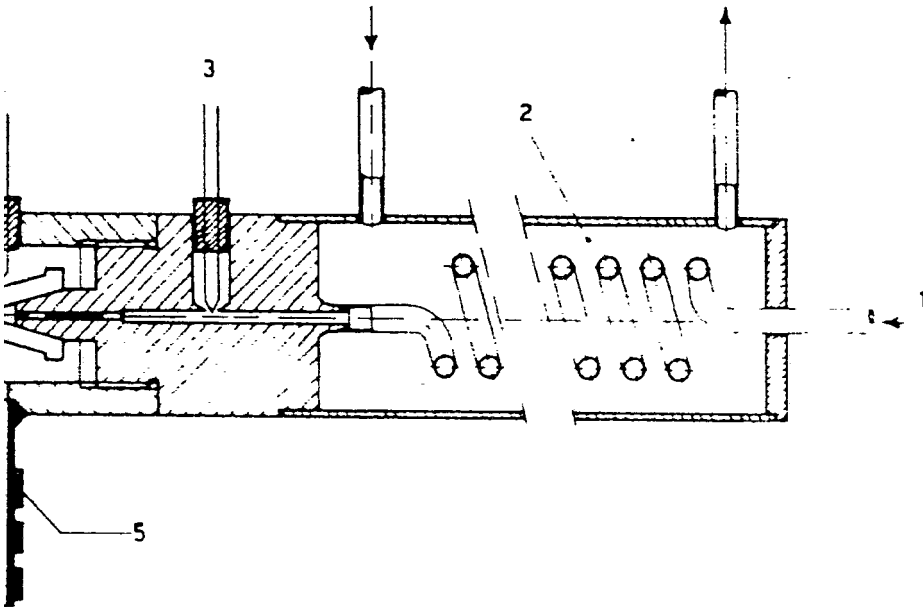


FIG. 1

Barcelona, 19 de Febrero de 1974
AGIP NUCLEARE S.p.A.

P.P.

SOMEZ-ACEBO Y MODE

[Signature]
Somez Acebo y Modé