



REPÚBLICA ARGENTINA  
 PODER EJECUTIVO NACIONAL  
 MINISTERIO de ECONOMÍA y PRODUCCIÓN  
 SECRETARÍA de INDUSTRIA, COMERCIO y de la PEQUEÑA y MEDIANA EMPRESA  
 INSTITUTO NACIONAL de la PROPIEDAD INDUSTRIAL



TÍTULO DE  
**PATENTE DE INVENCION**

AR009481B1

ADMINISTRACION NACIONAL DE PATENTES, CONFORME LO  
 ESTABLECIDO EN EL EXPEDIENTE RESPECTIVO Y EN VIRTUD DE LO  
 DISPUESTO POR LA LEY 24.481 (T.O.1996), Y SU DECRETO  
 REGULATIVO (DECRETO 260/96, ANEXO II), EXTIENDE EN  
 VIRTUD DE LA NACION ARGENTINA EL PRESENTE TITULO A  
 LA ADMINISTRACION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

QUE ACREDITA LA CONCESION DE PATENTE DE INVENCION  
 SOBRE: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE POLVOS DE OXIDOS  
 METALICOS A PARTIR DE LA DESNITRACION DE SOLUCIONES  
 NITRICAS Y EQUIPO DE DESNITRACION PARA REALIZARLO  
 CUYA DOCUMENTACION ANEXA ES COPIA FIEL DE LA DEPOSITADA  
 EN EL INSTITUTO NACIONAL DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL  
 CONFORME A LO ESTABLECIDO EN EL ART. 35 DE LA LEY 24.481  
 (DECRETO 260/96 - ANEXO I), EL TERMINO POR EL QUE SE  
 ACUERDA LA PATENTE ES POR VEINTE AÑOS IMPRRORROGABLES  
 CONTADOS A PARTIR DE LA PRESENTACION DE LA SOLICITUD, POR  
 LO CUAL EXPIRARA EL DIA:  
 29 DE AGOSTO DE 2017

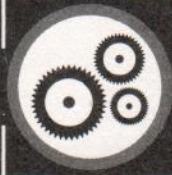
BUENOS AIRES, 29 DE MAYO DE 2009

Dr. EDUARDO ARIAS  
 COMISARIO  
 Administración Nacional de Patentes

S  
C  
I  
O  
T  
A



INSTITUTO NACIONAL DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL  
 ARGENTINA



Patentes de Invención  
 Modelos de Utilidad



Marcas



Modelos y Diseños  
 Industriales



Transferencia de  
 Tecnología



Información  
 Tecnológica

(19)



República Argentina  
Ministerio de Economía y Producción  
Secretaría de Industria, Comercio y de la  
Pequeña y Mediana Empresa  
Instituto Nacional de la Propiedad Industrial

(11) No de Publicación:

**AR 009481 A1**

(41) Fecha de Publicación:

**26.04.2000**

(51) Int. Cl:

**C04B35/51; B22F9/16;  
B22F9/18; G21C3/62;**

(12)

## Solicitud de Patente Independiente

(21) No de Solicitud: **P970103942**

(71) Solicitantes: **COMISION NAC DE EN ATOMICA [AR]**

(22) Fecha de Solicitud: **29.08.1997**

(72) Inventor/es:

(30) Prioridad/es: **1997P103942 AR 29.08.1997**

(54) **Título:**

**PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE POLVOS DE  
OXIDOS METALICOS A PARTIR DE LA DESNITRACION  
DE SOLUCIONES NITRICAS Y EQUIPO DE DESNITRACION  
PARA REALIZARLO**

(57) **Resumen:**

Consiste en un procedimiento para la obtencion de polvos de oxidos metálicos para compuestos cerámicos a partir de la desnitration de soluciones ácidas, que comprende las etapas de determinar la concentracion y ajustarla a un nivel de acidez apropiado, desnitration de las soluciones ácidas, calcinacion, prensado y sinterizado

realizando la etapa de desnitration con control de la presion dentro del recipiente donde se lleva a cabo la misma, dentro de un rango de presiones establecido por debajo de la presion atmosférica y en particular entre 720 y 400 mm de Hg.

Otro aspecto es un equipo de desnitration, para desarrollar la etapa de desnitration del procedimiento, que consta de un recipiente reactor de desnitration (9), ubicado dentro de un horno a microondas (8), con un conducto de salida conectado a un condensador (10) asociado a un colector de condensados (11) y una bomba de vacío (13) colocada a la salida. El equipo contiene un vacuometro (14) y una válvula para el control de la presion (15). La aplicacion es la obtencion de oxidos metálicos en forma de polvo de grado cerámico para la fabricacion de materiales combustibles nucleares o elementos cerámicos, tales como varistores, superconductores y sensores, con un tamaño medio de partículas inferior a los 0,7 micrones.

(19) País ARGENTINA

(21) N° de Solicitud: PP70103242

(12) Tipo de Solicitud:

Invención (A)

Primaria (1)

Adicional (2)  
(Perfeccionamiento)  
a la Patente N°:

(11) N° de Patente: \_\_\_\_\_

(72) Inventor: **MARCHI Daniel  
LORENZO Viviana  
ÁVILA Alcira**

(74) Agente: \_\_\_\_\_

(19) <u>AR</u>	(12) <u>A</u>	(41) Disp.	D	M	A	<u>Int 017</u> <u>CO4835/51</u> <u>B22F 9/11B, 9/116</u>
(21)		(22) Sol.	<u>29</u>	<u>8</u>	<u>07</u>	
(11)		(24) Vig.				
(30) <input type="checkbox"/> Prioridad			D	M	A	<u>G21C 3/62</u>
Pais N°:						

(71) Solicitante: **Comisión Nacional de Energía Atómica**

Dirección: Av. del Libertador 8250, Capital Federal.

País: República Argentina

(54) Título: **"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE POLVOS DE ÓXIDOS METÁLICOS A PARTIR DE LA DESNITRACIÓN DE SOLUCIONES NÍTRICAS Y EQUIPO DE DESNITRACIÓN PARA REALIZARLO"**

(57) Resumen o palabras clave y dibujo o fórmula:

RESUMEN

La invención consiste en un procedimiento para la obtención de polvos de óxidos metálicos para compuestos cerámicos a partir de la desnitración de soluciones ácidas, que comprende las etapas de determinar la concentración y ajustarla a un nivel de acidez apropiado, desnitración de las soluciones ácidas, calcinación, prensado y sinterizado; realizando la etapa de desnitración con control de la presión dentro del recipiente donde se lleva a cabo la misma, dentro de un rango de presiones establecido por debajo de la presión atmosférica y en particular entre 720 y 400 mm de Hg.

Otro aspecto de la invención es un equipo de desnitración, para desarrollar la etapa de desnitración del procedimiento, que consta de un recipiente reactor de desnitración (9), ubicado dentro de un horno a microondas (8), con un conducto de salida conectado a un condensador (10) asociado a un colector de condensados (11) y una bomba de vacío (13) colocada a la salida. El equipo contiene un vacuómetro (14) y una válvula para el control de la presión (15).

La aplicación de la presente invención es la obtención de óxidos metálicos en forma de polvo de grado cerámico para la fabricación de materiales combustibles nucleares o elementos cerámicos, tales como varistores, superconductores y sensores, con un tamaño medio de partículas inferior a los 0,7 µm.

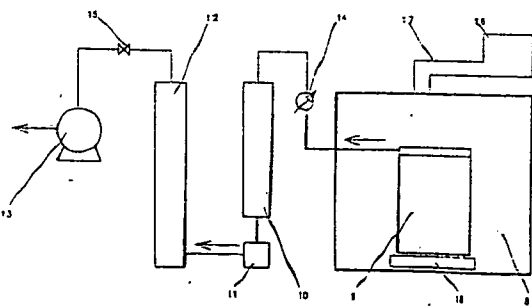


Figura 3

Documentos citados:

US 5.219.829, US 5.278.379,  
US 4.439.402, US 4.364.859,  
US 5.278.379 y US 4.439.402.

*Lozano*

AR 009481 A1 26/04/00

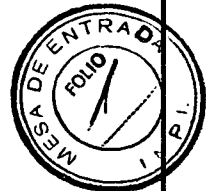
TF: 28/08/00

TF: 29/08/00

Secretaria de Coordinacion  
Administ. Legal y Tecnica  
Delegacion B.O. SECRETARIA

TIH:03 OPE:15  
Nr:00061539  
RUB: 262

INSTITUTO NACIONAL DE LA  
PROPIEDAD INDUSTRIAL (I.N.P.I.)



97 AGO 29 12:09  
Fecha de Presentación

MESA DE ENTRADAS

REPUBLICA ARGENTINA (AR)



I.N.P.I.

SOLICITUD DE:

PATENTE DE INVENCION:

CERTIFICADO DE MODELO DE UTILIDAD

I. Solicitante:

Acta N°:

1) Apellido y Nombre/Denominación o Razón Social:

**Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA)**

**P 97 01 039 4 2**

2) Documento de Identidad:

Estado Civil:

Nupcias:

Nombre del Cónyuge:

3) Caja de Jubilacion o AFJP:

N° de CUIL o CUIT:

IVA:

4) Inscripto en el Registro Industrial de la Nación (Decreto-Ley 19.971/72) N°

5) Domicilio Real: Av. del Libertador N° 8250, Capital Federal, República Argentina

Legal: el mismo.

II. Objeto

6) Titulo de la Invención: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE POLVOS DE ÓXIDOS METÁLICOS A PARTIR DE LA DESNITRACIÓN DE SOLUCIONES NÍTRICAS Y EQUIPO DE DESNITRACIÓN PARA REALIZARLO"

7) Carácter de la Patente:

a) Definitiva, por el término de 20 años

b) Adicional a la Patente N°

8) Ley 17.011 Fecha Prioridad:

País

N°

III. Documentación acompañada

9) Se acompaña:

a) Comprobante pago servicio requerido

b) Formulario anexo en duplicado

c) Carátula en duplicado

- d) Memoria descriptiva en duplicado
- e) Reivindicaciones en duplicado firmadas
- f) 2 copias de la 1° reivindicación - Resumen
- g) Dibujos en triplicado
- h) Número de planchas
- i) Reducciones
- j) Copia certificada (Ley 17.011)
- k) Documento de Cesión
- l) Dibujos informales

IV. Sociedades - Organismo descentralizado del Estado, Dependiente del Ministerio de Educación

10) Sociedad, representada por: Ing. Jorge Aníbal FERNÁNDEZ

quién declare bajo juramento que inviste el caracter de Representante que su mandato se encuentra vigente y que la Sociedad se halla inscrita en

Fecha                      N°                      F°                      Lib.                      T°

V. Mandato

11) Poder inscripto en: Resolución CNEA N° 60/96      Registrado en el INPI bajo N°.

Otro Registro:                      N°:

12) En este acto, se autoriza a:

13) Se acompaña poder - Resolución CNEA N° 60/96     

14) Caja Jubilación o AFJP .                      N° CUIL O CUIT:

15) Agente N°:

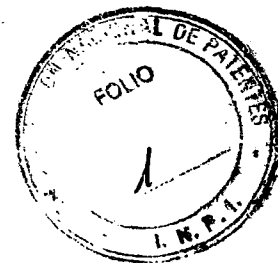
VI. Declaración:

16) A los efectos del Decreto sin número del 7 de Junio de 1901 (sobre patentabilidad en el extranjero) manifiesta que el invento **no** ha sido patentado en el extranjero

VII. Observaciones: \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_  
(Firma del autorizado)

  
\_\_\_\_\_  
(Firma del solicitante)  
Ing. Jorge Aníbal FERNÁNDEZ  
Responsable de Patentes - CNEA



# *Memoria Descriptiva* *de la Patente de Invención*

denominada

“PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE POLVOS DE  
ÓXIDOS METÁLICOS A PARTIR DE LA DESNITRACIÓN  
DE SOLUCIONES NÍTRICAS Y EQUIPO DE  
DESNITRACIÓN PARA REALIZARLO”

Solicitada por

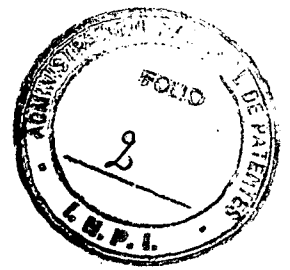
Comisión Nacional de Energía Atómica, residente en  
Av. del Libertador 8250, Capital Federal, República Argentina.

Inventor: Daniel MARCHI

Viviana LORENZO

Alcira ÁVILA

Por el plazo de 20 años



La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de polvos de óxidos metálicos para compuestos cerámicos a partir de la desnitración directa de soluciones nítricas y un equipo desnitrador para desarrollar la etapa de desnitración del procedimiento mencionado, usando un horno a microondas.

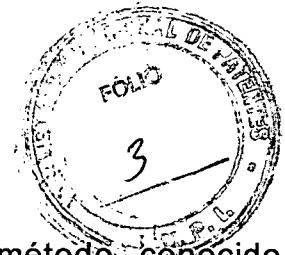
En particular dicho procedimiento y dicho equipo se pueden usar para la obtención de polvos de grado cerámico de materiales combustibles nucleares a partir de la desnitración directa de soluciones nítricas. Otra aplicación es la obtención de óxidos metálicos en forma de polvo para la fabricación de elementos cerámicos, tales como varistores, superconductores y sensores.

La desnitración directa usando microondas ha sido (y está siendo) utilizada en Japón para la obtención de óxidos mixtos a partir de soluciones nítricas de uranio y plutonio. Dichos óxidos resultan aptos para la fabricación de elementos combustibles con diferentes concentraciones de plutonio.

Algunos estudios se han realizado también en Canadá aplicando este método a soluciones de uranio y torio, comparándolo con el método de desnitración directa convencional.

También algunos tests fueron llevados a cabo en el Institute of Nuclear Energy Technology de China con soluciones de tierras raras y de nitrato de uranilo, como simulador del nitrato de plutonilo para la obtención de un óxido de plutonio apto para ser usado en combustibles nucleares.

Las patentes norteamericana US 5.219.829, reivindica la utilización de este método para la obtención de óxidos metálicos, las patentes US 5.278.379, US 4.439.402, US 4.727.231, US 4.563.335 y EP 590.411 usan diferentes dispositivos y las patentes US 4.364.859, US 5.278.379 y US 4.439.402 incluyen el tratamiento de sustancias radiactivas. Las patentes mencionadas, o bien incluyen una etapa de molienda para conseguir un polvo de granulometría adecuada, o bien reivindican equipamientos y



dispositivos que mejoran la operatividad del método conocido y su aplicación a mayor escala.

Para la obtención de óxidos metálicos en forma de polvo para la fabricación de elementos cerámicos (tales como varistores, sensores, elementos combustibles nucleares, etc.), se han desarrollado diversas vías alternativas con el objetivo de obtener una alta performance de dichos elementos.

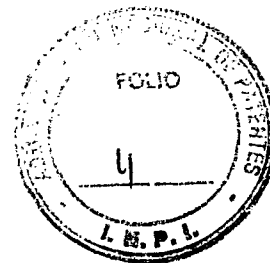
Tal performance se basa, esencialmente, tanto en la homogeneidad de la estructura del cerámico obtenido (muy especialmente cuando se trata de óxidos mixtos), como en la densidad final del mismo. Esto, como es conocido, depende fundamentalmente del polvo de partida, el cual debe contar ya con las características de homogeneidad y sinterabilidad apropiadas. En especial, se requiere para ésta última, una alta actividad durante el sinterizado, la cual es posible obtener a través de un polvo extremadamente fino.

Así, por ejemplo, una de las condiciones básicas exigidas a todo polvo proveniente de un proceso de conversión para que sea apto para la fabricación de combustibles nucleares, es la posibilidad de obtener a partir de él un cerámico de alta densidad, acorde con los valores especificados para cada caso.

Este hecho puede ser modificado a través de las distintas etapas que componen la fabricación de una pastilla sinterizada desde la preparación de la solución hasta su recocido a alta temperatura.

Entre los múltiples factores que intervienen en la obtención de la alta densidad citada, la distribución del tamaño de partículas que componen el polvo, constituye una característica relevante para el logro del objetivo apuntado.

Por ello es que, todos los antecedentes y patentes citadas y referidos a este tema, incluyen una etapa de molienda para conseguir un polvo de granulometría adecuada para su apropiada sinterabilidad, y



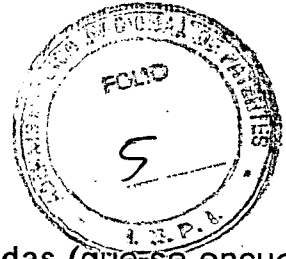
obtener con ello la densidad deseada. En especial, para el caso de combustibles nucleares cuando la pastilla combustible debe superar el 94,9% de la densidad teórica, como en el caso de la Patente US 4.364.859 donde el polvo de  $UO_2$ , es molido cinco horas en un molino a bolas para obtener pastillas con el 96% de la densidad teórica. Por ejemplo 94,9% es el límite inferior para la especificación de pastillas para combustibles nucleares en la Central Atucha I de la Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA). Tampoco se hace referencia en ellos a algunas condiciones del proceso de desnitración (como por ejemplo las condiciones de depresión impuestas al recipiente donde se efectúa la desnitración para la evacuación de los gases nitrosos generados) que según nuestros estudios son importantes para definir ciertas características decisivas del producto final.

La utilización de esta etapa de molienda trae consigo tanto el incremento del costo global del método, como dificultades operativas (especialmente relevantes en el trabajo con plutonio) que surgen del hecho de trabajar con sustancias pulverulentas de tamaño medio de partículas inferior al micrón.

Las técnicas alternativas usadas se dividen en las llamadas húmedas (como la coprecipitación y el proceso sol-gel), y las secas (como la mezcla mecánica y la co-molienda).

Básicamente, las primeras presentan desventajas operativas que se vinculan tanto a las dificultades de control de los procesos, como a la cantidad de etapas necesarias, lo que trae aparejado un consecuente incremento de los costos.

Las segundas, que involucran procesos mecánicos, además de los inconvenientes operativos citados en el caso de sustancias radiactivas, presentan problemas para lograr una adecuada homogeneidad o, en algunos casos, introducen modificaciones en las propiedades mecánicas y/o eléctricas del cerámico obtenido.



Por ello la desnitración directa usando microondas (que se encuentra entre las técnicas llamadas húmedas) se ha desarrollado como método alternativo de fácil operatividad, para obtener un buen producto final. Sin embargo, como fue dicho, de subsistir una etapa de molienda en el proceso, subsisten los inconvenientes antes apuntados.

En la Patente US 5.219.829 se propone un proceso de desnitración directa con microondas para asegurar homogeneidad y un tamaño medio de partículas adecuado en diversos óxidos metálicos utilizados en la industria convencional (no nuclear) que, aparentemente, evita para esos materiales una etapa de calcinación y otra de molienda intensa, aunque es necesaria una etapa de molienda. Para ello, se recurre al agregado de un dispositivo de goteo continuo, el cual presenta mayor probabilidad de complicaciones operativas, y el lógico incremento del costo del aparato de desnitración.

En general, la obtención de elementos cerámicos por este método, incluye un número de etapas comunes, entre las que se encuentran la desnitración propiamente dicha, la calcinación (o calcinación - reducción), la molienda, el compactado del polvo y el sinterizado.

En ninguno de los antecedentes mencionados se controla la presión dentro del recipiente de desnitración como forma de modificar el tamaño de partículas y la actividad del polvo obtenido. Además, en los mismos, no se focaliza en la calidad del  $UO_2$  obtenido, que es el objeto de la invención.

La solución propuesta consiste básicamente en fijar un rango de presiones dentro del recipiente donde se realiza la desnitración, para asegurar un producto de granulometría adecuada para la obtención de polvos aptos para la fabricación de elementos cerámicos. En efecto, un rango de presiones medido entre 720 y 400 mm de Hg permite, por ejemplo, permite obtener un tamaño medio de partículas de dióxido de uranio inferior a los 0,7  $\mu m$ , y por ende densidades de pastillas combustibles superiores al 95% de la densidad teórica. Esto es posible de



controlar a través del sistema extractor de los gases generados durante el proceso de desnitración.

Así, la etapa de molienda resulta innecesaria dentro del método de obtención, con los beneficios económicos, de operatividad y seguridad ya apuntados.

La novedad de la invención radica en el proceso mismo de desnitración con control de la presión dentro del recipiente donde se lleva a cabo este proceso dentro de un rango establecido por debajo de la presión atmosférica, esta etapa es la que se desea proteger, puesto que en ella se fijan las características básicas del material que condicionan la calidad del cerámico sinterizado, evitando la posterior etapa de molienda.

El proceso propuesto, al igual que el convencional, puede ser utilizado en la obtención de polvos de  $UO_2$  para la fabricación de pastillas combustibles dentro de las especificaciones requeridas según el tipo de reactor; y en especial en la obtención de cerámicos de este material con alta densidad.

Para poder llevar a cabo la etapa de desnitración del proceso de la invención es necesario contar con un equipo que permita realizar las distintas etapas. Para ello dicho equipo contiene un medio de calentamiento, por ejemplo un horno a microondas, un recipiente reactor de desnitración ubicado dentro de un horno calefactor, un conducto de salida de los vapores y gases generados conectado a la salida de dicho recipiente reactor de desnitración, una bomba de vacío colocada a la salida del equipo desnitador, un medio de medida de la presión existente dentro del recipiente reactor de desnitración, por ejemplo un vacuómetro, un medio de control de la presión (inferior a la atmosférica) dentro del recipiente donde se lleva a cabo el proceso, por ejemplo una válvula aguja. El flujo que sale del recipiente reactor de desnitración pasa a un condensador y un colector de condensados. Eventualmente puede tener un dispositivo de retención de gases, como ser una columna lavadora, dispuesto entre el colector de condensados y la bomba de vacío.



El objetivo principal del procedimiento para la obtención de polvos de óxidos metálicos para compuestos cerámicos de la invención es evitar la etapa de molienda posterior a la etapa de desnitración, mediante una etapa de desnitración directa de soluciones nítricas con control de la presión dentro del recipiente donde se lleva a cabo la misma, dentro de un rango establecido por debajo de la presión atmosférica.

Un segundo objetivo del procedimiento para la obtención de polvos de óxidos metálicos para compuestos cerámicos de la invención es definir ese rango de presiones entre 720 y 400 mm de Hg.

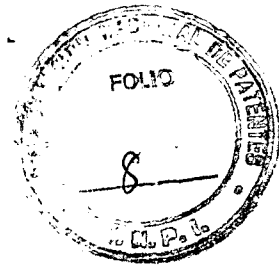
Un tercer objetivo del procedimiento de la invención es obtener un tamaño medio de partículas de dióxido de uranio, u otro material cerámico, inferior a los 0,7  $\mu\text{m}$ , y por ende densidades superiores al 95% de la densidad teórica.

Un objetivo adicional de la invención es obtener un equipo desnitrador para desarrollar la etapa de desnitración del procedimiento mencionado, usando un horno a microondas como medio de calentamiento y una bomba de vacío, con control de la presión (inferior a la atmosférica) dentro del recipiente donde se lleva a cabo el proceso.

Una aplicación de la presente invención es su utilización en la obtención de polvos de grado cerámico de materiales combustibles nucleares.

Otra aplicación es la obtención de óxidos metálicos en forma de polvo para la fabricación de elementos cerámicos, tales como varistores, sensores, superconductores, etc.

A fin de una mejor comprensión de la presente invención y mayor entendimiento de las ventajas comentadas, más las que los entendidos en la especialidad podrán agregar, se realiza a continuación la descripción detallada del procedimiento para la obtención de polvos de óxidos metálicos para compuestos cerámicos de la invención y de un ejemplo preferido de realización del equipo desnitrador para desarrollar la etapa de



desnitración del procedimiento de la presente invención, en base a los dibujos adjuntos, en los cuales:

La figura N° 1 muestra un diagrama de flujo del proceso conocido por el arte previo a la invención.

La figura N° 2 muestra un diagrama de flujo del proceso, según la invención.

La figura N° 3 muestra un esquema del ejemplo preferido de realización del equipo desnitrador para desarrollar la etapa de desnitración del procedimiento de la presente invención.

Para la descripción del procedimiento para la obtención de polvos de óxidos metálicos para compuestos cerámicos de la invención, analizaremos en particular la obtención de pastillas combustibles sinterizadas que cumplan con las especificaciones requeridas para cada reactor (a partir de soluciones nítricas desnitradas por microondas).

Como se ve en la Figura 1, el proceso conocido por el arte previo a la invención involucra las siguientes etapas:

(1) Preparar la solución nítrica que contiene el (o los) actínido (s) en una determinada concentración y que es ajustada a un nivel de acidez apropiado.

(2) Someter la solución nítrica a una etapa de desnitración que es producida por la evaporación del ácido nítrico y por la descomposición de los nitratos presentes. Como resultado de ello se obtiene un producto esponjoso, frágil, de baja densidad y muy poroso que es fácilmente removible del recipiente que lo contiene y que está formado tanto por óxidos como por nitratos hidratados de los actínidos presentes.

(3) En una segunda instancia y luego de ser disgregado en un mortero se procede a su calcinación para remover los gases nitrosos residuales y, en caso de contener uranio, se lo reduce posteriormente para llevar a éste a la forma de dióxido.



(4) Convencionalmente el óxido obtenido (sea mixto o no) es sometido a una etapa de molienda para conseguir la granulometría adecuada para hacerlo sinterizable y poder obtener pastillas con las densidades requeridas.

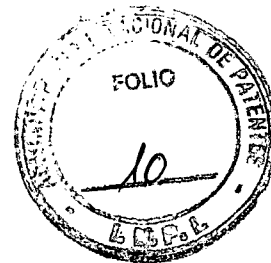
Las etapas siguientes de prensado (5) y sinterizado (6) son las utilizadas industrialmente para la fabricación de este tipo de combustibles.

En la figura N° 2 se observa un diagrama de flujo del proceso, según la invención. Como fue dicho, ninguno de los procedimientos conocidos por el arte previo hace referencia a las condiciones de presión dentro del reactor, y recurren a la etapa de molienda (4) como modo de controlar la granulometría del polvo dentro de valores submicrónicos. Sin embargo lo que se propone en la invención, es fijar las condiciones de presión, dentro de un rango inferior a la presión atmosférica, durante la etapa de desnitración (2') que permitan obtener polvos con las características deseadas sin recurrir a la molienda, suprimiendo una etapa al proceso convencional.

En consecuencia, el procedimiento para la obtención de polvos de óxidos metálicos para compuestos cerámicos a partir de la desnitración directa de soluciones ácidas de la invención se caracteriza porque la etapa de desnitración (2') se realiza a presión controlada dentro de un rango inferior a la presión atmosférica, preferentemente entre 720 y 400 mm de mercurio. Las etapas 1, 3, 5 y 6 se realizan de la misma manera que en los procedimientos convencionales de la figura N° 1.

De acuerdo a lo mencionado, el procedimiento de la invención descrito, que se puede observar en la Figura 2, involucra las siguientes etapas:

(1) Preparar la solución nítrica que contiene el (o los) actínido (s) en una determinada concentración y que es ajustada a un nivel de acidez apropiado.



(2) Someter la solución nítrica a una etapa de desnitración, que se realiza a presión controlada dentro de un rango inferior a la presión atmosférica, preferentemente entre 720 y 400 mm de mercurio.

(3) En una segunda instancia y luego de ser disgregado en un mortero se procede a su calcinación para remover los gases nitrosos residuales y, en caso de contener uranio, se lo reduce posteriormente para llevar a éste a la forma de dióxido. Como resultado de ello se obtiene un producto con granulometría del polvo dentro de valores submicrónicos.

Las etapas siguientes de prensado (5) y sinterizado (6) son las utilizadas industrialmente para la fabricación de este tipo de combustibles.

En la figura Nº 3 se puede observar un esquema de un ejemplo de realización del equipo desnitrador para desarrollar la etapa de desnitración del procedimiento para la obtención de polvos de óxidos metálicos a partir de la desnitración directa de la invención.

La desnitración propiamente dicha, se lleva a cabo por medio de dicho equipo. Así, la solución nítrica debidamente acondicionada es colocada dentro de un recipiente reactor de desnitración (9) ubicado dentro del horno a microondas (8), sobre el soporte (18). Dicho recipiente reactor de desnitración (9) tiene una tapa, la cual posee un conducto de salida de los vapores y gases generados. Los mismos atraviesan un condensador (10), pudiéndose coleccionar (y recuperar) en un recipiente colector de condensados (11) los vapores de ácido nítrico producidos. Aquellos vapores no condensados y los gases nitrosos generados durante la descomposición pasan luego por una columna lavadora de retención (12), donde son disueltos para evitar su salida al medio ambiente.

El sentido de circulación de vapores y gases es determinado por una bomba de vacío (13) colocada a la salida del sistema de desnitración. Dicha bomba es la responsable de una presión inferior a la atmosférica dentro del recipiente reactor de desnitración (9), la cual puede ser medida a través del vacuómetro (14) y controlada por medio de una válvula aguja



(15) intercalada entre la columna lavadora de retención (12) y la bomba de vacío(13).

La energía para el horno a microondas (8) es generada en la unidad generadora de microondas (16) y conducida por la guía de ondas (17) en forma de ondas electromagnéticas (de 2450 Mhz de frecuencia aproximadamente).

Para mayor aclaración de la presente invención, y la manera que la misma ha de ser llevada a la práctica, se explica a continuación un ejemplo de realización del procedimiento de la invención:

Partiendo de pastillas sinterizadas de pureza nuclear se preparó una solución de nitrato de uranilo con una concentración de uranio de 270 g/l y acidez 1 molar (etapa 1).

Un volumen de 0,25 litros de dicha solución, contenido en un recipiente de vidrio Pyrex, fue desnitrado en un horno de microondas (frecuencia 2.450 Mhz, potencia 600 watts) durante 40 minutos (etapa 2'). La presión medida en el sistema fue de 476 mm Hg.

El producto obtenido fue disgregado por mortereado manual para, posteriormente, ser sometido a los procesos convencionales ya conocidos: calcinación en aire durante 2 horas a 670 °C y reducción durante 1 hora a la misma temperatura en atmósfera de  $N_2/H_2$ , resultando el tamaño medio de partícula del  $UO_2$  de 0.5  $\mu m$  (etapa 3).

El polvo fue compactado a una presión de 2 Tn/cm<sup>2</sup> bajo la forma de pastillas cilíndricas (etapa 5).

Las mismas fueron finalmente sinterizadas en atmósfera de  $Ar/H_2$  a 1650 °C durante 2 horas, resultando una densidad del 96,9% de la teórica con una dispersión del 0,1% (etapa 6).

Siguen 9 reivindicaciones en página 12.



## REIVINDICACIONES

Habiendo descripto y determinado la naturaleza y alcance de la presente invención, y la manera que la misma ha de ser llevada a la práctica, se declara lo que se reivindica como invención y de propiedad exclusiva:

1) Procedimiento para la obtención de polvos de óxidos metálicos para compuestos cerámicos a partir de la desnitración de soluciones nítricas, que comprende las etapas de preparar la solución nítrica, desnitración de la solución nítrica, calcinación, prensado y sinterizado caracterizado porque la etapa de desnitración de la solución nítrica se realiza con control de la presión dentro del recipiente donde se lleva a cabo la misma, dentro de un rango de presiones establecido por debajo de la presión atmosférica.

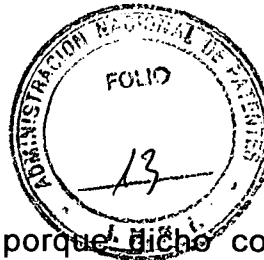
2) Procedimiento para la obtención de polvos de óxidos metálicos para compuestos cerámicos a partir de la desnitración de soluciones nítricas, según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho rango de presiones es establecido entre 720 y 400 mm de Hg.

3) Procedimiento para la obtención de polvos de óxidos metálicos para compuestos cerámicos a partir de la desnitración de soluciones nítricas, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque dicho compuesto cerámico a obtener es dióxido de uranio.

4) Procedimiento para la obtención de polvos de óxidos metálicos para compuestos cerámicos a partir de la desnitración de soluciones nítricas, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque dicho compuesto cerámico a obtener es utilizado para la fabricación de un varistor.

5) Procedimiento para la obtención de polvos de óxidos metálicos para compuestos cerámicos a partir de la desnitración de soluciones nítricas, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque dicho compuesto cerámico a obtener es utilizado para la fabricación de un sensor.

6) Procedimiento para la obtención de polvos de óxidos metálicos para compuestos cerámicos a partir de la desnitración de soluciones nítricas,



según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque dicho compuesto cerámico a obtener es utilizado para la fabricación de un superconductor.

7) Equipo de desnitración para desarrollar la etapa de desnitración del procedimiento de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque consta de un recipiente reactor de desnitración (9) ubicado dentro de un horno a microondas (8), un conducto de salida de los vapores y gases generados conectado a la salida de dicho recipiente reactor de desnitración (9) y a un condensador (10), cuya salida se conecta a un colector de condensados (11), conectado éste a una bomba de vacío (13) colocada a la salida del equipo desnitador (9), contando el equipo con un medio de medida de la presión existente (14) dentro del recipiente reactor de desnitración (9) y un medio de control (15) de la presión inferior a la atmosférica.

8) Equipo de desnitración, según la reivindicación 7, caracterizado porque entre dicho colector de condensados (11) y dicha bomba de vacío (13) está conectado un dispositivo de retención de gases (12).

9) Equipo de desnitración, según las reivindicaciones 7 y 8, caracterizado porque dicho medio de medida de la presión existente dentro del recipiente reactor de desnitración es un vacuómetro (14) y dicho medio de control de la presión inferior a la atmosférica es una válvula (15).

Ing. Jorge Aníbal Fernández  
Responsable de Patentes  
Comisión Nacional de Energía Atómica

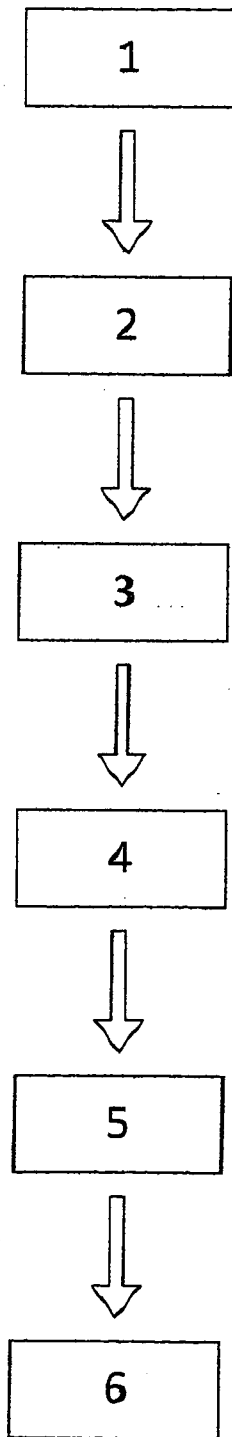


Figura 1  
Arte Previo

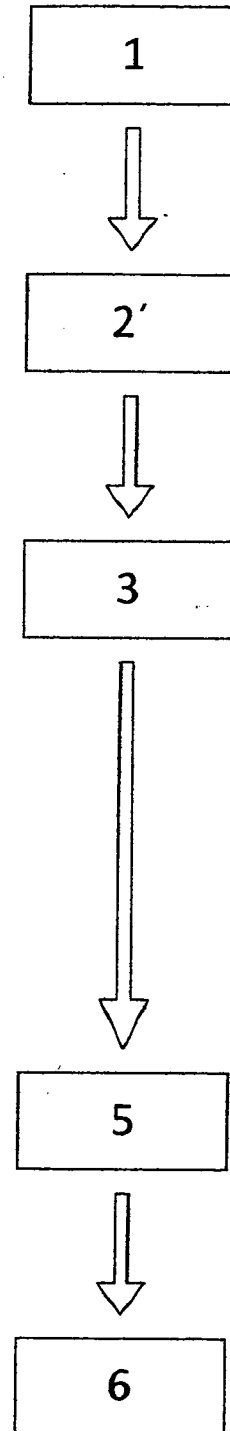


Figura 2

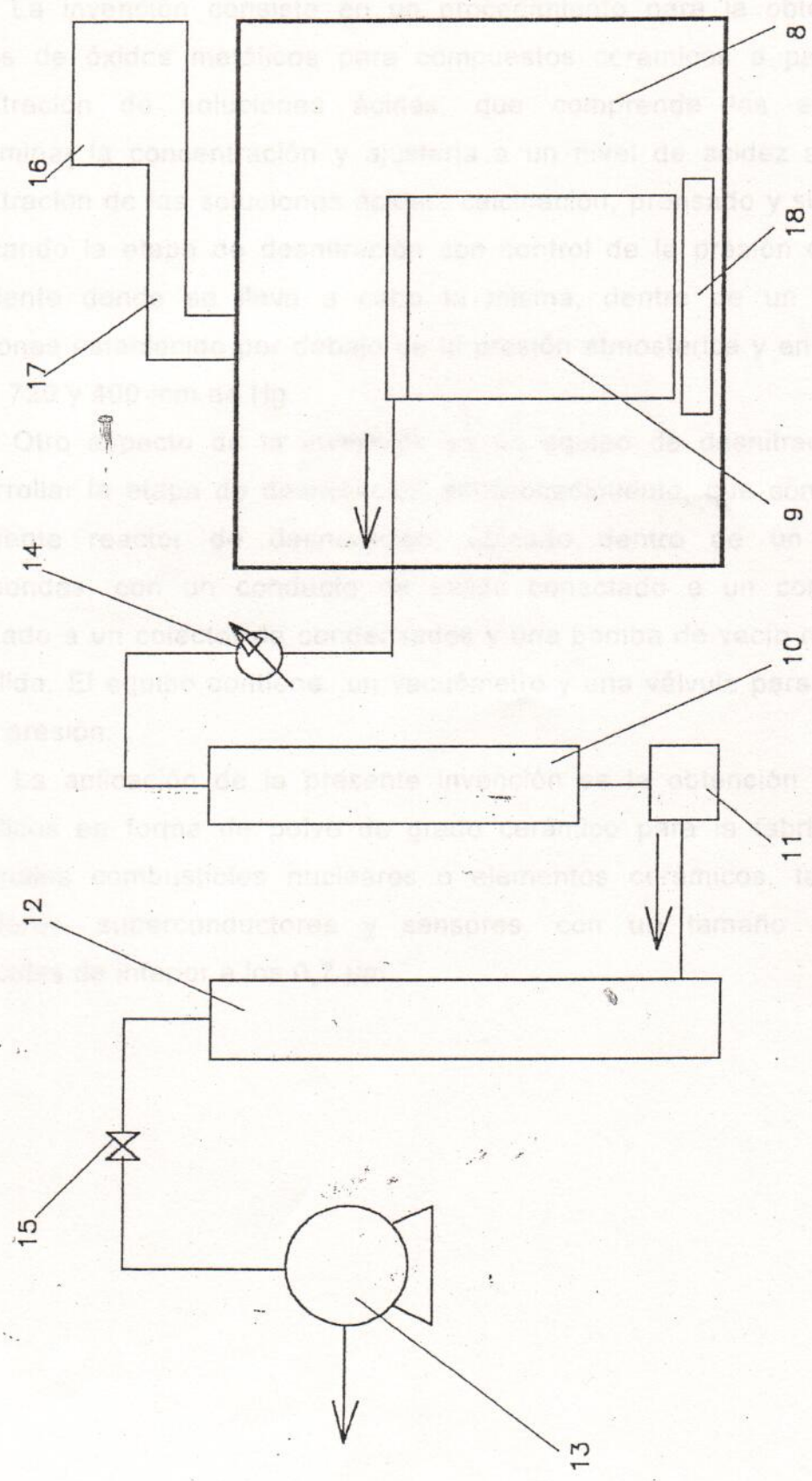


Figura 3



### RESUMEN

La invención consiste en un procedimiento para la obtención de polvos de óxidos metálicos para compuestos cerámicos a partir de la desnitración de soluciones ácidas, que comprende las etapas de determinar la concentración y ajustarla a un nivel de acidez apropiado, desnitración de las soluciones ácidas, calcinación, prensado y sinterizado; realizando la etapa de desnitración con control de la presión dentro del recipiente donde se lleva a cabo la misma, dentro de un rango de presiones establecido por debajo de la presión atmosférica y en particular entre 720 y 400 mm de Hg.

Otro aspecto de la invención es un equipo de desnitración, para desarrollar la etapa de desnitración del procedimiento, que consta de un recipiente reactor de desnitración, ubicado dentro de un horno a microondas, con un conducto de salida conectado a un condensador asociado a un colector de condensados y una bomba de vacío colocada a la salida. El equipo contiene un vacuómetro y una válvula para el control de la presión.

La aplicación de la presente invención es la obtención de óxidos metálicos en forma de polvo de grado cerámico para la fabricación de materiales combustibles nucleares o elementos cerámicos, tales como varistores, superconductores y sensores, con un tamaño medio de partículas de inferior a los 0,7  $\mu\text{m}$ .

RESUMEN

La invención consiste en un procedimiento para la obtención de polvos de óxido metálico para compuestos cerámicos a partir de la desnitación de soluciones acidas que comprende las etapas de determinar la concentración y ajustar a un nivel de acidez apropiado; desnitación de las soluciones acidas; calcinación; preñado y sinterización; realizando la etapa de desnitación con control de la presión dentro del recipiente donde se lleva a cabo la misma, dentro de un rango de presiones relacionado por debajo de la presión atmosférica y en particular

LA PRESENTE DOCUMENTACION

CONSTA DE 16 PAGOS Y 1 COPIA

FIEL DE LA QUE OBRAN EN LA

ADMINISTRACION NACIONAL DE

PATENTES.

BUENOS AIRES, 29/05/09

La aplicación de la presente invención es la obtención de óxidos metálicos en forma de polvo de grado cerámico para la fabricación de metales combustibles nucleares o elementos cerámicos tales como ventiladores superconductores y sensores, con un tamaño medio de partículas inferior a los 0,7 micras.



REPÚBLICA ARGENTINA

- (10) PATENTE DE INVENCION
- (11) RESOLUCION NUMERO : AR009481B1
- (24) FECHA DE RESOLUCION : 29/05/2009
- (-- ) FECHA DE VENCIMIENTO : 29/08/2017
- (21) ACTA NUMERO : P19970103942
- (22) FECHA DE PRESENTACION : 29/08/1997
- (51) INT.CL.7 :C04B 35/51, B22F 9/18, 9/16, G21C 3/62
- (30) PRIORIDAD CONVENIO DE PARIS
- (54) TITULO : PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE POLVOS DE OXIDOS METALICOS A PARTIR DE LA DESNITRACION DE SOLUCIONES NITRICAS Y EQUIPO DE DESNITRACION PARA REALIZARLO
- (71) TITULAR :  
COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA  
---- CON RESIDENCIA EN :  
AV. DEL LIBERTADOR 8250, CAP. FED., CAPITAL, País AR
- (74) AGENTE: 0

