

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** (11) **203 963** (13) **U1**

(51) МПК
B01J 13/00 (2006.01)
 (52) СПК
B01J 13/00 (2021.02)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ПОЛЕЗНОЙ МОДЕЛИ К ПАТЕНТУ

Статус: действует (последнее изменение статуса: 10.05.2021)
 Пошлина: учтена за 2 год с 25.09.2021 по 24.09.2022

(21)(22) Заявка: **2020131403**, 24.09.2020(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
24.09.2020Дата регистрации:
29.04.2021

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 24.09.2020

(45) Опубликовано: **29.04.2021** Бюл. № **13**

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **US 20170133110 A1, 11.05.2017. WO 2016002365 A1, 07.01.2016. RU 2109521 C1, 27.04.1998. JP 5728560 B2, 03.06.2015. TAKAGI MASARU ET AL, Development of High Quality Poly(α -Methylstyrene) Mandrels for NIF. Fusion Science and Technology, 2002, 41(3P1), pp. 278-285. ROBERT COOK ET AL, The Development of Plastic Mandrels for Nif Targets, ICF**

Semiannual Report. October 1999 - March 2000. V.1. N1. pp. 1-13. JP 2007056122 A, 08.03.2007. KR 1020140063964 A, 28.05.2014. US 20030230819 A1, 18.12.2003.

Адрес для переписки:

119991, Москва, ГСП-1, Ленинский пр-кт, 53, ФИАН, патентный отдел

(72) Автор(ы):

**Пастухов Александр Валерьянович (RU),
 Акунец Александр Алексеевич (RU),
 Борисенко Наталия Глебовна (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

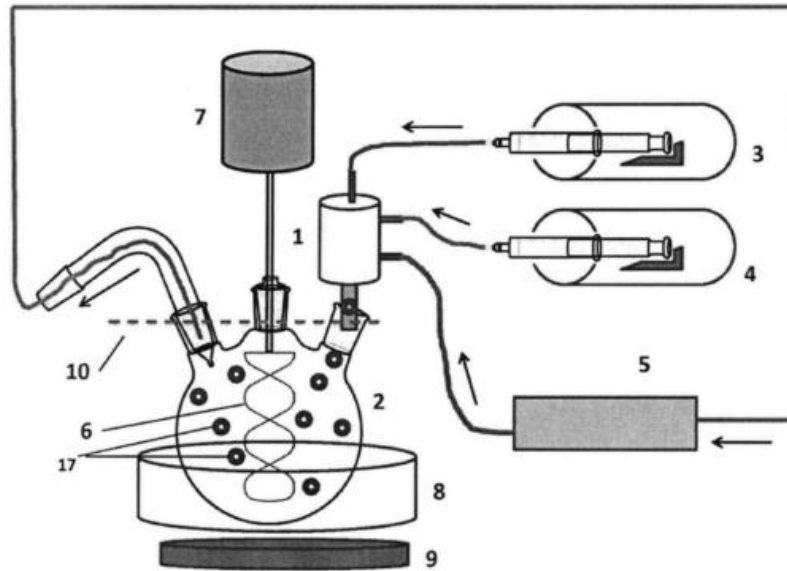
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Физический институт им. П.Н. Лебедева Российской академии наук (ФИАН) (RU)

(54) УСТАНОВКА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ПОЛИМЕРНЫХ МИКРОКАПСУЛ СФЕРИЧЕСКОЙ ФОРМЫ

(57) Реферат:

Полезная модель относится к установке для получения полимерных микрокапсул сферической формы, используемых в качестве контейнеров термоядерного топлива. Установка для получения полимерных микрокапсул 17 сферической формы содержит: капельницу 1, выполненную из помещенных одна в другую внутренней, средней и внешней коаксиальных трубок, средство 3 подачи воды, соединенное со входом внутренней коаксиальной трубки капельницы 1, средство 4 подачи раствора полимера, соединенное со входом средней коаксиальной трубки капельницы 1, средство 5 подачи раствора поверхностно-активного вещества (ПАВ), соединенное со входом внешней коаксиальной трубки капельницы 1, реактор 2, в который сверху введены выходы всех трех коаксиальных трубок капельницы 1, спиральную лопасть мешалки 6, помещенную в реактор 2 и предназначенную для перемешивания его содержимого. Вал двигателя 7 соединен со спиральной лопастью 6 через еще одно горло реактора 2. В реакторе 2 поддерживается уровень 10 раствора ПАВ. Реактор 2 может быть помещен своей нижней частью в емкость 8 с теплоносителем, например водой, где под емкостью 8 установлен регулируемый источник 9 нагрева. Технический результат - повышение количественного выхода капсул-оболочек строго

сферической формы. 6 з.п. ф-лы, 5 ил., 4 пр.



Фиг. 1

Область техники, к которой относится полезная модель

Данная полезная модель относится к области инерциального термоядерного синтеза, а конкретно - к установке для получения полимерных микрокапсул сферической формы, используемых в качестве контейнеров термоядерного топлива.

Уровень техники

Для получения пустотелых полимерных микрокапсул (оболочек), используемых для изготовления мишеней инерциального термоядерного синтеза, используется метод микрокапсулирования, описанный в работе Cook R., Takagi M., McQuillan B., Stephens R. The development of plastic mandrels for NIF targets / ICF Semiannual Report. October 1999 - March 2000. V.1. N1. Lawrence Livermore National Laboratory, Livermore, CA, UCRL-LR-105821-00-1. (<http://www.llnl.gov/nif/icf.html>). В этом методе оболочки в виде капель формируются в трубчатом канале устройства при введении воды в вытекающую из капилляра каплю раствора полимера.

В этом методе получают микрокапсулы размером около 2 мм с толщиной стенок ~ 15 мкм при использовании 8% раствора поли-альфа-метилстирола во фторбензоле. После введения капль-оболочек в водную среду - 2% раствор поливинилового спирта или 0,025-0,00156% раствор полиакриловой кислоты, полученная дисперсия капль перемешивается в горизонтально-ротаторном устройстве до полного затвердевания стенок оболочек в результате испарения органического растворителя фторбензола. Для уменьшения скорости испарения фторбензола из стенок капль-оболочек в емкость с дисперсией этих капль-оболочек непрерывно поступает поток инертного газа в смеси с парами фторбензола. Отверждение стенок оболочек происходит очень медленно, в течение 4 дней. В этом состоит основной недостаток такого метода получения оболочек: небольшой выход оболочек сферической формы. Причина заключается в том, что в процессе испарения растворителя из полимерных стенок капль-оболочки становятся легче, всплывают к поверхности и контактируют друг с другом в условиях плохого перемешивания поверхностного слоя водной фазы. В результате нарушается правильная сферическая форма капль-оболочек и после отверждения стенок образуется много оболочек несферической формы. Также, зачастую образуются склеенные друг с другом капль-оболочки, соединившиеся в поверхностном слое водной фазы, либо просто капль полимера из разрушенной капль-оболочки.

Усовершенствованная схема установки получения полых полимерных оболочек приведена в работе Takagi M., Cook R., McQuillan B., Eisner F., Stephens R., Nikroo A., Gibson J., Paguio S. Development of High Quality Poly(a-Methylstyrene) Mandrels for NIF / Fusion Science and Technology. 2002. V.41. p.278-285. Отличие от предыдущего аналога заключается в разделении процесса получения оболочек на три этапа. На первом этапе осуществляют введение капль-оболочек в водный раствор поверхностно-активного вещества (ПАВ), на втором после ввода капль-оболочек часть раствора ПАВ сливают, а на третьем добавляют раствор другого ПАВ и проводят этап отверждения капль-оболочек в перемешивающем устройстве горизонтально-ротаторного типа. В качестве ПАВ используется поливиниловый спирт и полиакриловая кислота в концентрациях 0,3-2 и 0,05 масс %, соответственно. Второй и третий этапы по данному способу могут быть и иными: раствор ПАВ не сливают, а проводят частичное отверждение капль-оболочек и на третьем этапе добавляют другой ПАВ и проводят процесс отверждения оболочек. Либо так: на втором этапе капль-оболочки отверждаются не полностью, до фиксации сферической формы, затем

полностью удаляется раствор ПАВ, оболочки споласкивают водой, вводят раствор поливинилового спирта и проводят этап окончательного отверждения оболочек.

Использование такого многоэтапного процесса получения оболочек технологически сложно, а нарушение равномерности перемешивания и замена водной фазы не могут не сказаться на качестве получаемых оболочек. При этом, так же, как и в первом аналоге, в условиях горизонтально-роторного перемешивания оболочки могут объединяться в группы в поверхностном слое, что в конечном итоге приводит к нарушению сферичности отдельных оболочек.

Наиболее близким к предложенному техническому решению является установка для получения полых полимерных оболочек методом микро-капсулирования, описанная в заявке США №2017/0133110 (опубл. 11.05.2017). Основным элементом установки является капельница с несколькими коаксиальными каналами, от двух до четырех, для формирования одно- либо двух-трехслойных капсул-оболочек. В центральный канал поступает вода, а в другие коаксиальные каналы - растворы полимеров в органических растворителях. Образование капсулы-оболочки происходит на выходе из каналов в результате наполнения водой капли раствора полимера при постоянной скорости потоков. Капсулы-оболочки, заполненные водой, потоком водного раствора стабилизатора - поверхностно-активного вещества ПАВ (поливинилового спирта или полиакриловой кислоты) перемещаются по транспортной трубке из канала капельницы в стакан с раствором этого стабилизатора. Образование твердых капсул-оболочек происходит при температуре от 20 до 50°C и постоянном перемешивании механической мешалкой с четырьмя лопастями на двух уровнях. Для получения твердых капсул-оболочек, заполненных водой, используется также вариант горизонтального перемешивания дисперсии капсул-оболочек в водной фазе со стабилизатором. При этом сохраняются отмеченные недостатки предыдущих аналогов, вследствие которых основная масса получаемых капсул-оболочек имеет.

Раскрытие полезной модели

Задачей настоящей полезной модели является разработка установки для получения полимерных микрокапсул сферической формы, которая устраняла бы недостатки уровня техники и обеспечивала технический результат в виде повышения количественного выхода капсул-оболочек строго сферической формы.

Для решения этой задачи и достижения указанного технического результата в настоящей полезной модели предложена установка для получения полимерных микрокапсул сферической формы, содержащая: капельницу, выполненную из помещенных одна в другую внутренней, средней и внешней коаксиальных трубок; средство подачи воды, соединенное со входом внутренней коаксиальной трубки этой капельницы; средство подачи раствора полимера, соединенное со входом средней коаксиальной трубки капельницы; средство подачи раствора поверхностно-активного вещества, соединенное со входом внешней коаксиальной трубки капельницы; реактор, в который сверху введены выходы всех трех коаксиальных трубок капельницы; спиральную лопасть мешалки, помещенную в реактор и предназначенную для перемешивания его содержимого.

Особенность настоящей полезной модели состоит в том, что реактор может быть выполнен с возможностью регулируемого подогрева.

При этом реактор может быть помещен своей нижней частью в емкость с теплоносителем, под которой установлен регулируемый источник нагрева.

Другая особенность настоящей полезной модели состоит в том, что средство подачи воды и средство подачи раствора полимера могут быть выполнены в виде шприцевых насосов.

Еще одна особенность настоящей полезной модели состоит в том, что средство подачи раствора поверхностно-активного вещества может быть выполнено в виде плунжерного насоса, предназначенного для подачи раствора поверхностно-активного вещества в капельницу и для откачивания этого раствора из реактора.

При этом на выходе из реактора может быть установлен сетчатый фильтр.

Наконец, еще одна особенность настоящей полезной модели состоит в том, что реактор может быть выполнен практически сферическим.

Краткое описание чертежей

Настоящая полезная модель иллюстрируется приложенными чертежами, на которых одинаковыми ссылочными позициями обозначены одни и те же элементы.

На Фиг. 1 показана схема установки для получения наполненных полимерных капсул-оболочек.

На Фиг. 2 показана схема капельницы, используемой в схеме Фиг. 1.

На Фиг. 3 приведена фотография, иллюстрирующая образование капсулы-оболочки на выходе из коаксиальных трубок капельницы, схема которой приведена на Фиг. 2.

На Фиг. 4 показаны полимерные капсулы-оболочки с внутренней водой после отверждения.

На Фиг. 5 показаны те же полимерные капсулы-оболочки после удаления из них внутренней воды.

Подробное описание полезной модели

Как показано на Фиг. 1, установка для получения наполненных полимерных капсул-оболочек содержит капельницу 1, схема которой показана на Фиг. 2. Капельница 1 выполнена из помещенных одна в другую внутренней коаксиальной трубки 11, средней коаксиальной трубки 12 и внешней коаксиальной трубки 13. На

Фиг. 2 обозначены вход 14 для подачи воды, вход 15 для подачи раствора полимера и вход 16 для подачи раствора поверхностно-активного вещества (ПАВ). Ссылочная позиция 17 указывает формирующиеся капли-оболочки. Фотография на Фиг. 3 иллюстрирует образование капли-оболочки на выходе из коаксиальных трубок капельницы 1.

Как показано на Фиг. 1, установка содержит далее реактор с тремя горлами, в одно из которых введены сверху выходы всех трех коаксиальных трубок капельницы 1. Установка содержит также: средство 3 подачи воды, соединенное со входом 14 внутренней коаксиальной трубки 11 капельницы 1; средство 4 подачи раствора полимера, соединенное со входом 15 средней коаксиальной трубки 12 капельницы 1; средство 5 подачи раствора поверхностно-активного вещества (ПАВ), соединенное со входом 16 внешней коаксиальной трубки 13 капельницы 1. Средство 3 подачи воды и средство 4 подачи раствора полимера могут быть выполнены в виде шприцевых насосов, хотя, как понятно специалистам, они могут иметь и иное выполнение (к примеру, в виде центробежных или вибрационных насосов).

На Фиг. 1 одно из горл реактора 2 показано соединенным со входом средства 5 подачи раствора ПАВ. В этом случае средство 5 подачи раствора ПАВ может быть выполнено в виде плунжерного насоса, предназначенного как для подачи раствора ПАВ во внешнюю коаксиальную трубку 12 капельницы 1, так и для откачивания этого раствора из реактора 2. Специалистам, однако, понятно, что средство 5 подачи раствора ПАВ может иметь и иное выполнение (например, как средства 3 и 4), при этом откачивание раствора ПАВ из реактора 2 может осуществляться отдельным насосом любого типа. В горле реактора 2, через которое производится откачивание раствора ПАВ, может быть установлен сетчатый фильтр, предотвращающий попадание капель-оболочек 17 в канал откачки.

Установка по Фиг. 1 содержит также мешалку со спиральной лопастью 6, помещенную в реактор 2 и предназначенную для перемешивания его содержимого. Приведение спиральной лопасти 6 во вращение осуществляется двигателем 7, обеспечивающим заданную скорость вращения. Вал двигателя 7 соединен со спиральной лопастью 6 через еще одно горло реактора 2.

Спиральная лопасть 6 может быть изготовлена путем перекручивания металлической, пластиковой или стеклянной полосы.

Реактор 2 предпочтительно выполнен практически сферическим, хотя он может иметь и иную - например, цилиндрическую - форму с плавным переходом от стенки к дну. Кроме того, реактор 2 может быть выполнен с возможностью регулируемого подогрева. Для этого реактор 2 может быть помещен своей нижней частью в емкость 8 с теплоносителем (к примеру, водой), под которой установлен регулируемый источник 9 нагрева.

На Фиг. 1 ссылочная позиция 10 указывает уровень жидкости (раствора ПАВ) в реакторе 2.

Функционирование предложенной установки поясняется в нижеследующих примерах осуществления.

Пример 1. Получение сферических полимерных оболочек на основе полистирола.

Линейный полистирол с молекулярной массой 400000 растворяют во фторбензоле в течение суток. Набирают 5 мл полученного 15% раствора в пластиковый шприц. Шприц помещают в зажим шприцевого насоса 4 (типа ДТТТ-08, «Висма-Планар», Беларусь). В другой, аналогичный насос 3 помещают шприц с водой. В качестве внешней жидкой фазы для оболочек используется водный раствор состава: 1,5% поливинилового спирта (молекулярная масса 20000-30000, степень гидролиза 88%), 1% нитрата аммония. Для рециркуляции этого внешнего раствора используется жидкостный насос 5 плунжерного типа, например МС-406 (Чехословакия), соединенный гибкими шлангами со входом 16 капельницы 1 и с трубкой-штуцером отбора раствора из реактора 2, выполненного в данном случае в виде трехгорлой колбы объемом 1 л.

Для образования устойчивых капель-оболочек в коаксиальном канале капельницы 1 раствор полистирола подают насосом 4 со скоростью 1-2 мл/час, вода для наполнения капли-оболочки подается насосом 3 со скоростью 4 мл/час, а раствор для вывода капель-оболочек из капельницы 1 подается насосом 5 со скоростью ~ 150-200 мл/час (при этом поддерживается уровень 10 жидкости в реакторе 2). Скорость вращения мешалки (механическая мешалка IKA EUROSTAR digital) со спиральной лопастью 6 составляет 50-60 об/мин. По окончании ввода капель-оболочек в реактор 2 сливают часть раствора до уровня сферической части реактора 2, удаляют капельницу 1, трубку-штуцер вывода раствора ПАВ из реактора 2 и закрывают оба боковых горла колбы реактора 2 пробками со шлифами. Включают нагрев (9) водного термостата 8, в который погружен реактор 2, и выдерживают дисперсию капель-оболочек в водном растворе при медленном перемешивании (80-100 об/мин) при комнатной температуре 3 суток, затем открывают боковые горла колбы и продолжают перемешивание при 45°C - 2 часа, 55°C 1 час, 60°C 3 часа.

Получающиеся твердые полимерные микрокапсулы 17 с внутренней водой, показанные на фотографии Фиг. 4, по окончании процесса отделяют на сетке из нержавеющей проволоки и несколько раз споласкивают теплой водой. Для более тщательной отмывки от следов поливинилового спирта микрокапсулы 17 переносят в большой стакан с 1-2 литрами теплой воды и осторожно перемешивают спиральной

мешалкой при 50°C в течение 30 мин. Операцию промывки повторяют еще три раза. Микрокапсулы 17 отделяют на металлической сетке и переносят в сушильный шкаф для удаления внутренней воды (40-50°C, ~ 5 суток).

Пример 2. Получение сферических полимерных оболочек на основе поли-альфа-метилстирола.

Методом низкотемпературной катионной полимеризации в присутствии трехфтористого бора в качестве катализатора синтезируют поли-альфа-метилстирол. Полученный полимер с молекулярной массой около 350000 растворяют во фторбензоле (18% раствор) в течение суток. Состав внешней жидкой фазы аналогичен составу по примеру 1. Раствор поли-альфа-метилстирола подают насосом 4 со скоростью 2 мл/час, вода для наполнения капли-оболочки подается насосом 3 со скоростью 5 мл/час, а раствор ПАВ для вывода капле-оболочек из капельницы 1 подается насосом 5 со скоростью ~ 150-200 мл/час. Выдерживают дисперсию капле-оболочек 17 в водном растворе при медленном перемешивании (~ 100 об/мин) до их отверждения при комнатной температуре в течение 3 суток и 5 часов при 50°C.

Дальнейшие операции получения полых микрокапсул 17 проводят по аналогии с примером 1.

Пример 3. Получение сферических полимерных оболочек на основе поли-альфа-метилстирола.

Выполнение проводится аналогично примеру 2, но используется 18% раствор поли-альфа-метилстирола в смеси растворителей: орто-ксилол (1 масс.ч), тетрахлорэтан (0,66 масс.ч.). Раствор поли-альфа-метилстирола подают насосом 4 со скоростью 2 мл/час, вода для наполнения капли-оболочки подается насосом 3 со скоростью 6 мл/час, а раствор ПАВ для вывода капле-оболочек 17 из капельницы 1 подается насосом 5 со скоростью ~ 170-200 мл/час. Боковые горла реактора 2 оставляют открытыми. Режим отверждения капле-оболочек: 30 мин 35°C, 40 мин 40°C, 40 мин 45°C, 30 мин 50°C, 50 мин 55°C, 40 мин 60°C, 45 мин 65°C, 3 часа 70°C.

Дальнейшие операции получения полых микрокапсул проводят по аналогии с примером 1.

Пример 4. Получение сферических полимерных оболочек на основе поли-альфа-метилстирола.

Выполнение проводится аналогично примеру 2, но используется раствор водной фазы состава: 1,7% поливинилового спирта, 1% нитрата натрия и 18% раствор поли-альфа-метилстирола в смеси двух систем растворителей: А: Б=0,84: 0,16. Система А: бензол (1 масс.ч.), дихлорэтан (1,5 масс.ч.). Система Б: орто-ксилол (1 масс.ч.), тетрахлорэтан (0,65 масс.ч.). Раствор поли-альфа-метилстирола подают насосом 4 со скоростью 2 мл/час, вода для наполнения капли-оболочки подается насосом 3 со скоростью 5 мл/час, а раствор ПАВ для вывода капле-оболочек 17 из капельницы 1 подается насосом 5 со скоростью ~ 70 мл/час. Боковые горла реактора 1 оставляют открытыми. Режим отверждения: 60 мин 20-30°C, 30 мин 30°C, 40 мин 30-40°C, 20 мин 40°C, 20 мин 40-50°C, 5 час. 50°C, 3 часа 60°C. Дальнейшие операции получения полых микрокапсул проводят по аналогии с примером 1.

Во всех приведенных примерах выполнения практически все получающиеся микрокапсулы имеют строго сферическую форму, как показано на фотографии Фиг. 5.

Таким образом, установка по настоящей модели обеспечивает достижение технического результата в виде повышения выхода оболочек сферической формы.

Формула полезной модели

1. Установка для получения полимерных микрокапсул сферической формы, содержащая:

- капельницу, выполненную из помещенных одна в другую внутренней, средней и внешней коаксиальных трубок;
- средство подачи воды, соединенное со входом внутренней коаксиальной трубки упомянутой капельницы;
- средство подачи раствора полимера, соединенное со входом средней коаксиальной трубки упомянутой капельницы;
- средство подачи раствора поверхностно-активного вещества, соединенное со входом внешней коаксиальной трубки упомянутой капельницы;
- реактор, в который сверху введены выходы всех трех коаксиальных трубок упомянутой капельницы;
- спиральную лопасть мешалки, помещенную в упомянутый реактор и предназначенную для перемешивания его содержимого.

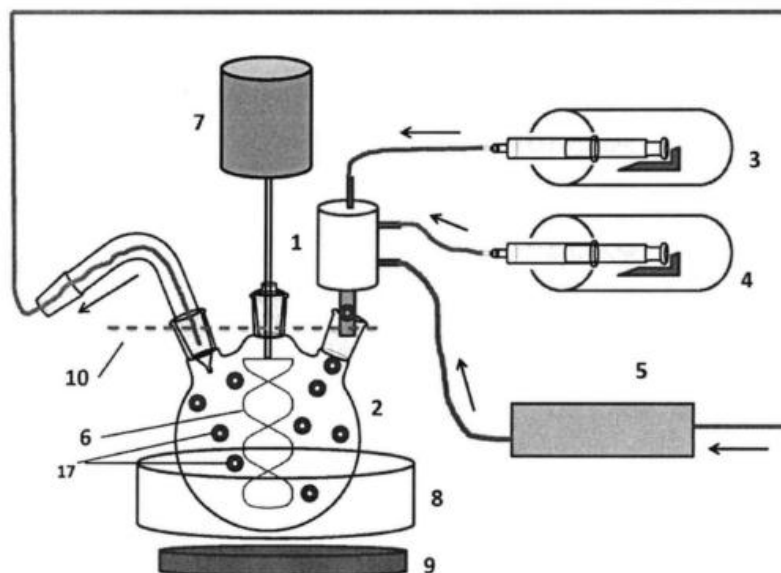
2. Установка по п. 1, в которой упомянутый реактор выполнен с возможностью регулируемого подогрева.

3. Установка по п. 2, в которой упомянутый реактор помещен своей нижней частью в емкость с теплоносителем, под которой установлен регулируемый источник нагрева.

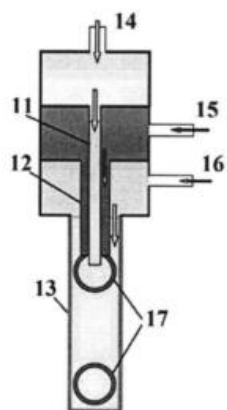
4. Установка по п. 1, в которой упомянутые средство подачи воды и средство подачи раствора полимера выполнены в виде шприцевых насосов.

5. Установка по п. 1, в которой упомянутое средство подачи раствора поверхностно-активного вещества выполнено в виде плунжерного насоса, предназначенного для подачи раствора поверхностно-активного вещества в упомянутую капельницу и для откачивания этого раствора из упомянутого реактора.

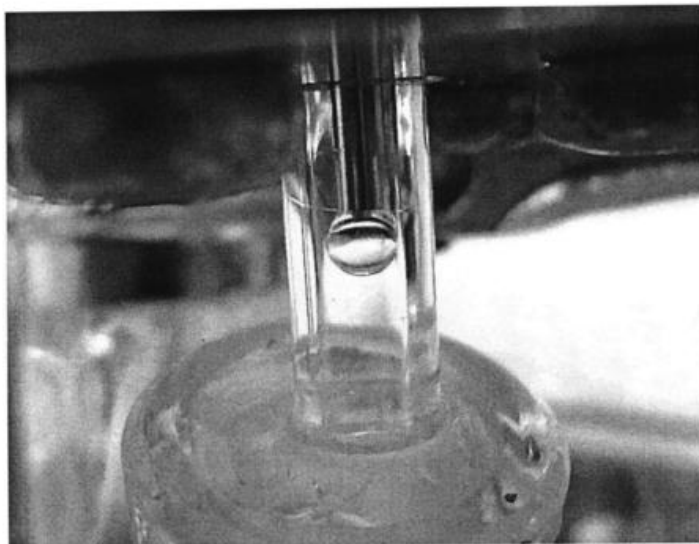
6. Установка по п. 5, в которой на выходе из упомянутого реактора установлен сетчатый фильтр.
7. Установка по п. 1, в которой упомянутый реактор выполнен сферическим.



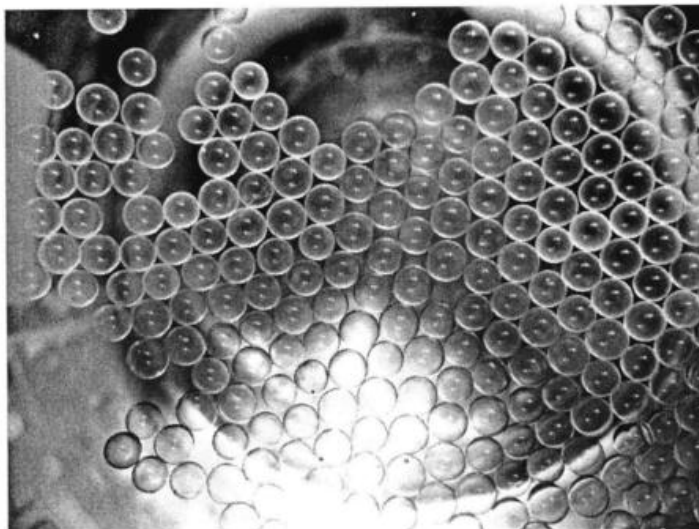
Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4



Фиг. 5