

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



454650

19 ES	11 NUMERO	10 A 1
	12 FECHA DE PRESENTACION	
	20 21 22	
	23 24 25	
	26 27 28	
	29 30 31	
	32 33 34	
	35 36 37	
	38 39 40	
	41 42 43	
	44 45 46	
	47 48 49	
	50 51 52	
	53 54 55	
	56 57 58	
	59 60 61	
	62 63 64	
	65 66 67	
	68 69 70	
	71 72 73	
	74 75 76	
	77 78 79	
	80 81 82	
	83 84 85	
	86 87 88	
	89 90 91	
	92 93 94	
	95 96 97	
	98 99 100	

PATENTE DE INVENCION

60 PRIORIDADES:		
61 NUMERO	62 FECHA	63 PAIS
G 16 825/75	29 de diciembre de 1.975.	Suiza.
64 FECHA DE PUBLICIDAD	65 CLASIFICACION INTERNACIONAL	66 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	B 01 D	
67 TITULO DE LA INVENCION		
PROCEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA REVESTIR DE UNA CAPA MICROPOROSA UN SOPORTE MACROPOROSO.		
68 SOLICITANTE (R)		
COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
29, rue de la Fédération, 75015 PARIS, Francia.		
69 INVENTOR (ES)		
Daniel MASSIGNON, Ing.		
70 TITULAR (ES)		
71 REPRESENTANTE		
GOMEZ ACEBO.		

La presente invención se refiere a la fabricación de membranas porosas del tipo de las que comprende una capa microporosa muy fina solidaria de un soporte macroporoso.

5. Esta capa microporosa está constituida generalmente de polímeros, de elevado peso molecular, de óxidos metálicos, o de metales, y su depósito se efectúa ya sea por aplicación de una pintura, o bien por centrifugación o incluso por activación, o bien todavía por decantación del material a depositar.

10. Ya se ha propuesto, para efectuar el enganche de la capa microporosa sobre el soporte macroporoso, un procedimiento que consiste en comprimir un polvo fino sobre el soporte macroporoso. Este método tiene sin embargo algunos inconvenientes que pueden ser perjudiciales para los rendimientos de la membrana porosa y para el comportamiento mecánico de ésta.

15. En efecto, la compresión no permite la fijación del material en las anfractuosidades del soporte, desplaza insuficientemente los granos de la capa microporosa los unos con respecto a los otros y por último, el efecto de compresión es extendido a la masa de la muestra tratada, comprendida la capa subyacente a la capa microporosa y el propio soporte.

20. La presente invención tiene por objeto un procedimiento de fabricación de membranas porosas que permite evitar los inconvenientes anteriores y un dispositivo para la realización de este procedimiento.

25. El procedimiento se caracteriza esencialmente porque la fijación de la capa microporosa sobre el soporte macroporoso se efectúa por rodamiento y/o por choques repetidos de pequeños móviles de dureza al menos igual a la del material a fijar,
30. o bien sobre la capa de un polvo muy fino del material a fijar.

previamente puesta en posición sobre el soporte, o incluso a medida del depósito del polvo sobre el soporte, o todavía sobre una capa microporosa simplemente depositada sobre el soporte, por cualquier medio conocido.

5. Este procedimiento comprende además las siguientes características tomadas por separado o en combinación:

a) La temperatura operacional puede escalonarse de la temperatura ambiente a una temperatura del orden de 600°C, según el material a fijar.

10. b) El tratamiento puede efectuarse en un recinto en el que puede efectuarse el vacío o bien introducir una atmósfera reductora o neutra o incluso una atmósfera libremente fluorante por ejemplo (FH + H₂).

15. c) En el caso en que el material a fijar se produzca a medida de su depósito, se opera por descomposición térmica.

20. El dispositivo objeto de la invención se aplica especialmente al caso muy frecuente en que la membrana microporosa de ultrafiltración es soportada interiormente por una estructura tubular macroporosa.

25. A este efecto, el dispositivo según la invención se caracteriza principalmente porque comprende un tubo macroporoso montado rotativo en el interior de un recinto alrededor de un eje, conteniendo el tubo macroporoso, en el interior, móviles de dureza al menos igual a la del material que constituye la capa microporosa y conteniendo el recinto medios de entrada y de salida de un flujo de circulación de gas.

30. Los móviles, que son a menudo bolas cuyos radios de curvatura están comprendidos entre los del material a fijar y los de las discontinuidades del soporte, son así lleva-

dos por medios mecánicos a rodar y/o a percutir de forma continua ya sea sobre el polvo fino del material a fijar, o bien sobre la capa previamente depositada de este mismo material, o incluso sobre una capa microporosa depositada por un medio conocido.

5. Este dispositivo comprende además las siguientes características tomadas por separado en combinación:
- a) Los móviles son de diferentes tamaños que se escalonan entre los dos límites indicados.
 - b) Los móviles son de dureza al menos igual a la del material a fijar.
 - 10. c) Los móviles son colocados en un tubo macroporoso animado de un movimiento de rotación de velocidad variable.
 - d) Los móviles son colocados en un tubo macroporoso animado de un movimiento de rotación y de un movimiento de translación lateral.
 - 15. e) Los móviles se disponen en un tubo macroporoso animado de un movimiento de rotación y de otro de translación vertical.
 - f) Los móviles se disponen sobre una placa macroporosa sometida a un movimiento de vaivén vertical.
 - 20. g) Los móviles son proyectados con fuerza sobre una placa macroporosa.
 - h) El soporte macroporoso que contiene o que soporta el material a fijar y los móviles se colocan en un recinto en cuyo interior se puede realizar el vacío o introducir una atmósfera reductora, neutra o una atmósfera ligeramente fluorante.
 - 25. i) El recinto que rodea el soporte que contiene o soporta el material a fijar y los móviles se disponen en un horno que permite elevar la temperatura hasta 600°C aproximadamente.

30. El procedimiento y el dispositivo, objeto de la invención, permiten obtener una fijación mejor que la rea-

lizable con el método de compresión global, así como capas microporosas más finas. En efecto, la invención permite:

5. a) la densificación y la fijación homogénea de granos de un material pulverulento, asegurando la acción repetida de choques y/o rodamientos de los móviles, la repartición uniforme de los granos a escala local, a condición de que el radio de curvatura de los móviles de compresión no sea demasiado superior al de los granos,
10. b) la repartición uniforme de los granos que conduce a una capa microporosa homogénea en todos los puntos del soporte, incluso si este soporte presenta una superficie irregular, a condición de que el radio de curvatura de los móviles de compresión sea del orden de magnitud de las discontinuidades del soporte,
- (La simultaneidad de los dos mecanismos invocados implica el uso de una mezcla de móviles de dimensiones diferentes).
15. c) La densificación y la fijación de los granos depositados en las anfractuosidades del soporte.
- d) Que la acción de los móviles quede limitada al material pulverulento a tratar y no ejerza sobre el soporte subyacente una presión perjudicial a sus cualidades mecánicas y a su permeabilidad.
- 20.

La puesta en práctica del procedimiento objeto de la invención puede efectuarse según varias variantes de las que las principales son las siguientes:

25. 1) Depósito, previamente a la puesta en acción de las bolas, sobre la cara interior de un tubo cilíndrico macroporoso metálico tal como un tubo de níquel, ya sea de una suspensión de compuestos de níquel disociable térmicamente tales como formiato, oxalato, alcanato, quelato, carbonato de níquel, o bien de una sus-
- 30.

5. pensión de níquel, que tiene características de granulometría convenientes. La puesta en posición de estos depósitos puede realizarse por aspiración de la suspensión a través del soporte o cualquier otro método mecánico apropiado por paso de un mandril cónico (pintura), etc. Este depósito puede ser todavía obtenido haciendo descomponer en el soporte un compuesto gaseoso, tal como níquel carbonilo, puesto en contacto con el soporte, ya sea por lamido o bien por percolación.

10. 2) Depósito simultáneo con la puesta en acción de las bolas. En este caso, las bolas se encuentran mezcladas, en el interior del soporte, en el sólido pulverulento, pudiendo ser obtenida la capa microporosa ya sea con granos de níquel formados por disociación térmica (formiato, oxalato, alcanato, quelato, carbonato, níquel carbonilo, etc), o bien con un polvo fino de níquel o de óxido de níquel que tiene características de granulometría convenientes.

15. 3) Mejora de barreras defectuosas. El procedimiento puede todavía ser utilizado en la mejora de barreras obtenidas por otros métodos, y que presentan fallos tales como radios de poro demasiado grandes o una región de mala densificación o de mala fijación.

20. Con referencia a las figuras esquemáticas 1 a 9 anexas, se describe a continuación diversos ejemplos, dados a título no limitativo, de realización del procedimiento y de los dispositivos para revestir de una capa microporosa un soporte macroporoso, objeto de la invención. Las disposiciones de realización que serán descritas a propósito de estos ejemplos han de ser consideradas como que forman parte de la invención, quedando bien entendido que cualesquiera otras disposiciones equivalentes podrán también ser utilizadas sin salir del marco de

25.

30.

ésta.

La figura 1 representa en sección, un dispositivo sobre el que se efectua el depósito por lamido de un compuesto disociable térmicamente.

5.

La figura 2 representa en sección, un dispositivo sobre el que se efectua el depósito por percolación de un compuesto disociable térmicamente.

10.

La figura 3 muestra un dispositivo, establecido conforme a la invención, para la realización del procedimiento de fijación.

La figura 4 muestra otro dispositivo, establecido conforme a la invención, para la puesta en práctica del procedimiento de fijación.

15.

La figura 5 es una sección radial de un tubo macroporoso, que explica la posición y el movimiento de los móviles cuando el tubo es sometido a un movimiento de rotación.

20.

La figura 6 es una sección radial de un tubo macroporoso, que explica la posición y el movimiento de los móviles cuando el tubo es sometido a un movimiento de rotación acelerado.

La figura 7 es una vista en perspectiva de un tubo macroporoso sometido a un movimiento de rotación y a otro de translación vertical.

25.

La figura 8 representa en sección, una placa macroporosa sometida a un movimiento vertical de vaivén.

La figura 9 representa en sección, una placa macroporosa sometida a la acción de móviles proyectados por una arenadora.

30.

Solo se han representado en estas figuras los elementos necesarios para la comprensión de la invención, lle-

vando los elementos correspondientes de estas diferentes figuras, referencias idénticas.

5. En la figura 1 se ve: un tubo macroporoso 1 montado rotativo alrededor de los ejes huecos 4 y 5 que atraviesan las dos porciones extremas opuestas del recinto 2. El tubo 1 contiene los móviles 3. El depósito se efectúa por lamido interno del tubo 1 por un compuesto gaseoso disociable por el calor. La entrada del gas se efectúa por 4 y su salida por 5.

10. En la variante de la figura 2 se ve un tubo macroporoso 1, que contiene móviles 3, alojados en un recinto 2. En esta variante, el tubo 1 se monta rotativo alrededor del único árbol hueco 4. El depósito se efectúa por percolación a través del tubo 1 por un compuesto gaseoso disociable por el calor. La entrada del gas se efectúa por 4 y su salida por 5.

15. En la figura 3 se ve un tubo macroporoso 1, que contiene móviles 3, alojados en un recinto 2 en el que se puede efectuar el vacío o introducir una atmósfera reductora, neutra o fluorante. Este conjunto se coloca en un horno 6 que permite elevar la temperatura hasta 600°C aproximadamente. La capa microporosa 7, depositada por lamido, se fija sobre el tubo 1 por los móviles 3 merced a un movimiento de translación y/o a un movimiento de rotación del tubo 1 y del recinto 2.

20. En la figura 4 se ve un tubo macroporoso 1, que contiene móviles 3, dispuestos en un recinto 2 en el que se puede efectuar el vacío o introducir una atmósfera reductora, neutra o fluorante. Este conjunto se aloja en un horno 6 que permite elevar la temperatura hasta 600°C aproximadamente. La capa microporosa depositada por percolación, se fija sobre el tubo 1 por los móviles, merced a un movimiento de translación y/o de rotación del tubo 1 y del recinto 2.

25.
30.

En la figura 5 se ve un tubo macroporoso 1 en el que se deposita una capa microporosa 7. Móviles 3 ruedan sobre esta capa microporosa 7 cuando el tubo 1 gira en el sentido de la flecha R.

5. En la figura 6 se ve un tubo macroporoso 1 en el que se deposita una capa microporosa 7. Móviles 3 ruedan y caen sobre esta capa microporosa 7 cuando el tubo 1 gira, a una velocidad relativamente elevada, en el sentido de la flecha R.

10. En la figura 7 se ve un tubo macroporoso 1 sometido a un movimiento de rotación alterno R y a otro de translación vertical T. El movimiento de translación vertical T es creado por una excéntrica 8.

15. En la figura 8 se ve una placa macroporosa 10 sobre la que se deposita una capa microporosa 11. Móviles 12 dispuestos sobre esta capa microporosa 11, son sometidos a un movimiento vertical de vaivén S.

20. En la figura 9 se ve una placa macroporosa 10 sobre la que se deposita una capa microporosa 11. Móviles 12, almacenados en 13, son proyectados sobre esta capa microporosa 11 por un aparato del tipo arenadora.

25. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicados son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

5. 1.- Procedimiento y dispositivo para revestir de una capa microporosa un soporte macroporoso, a fin de realizar filtros, ultrafiltros o barreras para la separación isotópica, procedimiento caracterizado porque la fijación de la capa microporosa sobre el soporte macroporoso se efectúa por rodamientos y/o por choques repetidos de pequeños móviles de dureza al menos igual a la del material a fijar.

10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los pequeños móviles están constituidos por bolas.

15. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la actuación mecánica de compresión de los pequeños móviles tiene lugar sobre una capa de un polvo muy fino de material a fijar, previamente introducida en el soporte tubular y puesta en posición sobre su superficie interna.

20. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la acción mecánica de compresión de los pequeños móviles tiene lugar sobre una capa de un polvo muy fino del material a fijar con vistas a la formación y a medida del depósito del polvo sobre la superficie del soporte.

25. 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el material a fijar se deposita a medida de su producción mediante una operación de descomposición térmica de una mezcla gaseosa.

30. 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la temperatura operacional puede escalonarse de la temperatura ambiente a una temperatura del orden de 600°C, según el material a fijar.

30. 7.- Procedimiento según la reivindicación 1,

caracterizado porque el tratamiento tiene lugar en vacío.

8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el tratamiento tiene lugar en una atmósfera reductora.

5. 9.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el tratamiento tiene lugar en una atmósfera ligeramente fluorante.

10. 10.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se dispone los móviles de una placa macroporosa sometida a un movimiento de vaivén vertical.

11.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se proyecta los móviles sobre una placa macroporosa.

15. 12.- Dispositivo para la realización del procedimiento según las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque comprende un tubo macroporoso montado rotativo en el interior de un recinto alrededor de un eje, conteniendo este tubo macroporoso, en el interior móviles de dureza al menos igual a la del material que constituye la capa microporosa, conteniendo además el recinto medios de entrada y de salida de un flujo de circulación de gas.

25. 13.- Dispositivo según la reivindicación 12, caracterizado porque los medios de entrada y de salida de un flujo de circulación de gas están constituidos por uno al menos de dos conductos huecos que atraviesan el recinto y que materializan el eje de rotación del tubo macroporoso en el interior del recinto.

30. 14.- Dispositivo según la reivindicación 12, caracterizado porque los móviles son bolas cuyos radios de curvatura están comprendidos entre los de los granos de material a fijar y los de las discontinuidades del soporte.

- 15.- Dispositivo según la reivindicación 12, caracterizado porque los móviles se colocan en un tubo macroporoso animado de un movimiento de rotación de velocidad variable.
5. 16.- Dispositivo según la reivindicación 12, caracterizado porque los móviles se colocan en un tubo macroporoso animado de un movimiento de rotación y de otro de translación lateral.
10. 17.- Dispositivo según la reivindicación 12, caracterizado porque los móviles se colocan en un tubo macroporoso animado de un movimiento de rotación y de otro de translación vertical.
15. 18.- Dispositivo según la reivindicación 12, caracterizado porque el recinto se coloca en un horno que permite elevar la temperatura hasta 600°C.
- 19.- Procedimiento y dispositivo para revestir de una capa microporosa un soporte macroporoso, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.
20. Esta Memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, DIC. 1976

COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE.

J. GOMEZ ACEBO Y URBEL
p.p. Firmador: L. Gasta Fernández

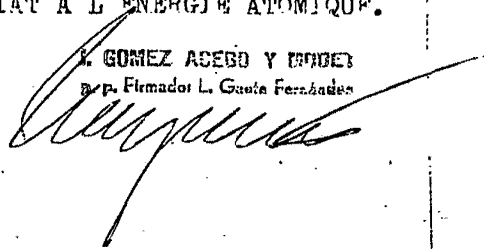


FIG. 1

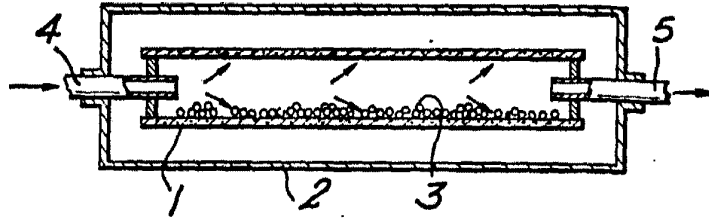


FIG. 2

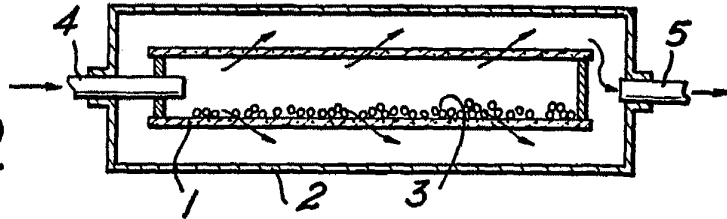
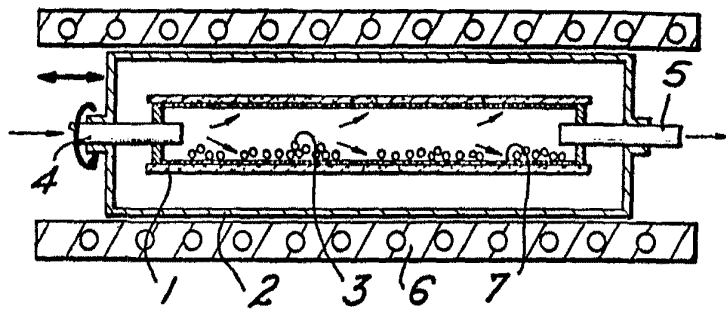
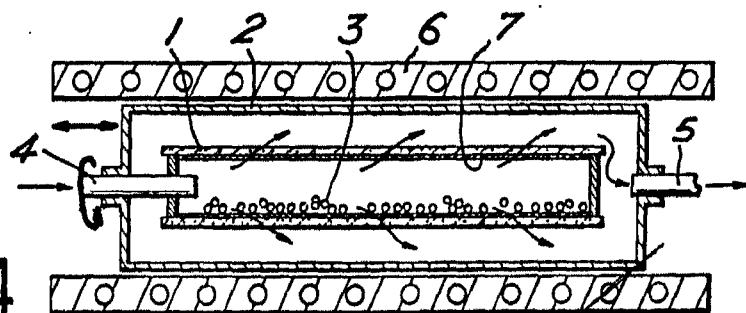


FIG. 3



ESCALA
VARIABLE

FIG. 4



Madrid

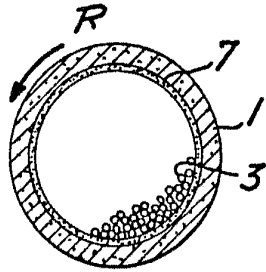


FIG. 5

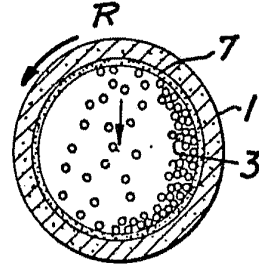


FIG. 6

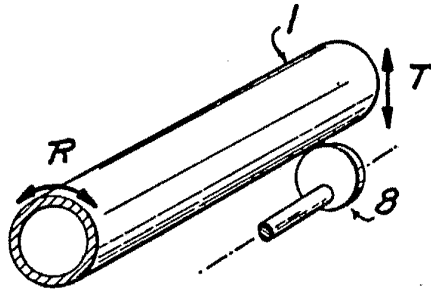


FIG. 7

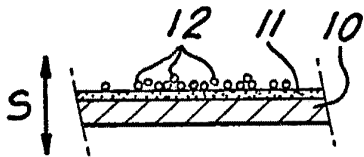


FIG. 8

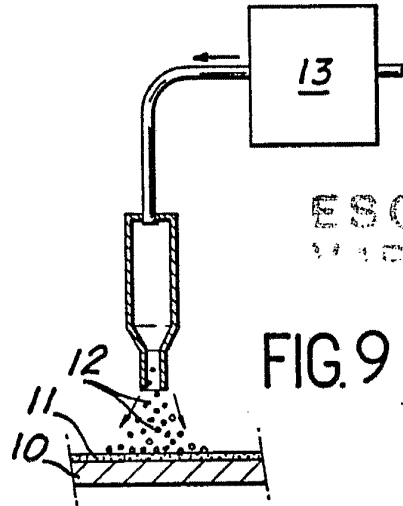


FIG. 9

Madrid 22 11 1976

E. COMESA, INGENIERO DE MINAS

[Handwritten signature]