



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 292 788**

(51) Int. Cl.:
C03B 37/014 (2006.01)
C03B 19/14 (2006.01)
C23C 16/448 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Número de solicitud europea: **02753075 .7**
(86) Fecha de presentación : **28.06.2002**
(87) Número de publicación de la solicitud: **1517863**
(87) Fecha de publicación de la solicitud: **30.03.2005**

(54) Título: **Procedimiento y dispositivo para vaporizar un reactivo líquido en la fabricación de una preforma de vidrio.**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.03.2008

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.03.2008

(73) Titular/es: **Prysmian Cavi e Sistemi Energia S.R.L.**
Viale Sarca 222
20126 Milano, IT

(72) Inventor/es: **Galante, Marco;**
Arimondi, Marco;
Roba, Giacomo, Stefano y
Santi, Ilenia

(74) Agente: **Ponti Sales, Adelaida**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento y dispositivo para vaporizar un reactivo líquido en la fabricación de una preforma de vidrio.

La presente invención se refiere a un procedimiento y a un dispositivo para vaporizar un reactivo líquido en una etapa intermedia de un proceso para la fabricación de una fibra óptica, en particular en la etapa de producción de una preforma de polvo de vidrio que será sucesivamente estirada en fibra óptica. Para producir la preforma de polvo de vidrio, el reactivo vapor se pasa a un quemador para la generación de una corriente de polvo de vidrio, que se deposita sobre un lugar de deposición.

Técnica anterior

Las fibras ópticas para la telecomunicación son normalmente fibras de vidrio con base de sílice de alta pureza a partir de preformas de vidrio, cuyas preformas se pueden producir según diversas técnicas de deposición de vidrio.

Algunas de estas técnicas de deposición, que incluyen la deposición axial en fase vapor (VAD) y la deposición externa en fase vapor (OVD), requieren la utilización de un quemador de combustión para la generación de partículas de polvo de vidrio para que sean depositadas. Este quemador se alimenta habitualmente con un precursor de sílice, como el SiCl_4 , junto con los gases de combustión, de manera que se genera un flujo de alta temperatura de partículas finas de vidrio en formación (es decir, SiO_2). Este flujo se dirige sobre una placa giratoria para hacer crecer una preforma de polvo de vidrio, que se consolida posteriormente para obtener una preforma de vidrio. Opcionalmente, el quemador se puede alimentar también con un material dopante, como el GeCl_4 , para modificar adecuadamente el índice de refracción del vidrio.

Los diferentes gases se suministran al quemador mediante un sistema de liberación de gases, que comprende fuentes de gases y conexiones de tubos. Es importante tener una fuente de material precursor de vidrio capaz de generar el material precursor a una velocidad controlada, sin variaciones en el tiempo no deseadas.

Para dicha utilización, son conocidas en la técnica diversos tipos de sistemas de liberación de gases y de fuentes de gases.

La patente de Estados Unidos US-A-4.314.837 se refiere a un procedimiento para liberar materiales de la fuente de vapor hacia una llama de reacción oxidante o similar. Cada constituyente (por ejemplo, SiO_2 , GeO_2 y B_2O_3) se mantiene en forma licuada en un recipiente cerrado que está provisto de un calefactor para elevar la temperatura del líquido hasta un valor suficiente para proporcionar una presión de vapor predeterminada dentro del depósito. Los vapores resultantes se transfieren mediante medios de medición controlados individualmente y conductos apropiados hacia el dispositivo de reacción. Se puede añadir oxígeno al conducto de transporte del vapor o directamente al dispositivo de utilización del vapor. Los depósitos pueden ser tanques presurizados disponibles comercialmente. Se monitoriza la presión del depósito, y la información obtenida de este modo se utiliza para controlar el funcionamiento de los calefactores. Los controladores del flujo de masa se suministran en las diferentes líneas, de manera que se pueden controlar los caudales de masa de los vapores.

El Solicitante ha verificado que dicho vaporizador tiene el inconveniente de estar sujeto a las fluctuaciones no deseadas de presión. El Solicitante observa también que puede ser peligrosa la presencia de estos depósitos en el interior de los laboratorios en los que los investigadores y los técnicos tienen que operar, a causa del riesgo de fugas. Además, el Solicitante observa que el sistema descrito requiere la utilización de controladores de flujo de masa, que son dispositivos caros y delicados, a lo largo de las líneas de flujo de vapor, es decir, en los puntos calientes del sistema, en los que están sujetos a errores y fallos. El Solicitante observa también que estos tanques han de contener una cantidad relativamente grande de líquido y, por lo tanto, son engorrosos.

La patente de Estados Unidos US-A-5.707.415 hace referencia a un vaporizador (evaporador de lámina) para reactivos líquidos que contienen silicio y que están libres de haluros, utilizados en la producción de preformas. El vaporizador incluye una pluralidad de columnas de lecho compacto que rodean un tubo central. Se pulveriza una mezcla de reactivo líquido, por ejemplo, octametilclotetrasiloxano, y de gas, por ejemplo, oxígeno, sobre las superficies superiores de las columnas mediante un juego de boquillas de pulverización. El reactivo líquido y el gas fluyen juntos hacia abajo a través de las columnas y se calientan mediante aceite caliente que fluye alrededor de las paredes de las columnas. El reactivo líquido se evapora en el gas hasta que se alcanza la temperatura de punto de rocío, punto en el que todo el reactivo líquido se habrá convertido en vapor. La mezcla vapor/gas sale de las superficies inferiores de las columnas, en la que su dirección de flujo cambia de descendente a ascendente. Este cambio en la dirección del flujo separa las especies de peso molecular más alto de la mezcla vapor/gas. La mezcla vapor/gas sale del vaporizador a través del tubo central y se suministra a los quemadores que producen el polvo que se utiliza para producir las preformas.

La patente de Estados Unidos US-A-5.078.092 se refiere a un sistema para liberar un reactivo líquido a caudales elevados para un lugar de deposición hidrolítico con llama oxidante de polvo de vidrio. Un primer reactivo líquido (TiCl_4) se libera sobre una superficie interior de una cámara de vaporización instantánea para formar una película delgada y se mezcla con oxígeno después de la vaporización. A partir de entonces los reactivos vaporizados adicionales (SiCl_4) se mezclan con el primer líquido vaporizado antes de liberarlo a un quemador hidrolítico con llama oxidante

para formar una capa de revestimiento exterior del polvo de vidrio de una preforma en polvo. Dicha superficie interior de la cámara de vaporización instantánea está definida por un elemento de calefacción, cuya temperatura se mantiene por debajo de la temperatura a la que tiene lugar la ebullición nucleada o por películas del líquido.

La patente de Estados Unidos US-A-5.356.451 se refiere a un procedimiento y a un aparato para proporcionar vapores de reactivo a un lugar de utilización. El aparato incluye una cámara de vaporización rodeada por unas paredes superior e inferior, por unas paredes laterales y por unas paredes finales primera y segunda. La primera pared final está elevada con respecto a la segunda pared final. El reactivo se suministra en forma líquida a un distribuidor de flujo que libera el líquido en aquella parte de la pared inferior cerca de la primera pared final. El ángulo con el que se inclina la pared inferior con respecto a la horizontal es suficiente para provocar que el líquido fluya hacia abajo hasta la pared inferior a una velocidad suficiente para formar una película, cuyo grosor es más pequeño que el grosor que sostendría una burbuja durante el calentamiento de la película (es decir, que no se produce la ebullición). Se calienta la superficie hasta una temperatura mayor que el punto de ebullición del líquido, convirtiendo de ese modo el reactivo líquido en un vapor que se reparte hasta el lugar de utilización del vapor.

Un objeto de la presente invención es proporcionar un modelo alternativo de vaporizador, que garantice altas velocidades de vaporización, que sea seguro y que tenga dimensiones reducidas.

Descripción resumida de la invención

El Solicitante ha encontrado que, mediante el flujo de un reactivo líquido sobre una superficie calentada a lo largo de una trayectoria predeterminada delimitada por bordes, en la que la temperatura de la superficie, la altura de los bordes y el caudal de líquido son tales como para tener la vaporización bajo el régimen de ebullición nucleada o el régimen de ebullición por películas, es posible obtener la vaporización a una velocidad alta y en un espacio reducido. Los regímenes de ebullición por películas y nucleada son dos de los posibles regímenes de un líquido, tal y como se conoce en la técnica y se explica posteriormente con mayor detalle. La técnica de vaporización del líquido de la presente invención se puede utilizar de forma ventajosa en un proceso de deposición de alta velocidad para la producción de la preforma de polvo de vidrio, que se puede sucesivamente consolidar y estirar en una fibra óptica.

El dispositivo de vaporización, que comprende un plato de vaporización que define la superficie de calentamiento y una tapa que cubre el plato de vaporización para recoger el vapor, se puede colocar de forma ventajosa en una cámara diferente con respecto al tanque de líquido, evitando de este modo riesgos para los técnicos que operen en el interior de la cámara del dispositivo de vaporización.

Según un primer aspecto de la misma, la presente invención se refiere de este modo a un procedimiento para vaporizar los reactivos líquidos en un proceso para producir una preforma de polvo de vidrio, que comprende la formación en un canal de flujo horizontal de una corriente continua de reactivo líquido que tiene un grosor suficiente para generar vapor bajo el régimen de ebullición por películas o nucleada; y calentando dicha corriente de reactivo líquido hasta una temperatura suficiente para generar vapor bajo el régimen de ebullición por películas o nucleada.

La etapa de formación de una corriente continua de reactivo líquido comprende preferentemente el flujo sin interrupción del reactivo líquido por un canal delimitado por las paredes laterales cuya altura es igual a por lo menos dicho grosor.

Además, el calentamiento de la corriente del reactivo líquido comprende preferentemente el calentamiento de una superficie que delimita dicho canal.

De forma ventajosa, el procedimiento comprende además las etapas de recogida de dicho vapor para alcanzar una presión predeterminada y el transporte de dicho vapor sometido a dicha presión hasta un lugar de utilización del vapor.

El procedimiento puede además comprender el flujo de dicha corriente de reactivo líquido por un canal adicional situado a un nivel inferior con respecto a dicho canal.

Según un segundo aspecto, la presente invención se refiere a un proceso para la fabricación de una preforma de vidrio, que comprende la vaporización de un reactivo líquido para generar un reactivo vapor, alimentando dicho reactivo vapor a un quemador para la formación de partículas de polvo de vidrio y la deposición de dichas partículas de polvo de vidrio sobre un lugar de deposición para hacer crecer dicha preforma de vidrio, en el que la etapa de vaporización de un reactivo líquido se lleva a cabo según un procedimiento tal y como el que se describió anteriormente.

En un aspecto adicional de la misma, la presente invención se refiere a un plato de vaporización para la vaporización de un reactivo líquido, que comprende una parte superior que define una superficie de vaporización y que tiene una pluralidad de paredes que se extienden por encima de la superficie de vaporización para delimitar un canal de flujo de líquido, y una parte adicional que comprende un sistema de calefacción para transferir calor a la superficie de vaporización.

Preferentemente, dichas paredes tienen una altura mayor que el grosor mínimo de SiCl_4 requerido para generar vapor bajo un régimen de ebullición por películas o nucleada.

Preferentemente, el plato de vaporización es un plato parecido a un disco metálico.

En una primera realización, la pluralidad de paredes comprende una pluralidad de paredes anulares concéntricas que delimitan una pluralidad de sectores de canales y cada pared anular tiene una abertura para permitir el paso de líquido desde un sector de canal hasta el otro. En esta realización, la pluralidad de paredes anulares comprende preferentemente al menos una pareja de paredes anulares que tienen las respectivas aberturas colocadas diametralmente opuestas entre sí.

En una realización diferente, el canal tiene una parte parecida a un espiral.

La parte adicional adecuada para estar asociada a un sistema de calefacción puede definir un asiento adecuado para acoger un alambre metálico.

El canal puede tener al menos un pozo en una parte final del mismo para recoger el líquido residual, y el pozo puede estar asociado a un sensor del líquido respectivo.

En un aspecto adicional de la misma, la presente invención se refiere a un dispositivo para la vaporización de un reactivo líquido, que comprende un plato de vaporización colocado horizontalmente tal y como se describió anteriormente, para recibir el reactivo líquido y para formar una corriente del mismo, y un sistema de calefacción asociado a dicho plato de vaporización y adecuado para calentar dicho reactivo líquido por encima de una temperatura mínima requerida para generar vapor bajo el régimen de ebullición por películas o nucleada.

Preferentemente, el dispositivo comprende además un alimentador del líquido, para alimentar el reactivo líquido sobre una superficie de vaporización de dicho plato de vaporización, una cubierta colocada por encima de dicha superficie, para formar una cámara de vaporización adecuada para recoger el vapor, y un conducto de salida para permitir la salida del vapor de dicha cámara de vaporización.

El alimentador del líquido comprende preferentemente una línea de flujo de líquido provista de una válvula de control de flujo.

El dispositivo puede comprender de forma ventajosa un sensor de presión colocado en el interior de la cámara de vaporización y un circuito de control para controlar la operación de dicha válvula de control de flujo según una señal de dicho sensor de presión.

El dispositivo puede comprender también al menos un plato de vaporización adicional tal y como se describió anteriormente, colocado por debajo de dicho plato de vaporización para recibir una parte residual de dicha corriente de reactivo líquido desde dicho plato de vaporización, y al menos un sistema de calefacción adicional asociado a dicho plato de vaporización adicional.

40 Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es una representación esquemática de un aparato de deposición de polvo de vidrio para ser utilizado en la fabricación de la preforma de polvo de vidrio;

la Figura 2 es una representación más detallada del aparato de la Figura 1;

la Figura 3 muestra un vaporizador según la presente invención;

la Figura 4 es una vista superior de un plato de vaporización, que forma parte del vaporizador de la Figura 3;

la Figura 5 es una vista inferior del plato de vaporización de la Figura 4;

la Figura 6 es una gráfica que muestra los diferentes regímenes de ebullición de un líquido;

la Figura 7 muestra una realización diferente de un plato de vaporización; y

la Figura 8 muestra una realización diferente del vaporizador.

Descripción de las realizaciones preferidas

Con referencia a la Figura 1, se indica con 1, como un todo, un aparato de deposición de polvo de vidrio para ser utilizado en un proceso de fabricación de una preforma de polvo de vidrio, que se puede consolidar y estirar sucesivamente en una fibra óptica.

El aparato de deposición 1 comprende un tanque presurizado 2 apropiado para contener un reactivo líquido (en particular, un material precursor del vidrio) para ser vaporizado, una unidad de vaporización 3 para vaporizar el reactivo líquido y un quemador 4 para recibir el reactivo vapor desde la unidad de vaporización 3 y para generar una corriente de partículas de polvo de vidrio. En particular, el quemador 4 es apropiado para generar una llama en la que el reactivo

ES 2 292 788 T3

vapor se transforma en partículas, las cuales se depositan en una placa giratoria para hacer crecer la preforma de polvo de vidrio.

Con referencia a la Figura 2, que ilustra el aparato de deposición 1 en mayor detalle, la unidad de vaporización 3 comprende un vaporizador 7 que está en fluida comunicación con el tanque 2, a través de la primera línea 5, para recibir el reactivo líquido. Preferentemente, una válvula de control de flujo 6, en particular un contador másico (MFM), se coloca a lo largo de la línea 5 para controlar el flujo del reactivo líquido recibido. Una válvula 11a se puede colocar también a lo largo de la línea 5 a la salida del tanque 2, para abrir o cerrar el conducto de la línea 5. La línea 5 está provista de forma ventajosa de dos válvulas adicionales 11b y 11c, colocadas a la entrada de la unidad de vaporización 3 más arriba de la válvula de control de flujo 6 y a la entrada del vaporizador 7, respectivamente.

Una segunda línea 8 conecta el vaporizador 7 con el quemador 4 para permitir alimentar al quemador 4 con el vapor que sale del vaporizador 7. La línea 8 puede estar provista, a la salida del vaporizador 7, de una válvula 11d que permite la regulación de la presión de vapor en el interior del vaporizador 7. Además, la segunda línea 8 se calienta de forma ventajosa a una temperatura predeterminada (por ejemplo, a 100°C) y está provista preferentemente de un sensor de temperatura (no mostrado) para el control de la temperatura.

La unidad de vaporización 3 comprende preferentemente un armario 9 que tiene un primer compartimiento 9a para contener el vaporizador 7 y un segundo compartimiento 9b para contener la parte final de los tubos conectados al vaporizador 7 y que corresponden a las válvulas de control de flujo, que incluyen la parte final de la línea 5 y de la válvula 6. Los compartimientos primero 9a y segundo 9b se mantienen preferentemente a diferentes temperaturas, por ejemplo a 90°C en el primer compartimiento 9a y a temperatura ambiente en el segundo compartimiento 9b, y que están provistos de los respectivos ventiladores 10 para controlar la temperatura presente.

El tanque de alimentación de líquido 2 se coloca de forma ventajosa en una estancia diferente con respecto al armario 9, para prevenir riesgos a los técnicos en caso de escapes desde el tanque 2. El quemador 4 se coloca normalmente en el interior de la cámara de deposición, que puede estar en la misma estancia del armario 9 o en una estancia diferente.

Preferentemente, la unidad de vaporización 3 comprende además un circuito hidráulico de purga para purgar el vaporizador 7 y los diversos conductos del aparato de deposición 1 después de su uso. El circuito hidráulico de purga comprende una fuente 13 de gas de purga, como el N₂, y un conducto 14 que conecta la fuente 13 con la línea 5. El conducto 14 puede estar provisto de una válvula 11e colocada en el interior del segundo compartimiento 9b del armario 9. Un conducto 15 adicional, conectado en forma de T con el conducto 14, comunica con el vaporizador 7 y está provisto de forma ventajosa de una válvula 11f colocada en el interior del segundo compartimiento 9b del armario 9.

Para las operaciones de drenaje, el vaporizador 7 se conecta también preferentemente a una línea de drenaje, mediante un conducto de drenaje 12. En particular, el conducto de drenaje 12 se conecta a una primera entrada de una válvula de dos vías 11g, cuya salida se conecta a la línea de drenaje y cuya segunda entrada sirve para el paso del gas de purga, por ejemplo, el que viene de la fuente 13.

Todas las partes del aparato 1 que son apropiadas para estar en contacto con el reactivo, tanto en forma líquida como en vapor, se realizan preferentemente en acero inoxidable electro-pulido, para evitar los arrastres de partículas y la corrosión.

Con referencia a la Figura 3, el vaporizador 7 comprende preferentemente una base soporte 20 adecuada para ser fijada (en una forma conocida, por ejemplo, mediante pernos) a una pared horizontal 29 del armario 9, un plato de vaporización 21 colocado por encima de la base soporte 20, un conducto de alimentación de reactivo líquido 22 para alimentar el reactivo líquido sobre el plato de vaporización 21 y una tapa 23 en forma de campana para recoger el vapor generado por el plato de vaporización 21. El espacio entre la tapa 23 y la base soporte 20 define una cámara de vaporización 30. El vaporizador 7 comprende preferentemente un sensor de temperatura 31 y un sensor de presión 32 de un modelo conocido colocados en el interior de la cámara de vaporización 30, para monitorizar la temperatura y la presión durante el proceso. La tapa 23 tiene una salida de vapor 24 que comunica con el quemador 4 a través de la línea 8.

Preferentemente, el plato de vaporización 21 es un elemento en forma de disco hecho de metal, por ejemplo de acero inoxidable electro-pulido, y sus dos caras definen, en funcionamiento, una cara superior 21a para la vaporización del líquido y una cara inferior 21b colocada en la base soporte 20. La cara superior 21a tiene una superficie de vaporización 45 bastante más plana y horizontal y una pluralidad de paredes 46 que delimitan el canal de flujo del líquido, que se extiende de manera sustancial por toda la cara superior 21a. En particular, la superficie 45 y las paredes 46 definen el lecho y los bordes laterales del canal, respectivamente. El canal está abierto por arriba, para permitir que suba el vapor. Tal y como mejor se observa desde la vista superior de la Figura 4, el canal de flujo define una trayectoria sinuosa para el líquido, indicada en la presente invención con una línea discontinua y con la referencia 48. En la realización particular ilustrada en la presente invención, una pluralidad de bordes anulares concéntricos 46a-46g delimita una pluralidad de sectores de canales anulares, o zonas de superficies anulares, 45b-45g. Cada borde 46 tiene su abertura correspondiente 47 para permitir el paso del líquido desde una zona anular hasta otra. La trayectoria de flujo 48 se extiende en forma de enrollamiento desde el centro del plato de vaporización 21 hacia la periferia.

La zona de superficie central 45a de la cara superior 21a, delimitada por un borde central 46a, se coloca por debajo del conducto de alimentación del reactivo líquido 22 para recibir el flujo de líquido. El borde central 46a tiene una abertura 47 para permitir el paso del líquido hacia una primera zona de superficie anular 45b, que, a su vez, está delimitada exteriormente por un segundo borde 46b. El segundo borde 46b tiene una abertura 47 en una posición que es diametralmente opuesta a la de la abertura del primer borde 46a, para forzar al líquido a que cubra toda la superficie de la primera zona de superficie anular 45b antes de que fluya a una segunda zona de superficie anular 45c, externa a la primera.

La realización particular de la Figura 4 tiene, además de la zona central 45a y el borde central 46a, seis zonas de superficie anular 45b-45g y seis bordes anulares adicionales 46b-46g. Los cuatro bordes 46b-46e son más delgados que el borde central y cada uno de ellos tiene una abertura opuesta a una del borde anterior. El último y único borde 46f tiene una pluralidad de aberturas equidistantes 47 para permitir que el líquido fluya en la zona de superficie anular exterior 45g por diversos puntos. La zona de superficie anular exterior 45g puede tener una pluralidad de pozos 49 para recoger el líquido excedente (es decir, el líquido que no se ha evaporado). Cada pozo 49 puede estar provisto de un sensor de llenado de líquido 55, por ejemplo, un sensor IR, adecuado para detectar la presencia de líquido en el respectivo pozo 49. El borde exterior 46g delimita externamente la zona de superficie exterior 45g y preferentemente es más grueso y más alto que los bordes 46b-46g.

Los bordes 46a-46g tendrán una altura mayor que un grosor mínimo de reactivo líquido requerido para generar el vapor bajo el régimen de ebullición por películas o nucleada, siendo los regímenes de ebullición por películas o nucleada dos de los posibles regímenes de ebullición de un líquido, tal y como se explicará posteriormente en mayor detalle. Más exactamente, la altura de los bordes 46a-46g será mayor que el diámetro de las burbujas en el líquido bajo ebullición. En particular,

Para un líquido genérico, el diámetro de la burbuja (en metros) es dado por:

$$d = \left(\frac{\pi \cdot \sigma}{g \cdot (\rho_l - \rho_v)} \right)^{0.5}$$

en la que σ es la tensión superficial del líquido (en N/m), g es la aceleración de la gravedad ($9,81 \text{ m/s}^2$), ρ_l es la densidad de la fase líquida en kg/m^3 y ρ_v es la densidad de la fase vapor en Kg/m^3 . Para el SiCl_4 , el diámetro de las burbujas es de aproximadamente 1,8 mm. Por lo tanto, en el caso del SiCl_4 , la altura de los bordes 46a-46g será mayor que 1,8 mm.

Tal y como se muestra en la vista inferior de la Figura 5, el plato de vaporización 21 tiene una parte inferior adecuada para estar asociado a un sistema de calefacción. En particular, la cara inferior 21b define un asiento 50, en la forma de una ranura continua, para acoger un alambre metálico 51, que forma parte del sistema de calefacción. La ranura 50 se extiende como un serpentín para cubrir sustancialmente toda el área del plato 21. El alambre metálico 51 se conecta a un circuito eléctrico, en particular a un generador de corriente eléctrica 52, para ser capaz de calentar el plato 21 a una temperatura de funcionamiento predeterminada T cuando lo atraviese la corriente eléctrica. En el ejemplo particular ilustrado en la presente invención, la ranura 50 tiene una pluralidad de secciones lineales y paralelas unidas mediante una pluralidad de secciones circulares, que permiten una fácil colocación del alambre 51.

El plato de vaporización 21 está provisto preferentemente con un sensor de temperatura (no mostrado) para detectar la temperatura de las superficies calentadas 45. La temperatura de funcionamiento T necesaria para la vaporización completa del líquido en el plato 21 depende del tipo de reactivo líquido y del caudal de líquido. Si el caudal aumenta, se requiere una temperatura más alta para vaporizar la cantidad superior de líquido. La temperatura se puede variar de forma ventajosa durante el proceso. La temperatura T estará por encima de la temperatura mínima a la que se produce la ebullición nucleada del líquido, y preferentemente por encima de la temperatura mínima a la que se produce la ebullición por películas del líquido. En el caso del SiCl_4 , la temperatura mínima para tener la ebullición nucleada es de aproximadamente 80°C y la temperatura mínima para tener la ebullición por películas es de aproximadamente 100°C .

Los diferentes modos posibles de ebullición (o regímenes) están ilustrados en el gráfico de la Figura 6. Los números romanos I, II, III y IV identifican los modos de convección natural, nucleado, de transición y por películas, respectivamente. El eje de abscisas indica el exceso de temperatura ΔT_e , que se corresponde con la diferencia entre la temperatura de la superficie T_s y la temperatura de saturación T_{sat} y el eje de ordenadas indica el flujo térmico.

El punto A separa la convección natural, en la que hay insuficiente vapor en contacto con la fase líquido como para provocar la ebullición en la temperatura de saturación, del modo nucleado, en el que las burbujas se forman en los lugares de nucleación y se separan de la superficie y en el que, como además se incrementa la temperatura, el vapor se escapa en forma de chorros o columnas.

La zona de ebullición entre los puntos B y C, calificada de ebullición de transición, ebullición inestable, o ebullición parcial por películas, es una zona en la que la formación de burbujas es tan rápida que la película de vapor o manto se empieza a formar en la superficie. En cualquier punto de la superficie, las condiciones pueden oscilar entre la ebullición por películas y la ebullición nucleada, pero la fracción de la superficie total cubierta por la película se incrementa con el incremento de ΔT_e .

El punto C, que identifica el inicio del modo por películas, se conoce también como el punto de Leidenfrost. La película existe para $\Delta T_e \geq \Delta T_{e,C}$ en la que $\Delta T_{e,C}$ es la temperatura de exceso en el punto de Leidenfrost (C). En el punto C, el flujo térmico q es mínimo, y la superficie calentada está completamente cubierta por un manto de vapor. La transferencia de calor desde la superficie del líquido tiene lugar mediante la conducción a través del vapor. Tal y como se incrementa la temperatura de la superficie, la radiación a través de la película de vapor se vuelve significativa y el flujo de calor se incrementa con el incremento del ΔT_e . Se puede encontrar una descripción exhaustiva de los diferentes regímenes de ebullición en el libro "Fundamentals of heat and mass transfer" de Incropera y De Witt, John Wiley & Sons. Está también descrito el régimen de ebullición por películas en el libro "Film Boiling Heat Transfer From a Horizontal Surface", P.J. Berenson, Revista de Transferencia de Calor, agosto de 1961.

Tal y como se expuso anteriormente, el proceso de vaporización de la presente invención se lleva a cabo bajo el régimen nucleado o por películas, preferentemente bajo el régimen por películas. Para el propósito de la presente invención, con el "régimen nucleado o por películas" se desea un régimen que corresponda con el régimen nucleado, el régimen por películas, o el régimen de transición entre los regímenes nucleado y por películas, en el que el comportamiento es parcialmente el del régimen nucleado y parcialmente el del régimen por películas, tal y como se describió anteriormente.

Las condiciones de funcionamiento del proceso descrito anteriormente son, por lo tanto, diferentes de las descritas en la patente de Estados Unidos US-A-5.356.451, en la que la formación de burbujas está inhibida (no existe ebullición) y de las descritas en la patente de Estados Unidos US-A-5.078.092, en la que la temperatura del elemento de calefacción se mantiene por debajo de la temperatura en la que tiene lugar la ebullición nucleada o por películas del líquido.

En funcionamiento, en particular durante el proceso de deposición, el aparato de deposición 1 funciona con las válvulas 11a, 11b, 11c y 11d abiertas y las válvulas 11e, 11f y 11g cerradas. Por lo tanto, el reactivo líquido fluye desde el tanque 2 hasta el vaporizador 7 a través del conducto 5, atravesando las válvulas 11a, 11b, 11c y la válvula de control de flujo 6. El reactivo líquido entra en la cámara de vaporización 30 del vaporizador 7 mediante el conducto de alimentación 22 y fluye sobre la zona central 45a de la superficie superior 45 del plato de vaporización 21. El flujo continuo obliga al líquido a moverse hacia las zonas de superficie anular exteriores 45b-45g a lo largo de la trayectoria del líquido 48, mediante el paso por las aberturas 47 de los bordes 46. La parte frontal del líquido va avanzando hasta ir alcanzando la energía requerida para la completa vaporización.

El caudal de reactivo líquido es tal que el líquido forma una película de un grosor inferior a la altura de los bordes 46 pero superior al diámetro de una burbuja en el líquido cuando el líquido entra en ebullición, es decir, superior al grosor mínimo requerido para tener la ebullición nucleada o por películas. Antes de fluir el líquido, la temperatura del plato de vaporización 21 se incrementa hasta la temperatura T antes especificada (es decir, a la temperatura en que tiene lugar la ebullición nucleada, y preferentemente la ebullición por películas, del líquido), mediante el flujo de corriente eléctrica en el alambre 51. la temperatura de funcionamiento necesaria para la completa vaporización en el plato de vaporización 21 depende del tipo de reactivo líquido.

La ebullición en el modo por películas requiere una temperatura del plato superior a la temperatura de ebullición en el modo nucleado, pero se puede llevar a cabo de forma ventajosa con un caudal de líquido superior para obtener un caudal superior de vapor.

Durante el proceso, los sensores de temperatura y presión están continuamente monitorizados para verificar que no haya variaciones no deseadas de las condiciones de funcionamiento. Si no se requieren variaciones o sólo pequeñas variaciones en el caudal de vapor, el valor de ajuste de la temperatura del plato de vaporización 21 se puede mantener constante durante el proceso, como el valor de ajuste del caudal de líquido. Las pequeñas variaciones del caudal de vapor se pueden obtener mediante la variación de forma sencilla del caudal de líquido a través de la válvula de control de flujo 6, con la temperatura del plato constante. Una variación del caudal de líquido, de hecho, dio lugar a una variación de la extensión del área humedecida en el plato de vaporización 21, por ejemplo, hasta el borde del plato. Se prefiere, por lo tanto, no tener el plato de vaporización 21 completamente lleno de líquido, para permitir pequeñas variaciones del caudal de líquido para producir las correspondientes variaciones del caudal de vapor, sin intervenir en la temperatura del plato. El sensor de presión 32 se monitoriza de forma ventajosa para controlar el valor de ajuste operativo de la válvula de control de flujo 6, para mantener la presión en el interior de la cámara de vaporización 30 en el valor deseado. En particular, un circuito de control 56 conectando el sensor de presión 32 a la válvula de control de flujo 6 es apropiado para recibir la señal desde el sensor de presión 32, para determinar la diferencia entre la presión detectada y una presión de referencia, y para variar el caudal de líquido a través de la válvula 6 para minimizar dicha diferencia.

Para producir mayores variaciones del caudal de vapor, preferentemente son variados tanto el caudal de líquido como la temperatura del plato, para vaporizar una mayor cantidad de líquido. De nuevo, la señal del sensor de presión 32 se utiliza en un bucle de control para determinar los nuevos valores de ajuste para la temperatura del plato y para el caudal de líquido.

Por otra parte, durante el proceso, los sensores de llenado colocados en el interior de las paredes 46 están monitorizados para detectar la presencia de líquido en el interior. Si el líquido está presente dentro de los pozos 49, el rendimiento del proceso puede disminuir, ya que parte del líquido no está vaporizado. Para superar el problema, la temperatura del plato de vaporización 21 se puede incrementar hasta que los pozos 49 se vacíen.

El vapor generado en el interior de la cámara de vaporización 30 se recoge por la tapa 23 a la presión deseada, y sale de la cámara 30 a través de la salida 24. Entonces, el vapor fluye a través de la línea 8 (atravesando la válvula 11d) y alcanza el quemador 4, junto con otros gases, en particular al menos junto con un gas combustible y un gas de mantenimiento de la combustión. Por ejemplo, el quemador 4 se puede alimentar con SiCl_4 , con N_2 como gas de protección interna, con O_2 como gas de protección externa y con una mezcla de CH_4 y O_2 . Por otra parte, el reactivo vapor, o el material precursor del vidrio, se pueden mezclar con un portador, preferentemente con O_2 , antes de ser alimentado en el quemador.

En el quemador, se genera una llama y tiene lugar una reacción que transforma el vapor de reactivo en partículas de polvo de vidrio. La llama se dirige hacia un lugar de deposición (tal y como una varilla), para que se pueda depositar el polvo de vidrio y pueda crecer una preforma de polvo de vidrio.

Cuando termina el proceso, las válvulas 11a, 11b, 11c y 11d están cerradas. A tiempos predeterminados, se puede purgar el aparato de deposición 1 para evitar la acumulación de sustancias. La purga se lleva a cabo mediante el primer drenaje de los residuales de reactivo del vaporizador 7 a través del conducto de drenaje 12 y mediante el sucesivo flujo de nitrógeno (N_2) en los diversos conductos de la unidad de vaporización 3 y en el vaporizador 7. En mayor detalle, el drenaje se lleva a cabo mediante el cierre de todas las válvulas de la unidad de vaporización excepto la válvula de dos vías 11g, que está conmutada para conectar el conducto de drenaje 12 a la línea de drenaje, que permite de este modo que sean drenados los residuales de vapor en el interior de la cámara de vaporización 30. Sucesivamente, mientras se conservan cerradas las válvulas 11a y 11d, son abiertas las válvulas 11b, 11c, 11e y 11f y se conmuta la válvula de dos vías 11g para conectar la fuente de gas de purga con la línea de drenaje. Como resultado, el N_2 fluye en el conducto 14 y en la parte final del conducto 5, pasando a través de la válvula 11b, la válvula de control de flujo 6, y la válvula 11c, y entrando entonces en la cámara de vaporización 30. A la vez, el N_2 fluye en el conducto 15, pasando a través de la válvula 11f, y entrando otra vez en la cámara de vaporización 30. El N_2 puede salir de la cámara de vaporización 30 a través del conducto 8 o a través del conducto 12.

La Figura 7 muestra una realización alternativa del plato de vaporización, indicado en la presente invención como 21'. El plato de vaporización 21' define una trayectoria en forma de espiral 48' para el líquido, delimitada por los bordes 46'. La trayectoria en forma de espiral 48' empieza desde una parte de la superficie central 45'a, se extiende a lo largo de una parte de la superficie espiral 45'b y finaliza en una parte de la superficie anular exterior 45'c. La parte de la superficie anular exterior 45'c tiene una pluralidad de pozos 49', que tienen la misma función que en la realización de la Figura 4. La parte inferior del plato de vaporización puede ser idéntico al del plato 21. Las mismas consideraciones de los bordes 46 del plato 21 son válidas para la altura de los bordes 46'.

Se puede apreciar que las realizaciones de las Figuras 4 y 7 son sólo ejemplos ilustrativos y que diversos platos de vaporización, que tengan diferentes tipos de trayectoria, se pueden realizar según lo ensaado en la presente invención.

La Figura 8 representa una realización alternativa del vaporizador de la presente invención, indicada en la presente invención como 7', que se puede utilizar de forma ventajosa cuando se requiera superiores caudales de vapor. El vaporizador 7' se diferencia del vaporizador 7 de la Figura 3 en que comprende dos platos de vaporización superpuestos, en particular un plato de vaporización superior 210 y un plato de vaporización inferior 211, que pueden tener básicamente la misma forma y dimensiones, o ser diferentes el uno del otro. El plato de vaporización superior 210, que está provisto de medios de soporte no ilustrados, se coloca por debajo de la salida del conducto de alimentación de líquido 22 para recibir el líquido en su parte central pero, de manera diferente que en el plato 21, tiene al menos un agujero de paso 54 en su zona exterior en vez de los pozos, para hacer que el reactivo líquido, que no se ha vaporizado antes de alcanzar aquella zona, se escape sobre el plato de vaporización inferior 21b. El plato de vaporización inferior 211 es apropiado para recibir el líquido que se escapa desde el plato de vaporización superior 210 en su parte exterior, y para hacerlo fluir, como consecuencia de la forma de la trayectoria en su superficie, hacia su centro. En su zona central, el plato de vaporización inferior 211 puede tener un pozo (no mostrado) para recoger el líquido residual, preferentemente provisto de un sensor de temperatura.

Los platos 210 y 211 pueden ser ambos del mismo tipo, por ejemplo, del tipo descrito en la Figura 4 o en la Figura 7, o de un tipo diferente. Por otra parte, se puede disponer un diferente número de platos en el interior de la cámara de vaporización 30, dependiendo de la cantidad de vapor que se tenga que generar y, en consecuencia, de la cantidad de reactivo líquido que se tenga que vaporizar.

Será evidente para aquellos expertos en la técnica que se pueden hacer diversas modificaciones y variaciones a la realización descrita en la presente invención sin apartarse del alcance o del espíritu de la invención. Por ejemplo, la superficie superior del plato de vaporización puede tener una ligera pendiente, en particular una pendiente negativa en la dirección del flujo de líquido, para permitir al líquido que fluya con facilidad en él. Por otra parte, el plato de vaporización, descrito anteriormente en la presente invención, se puede sustituir por un cuerpo de metal de cualquier forma, siempre que defina su superficie superior una trayectoria para el líquido que permita la formación de una película de líquido de suficiente grosor y siempre que pueda estar asociado a un sistema de calefacción capaz de calentar el cuerpo a una temperatura suficiente para tener al menos la ebullición nucleada, y preferentemente a una temperatura suficiente para tener al menos la ebullición por películas. Una realización diferente (no mostrada) del aparato de deposición puede incluir también una pluralidad de unidades de vaporización del tipo descrito anteriormente, provista cada una de su propia línea de salida de vapor. Esas líneas se pueden conectar para mezclar los diferentes flujos de vapor antes de alimentar al quemador.

Se puede apreciar que el vaporizador de la presente invención es de dimensiones muy reducidas y que es posible vaporizar grandes cantidades de líquido mediante diversos platos de vaporización superpuestos, aún manteniendo muy compacto todo el montaje. Por otra parte, tal y como se estableció anteriormente, es posible colocar el tanque de líquido en una estancia diferente, para evitar riesgos a los técnicos en caso de fuga de líquido. Una ventaja adicional del montaje de la presente invención es que no requiere controladores de flujo de masa en las zonas calientes del aparato, a partir del único controlador de flujo de masa, es decir, la válvula 6, que regula el flujo de líquido hacia el vaporizador 7, que opera a temperatura ambiente.

Pruebas experimentales

El Solicitante ha llevado a cabo una serie de pruebas experimentales para verificar la eficacia del aparato de deposición de la presente invención en la generación de un flujo estable de material precursor del vidrio, adecuado para el proceso de deposición de polvo de vidrio.

Se utilizó un plato de vaporización como el plato de vaporización de las Figuras 3, 4 y 5, teniendo las dimensiones siguientes:

- diámetro externo: 230 mm;
- altura: 12 mm;
- anchura de las zonas de la superficie anular 45b-45g: 10 mm;
- diámetro de la zona de la superficie central 45a: 35 mm;
- anchura del primer borde anular 46a: 10 mm;
- anchura de los bordes anulares 46b-46f: 2,5 mm;
- altura de los bordes anulares 46a-46f: 2,5 mm;
- altura del borde anular 46g: 4,6 mm;
- ranura 50: diez secciones lineales y paralelas a 20 mm la una de la otra, unidas mediante nueve ranuras circulares de 26 mm de diámetro.

Los experimentos se llevaron a cabo bajo las siguientes condiciones de funcionamiento:

- reactivo líquido: SiCl_4 ;
- temperatura del plato de vaporización 21: 145°C;
- temperatura en el interior del compartimiento superior 9a del armario 9: 90°C.

Esas condiciones, junto con los caudales de líquido indicados más abajo, fueron suficientes para la ebullición del líquido bajo el régimen por películas.

Los experimentos se llevaron a cabo durante un tiempo de 420 minutos, utilizando tres caudales diferentes de reactivo líquido, concretamente 30, 45 y 55 g/min. La presión de vapor en el interior de la cámara de vaporización 30 era detectada a intervalos de tiempo de 30 minutos. La siguiente tabla presenta los valores de las presiones detectadas, expresadas en mbar.

Tiempo (min) ↓	Caudal de líquido		
	30 (g/min)	45 (g/min)	55 (g/min)
30	1073 (mbar)	1102	1355
60	1075	1104	1357
90	1076	1105	1358
120	1077	1106	1358
150	1077	1106	1356
180	1076	1105	1359
210	1077	1104	1357
240	1078	1104	1358
270	1076	1106	1355
300	1076	1105	1356
330	1077	1107	1355
360	1078	1104	1356
390	1076	1103	1356
420	1076	1103	1353

Se puede apreciar que el proceso según la presente invención permite obtener presiones de vapor que satisfacen las necesidades de los procesos habituales de deposición de polvo de vidrio y que son particularmente estables. En particular, se puede observar que, bajo las condiciones de prueba descritas anteriormente en la presente invención, las fluctuaciones de presión son inferiores al 5%, y con más precisión inferiores a aproximadamente 0,46%.

Referencias citadas en la descripción

La lista de referencias citadas por el Solicitante está únicamente para comodidad del lector. No forma parte de la del documento de Patente Europea. A pesar del gran cuidado que se ha llevado en recopilar las referencias, los errores y las omisiones no pueden ser excluidos y la Oficina de Patentes Europeas niega toda responsabilidad en esta consideración.

Documentos de la patente citados en la descripción

- US 4314837 A [0006]
- US 5078092 A [0009] [0055]
- US 5707415 A [0008]
- US 5356451 A [0010] [0055]

Literatura no patentada citada en la descripción

- INCROPERA; DE WITT. *Fundamentals of heat and mass transfer*. John Wiley & Sons [0053]

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la vaporización de reactivos líquidos en un proceso para la producción de un preforma de polvo de vidrio, que comprende:
la formación en un canal de flujo horizontal de una corriente continua de reactivo líquido que tiene un grosor suficiente para generar vapor bajo régimen de ebullición por películas o nucleada; y
el calentamiento de dicha corriente de reactivo líquido a una temperatura suficiente para generar vapor bajo régimen de ebullición por películas o nucleada.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la formación de una corriente continua de reactivo líquido comprende el flujo continuo del reactivo líquido en un canal delimitado por paredes laterales cuya altura es igual a al menos dicho grosor.
3. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que el calentamiento de dicha corriente de reactivo líquido comprende el calentamiento de una superficie que delimita dicho canal.
4. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además la recogida de dicho vapor para alcanzar una presión predeterminada y transferir dicho vapor sometido a dicha presión hasta un lugar de utilización de vapor.
5. Procedimiento según la reivindicación 2 que comprende además el flujo de dicha corriente de reactivo líquido en un canal adicional colocado en un nivel inferior con respecto a dicho canal.
6. Proceso para la fabricación de una preforma de vidrio, que comprende la vaporización de un reactivo líquido para generar un reactivo vapor, que alimenta dicho reactivo vapor a un quemador para la formación de partículas de polvo de vidrio y que deposita dichas partículas de polvo de vidrio sobre un lugar de deposición para hacer crecer dicha preforma de vidrio, que se **caracteriza** por el hecho de que la etapa de vaporización de un reactivo líquido se lleva a cabo según el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.
7. Plato de vaporización (21, 21', 210) para la vaporización de un reactivo líquido, que comprende:
una parte superior (21a) que define una superficie de vaporización (54) y que tiene una pluralidad de paredes (46) que se extienden en dicha superficie de vaporización para delimitar un canal de flujo de líquido; y
una parte adicional (21b) que comprende un sistema de calentamiento (51, 52) para transferir calor a dicha superficie de vaporización.
8. Plato de vaporización según la reivindicación 8, en el que dichas paredes (46) tienen una altura mayor que el grosor mínimo de SiCl_4 requerido para generar vapor bajo un régimen de ebullición por películas o nucleada.
9. Plato de vaporización según la reivindicación 8, en el que el plato de vaporización es un plato metálico en forma de disco.
10. Plato de vaporización según la reivindicación 8, en el que dicha pluralidad de paredes (46) comprenden una pluralidad de paredes anulares concéntricas (46a-46f) que delimitan una pluralidad de sectores de canales (45a-45g), teniendo cada una de dichas paredes anulares una abertura (47) para permitir el paso de líquido de un sector de canal a otro.
11. Plato de vaporización según la reivindicación 10, en el que dicha pluralidad de paredes anulares (46a-46f) comprenden al menos una pareja de paredes anulares que tienen las respectivas oberturas (47) colocadas diametralmente opuestas entre sí.
12. Plato de vaporización según la reivindicación 8, en el que dicho canal tiene una parte en forma de espiral (45'b).
13. Plato de vaporización según la reivindicación 8, en el que dicha parte adicional (21b) adecuada para estar asociada a un sistema de calentamiento (51, 52) define un asiento (50) adecuado para acoger un alambre de metal (51).
14. Plato de vaporización según la reivindicación 8, en el que dicho canal tiene al menos un pozo (49) en una parte final del mismo para recoger el líquido residual, y en el que dicho al menos un pozo (49) está asociado a un respectivo sensor de líquido (55).
15. Dispositivo (3) para la vaporización de un reactivo líquido, que comprende:
un plato de vaporización (21, 21', 210) colocado horizontalmente según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 14, para recibir el reactivo líquido y formar una corriente del mismo; y

ES 2 292 788 T3

un sistema de calefacción (51, 52) asociado a dicho plato de vaporización (21, 21', 210) y adecuado para el calentamiento de dicho reactivo líquido por encima de una temperatura mínima requerida para generar el vapor bajo régimen de ebullición por películas o nucleada.

5 16. Dispositivo según la reivindicación 15, que comprende además:

un alimentador de líquido (2, 6, 12, 22) para alimentar el reactivo líquido sobre una superficie de vaporización (21a) de dicho plato de vaporización (21, 21', 210);

10 una tapa (23) colocada por encima de dicha superficie (21a), para formar una cámara de vaporización (30) adecuada para recoger el vapor; y

un conducto de salida (24) para permitir la salida del vapor de dicha cámara de vaporización (30).

15 17. Dispositivo según la reivindicación 16, en el que el alimentador de líquido (2, 6, 12, 22) comprende una línea de flujo de líquido (12) provista de una válvula de control de flujo (6).

20 18. Dispositivo según la reivindicación 17, que comprende además un sensor de presión (32) colocado en el interior de la cámara de vaporización (30) y un circuito de control (56) para controlar el funcionamiento de dicha válvula de control de flujo (6) según una señal de dicho sensor de presión.

25 19. Dispositivo según la reivindicación 16, que comprende además al menos un plato de vaporización adicional (211) según cualquiera de las reivindicaciones 8 a 15, colocado debajo de dicho plato de vaporización (210) para recibir una parte residual de dicha corriente de reactivo líquido de dicho plato de vaporización (210), y al menos un sistema de calefacción adicional asociado a dicho plato de vaporización adicional (211).

30

35

40

45

50

55

60

65

FIGURA 1

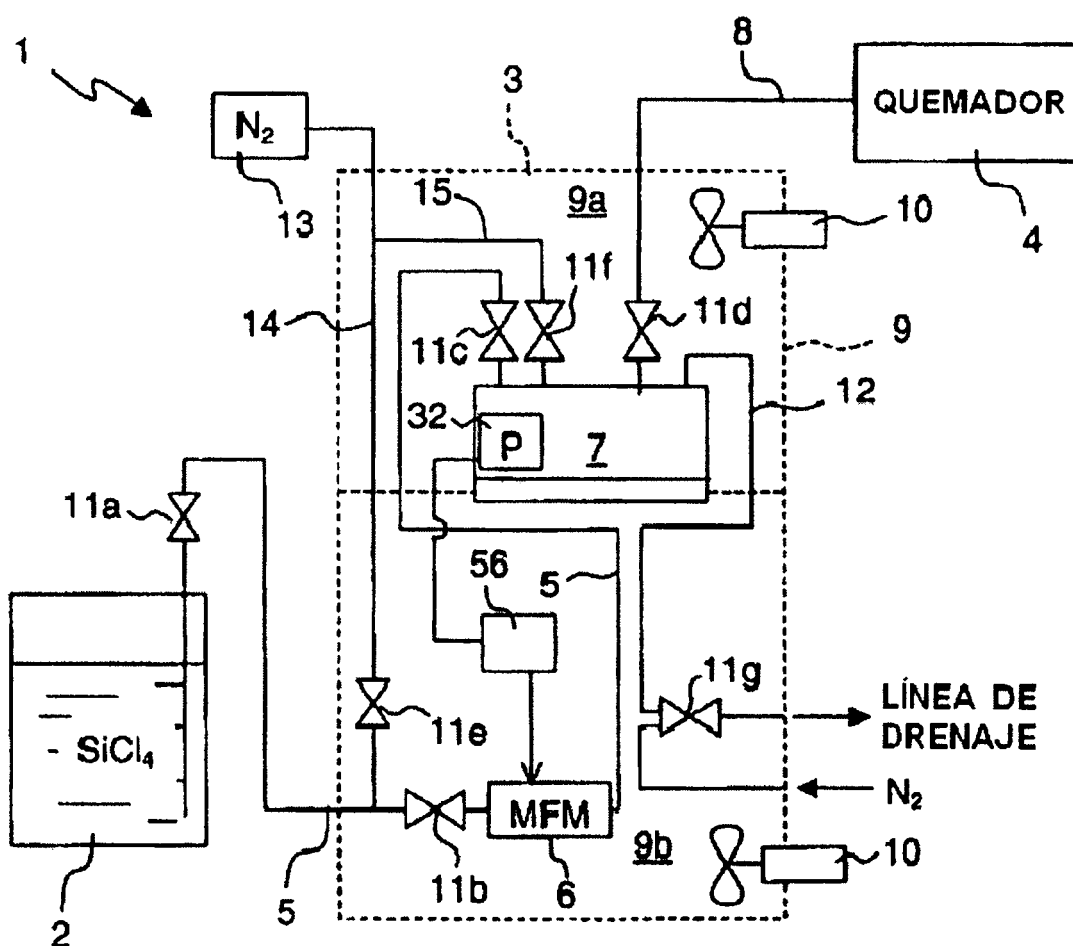
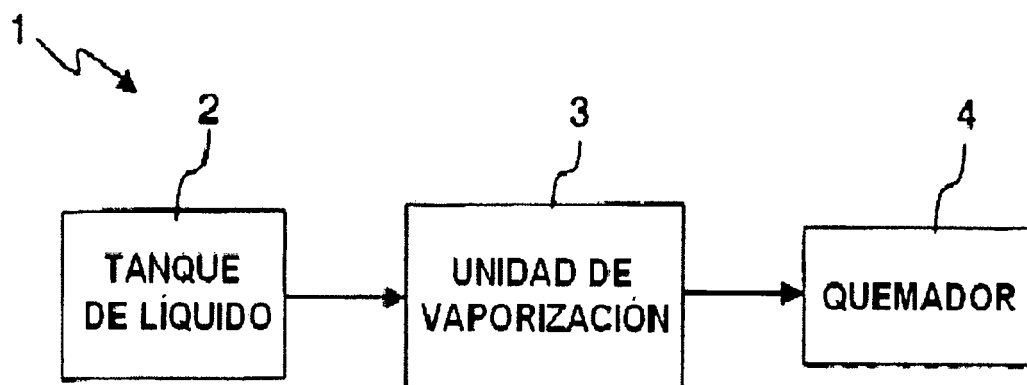


FIGURA 2

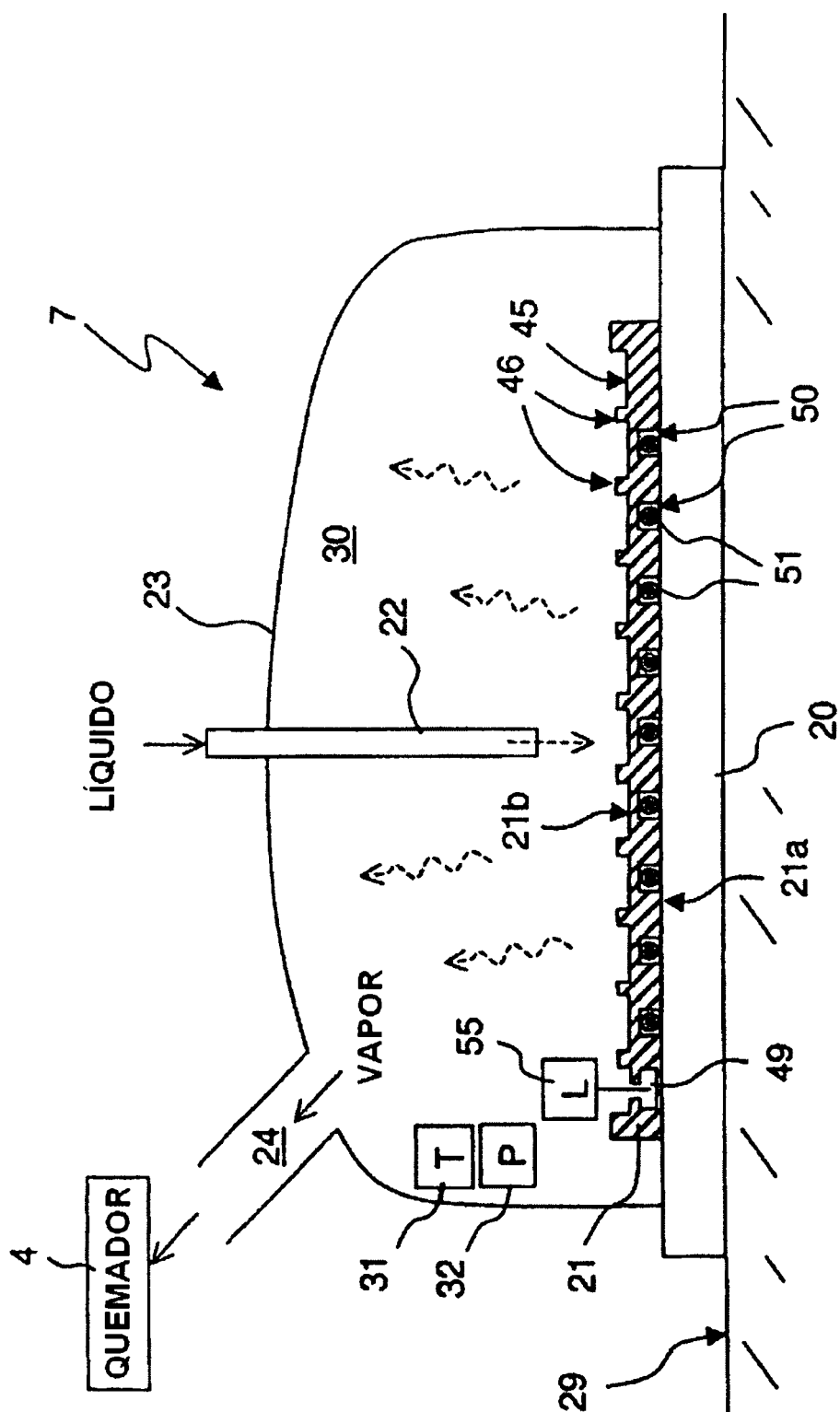


FIGURA 3

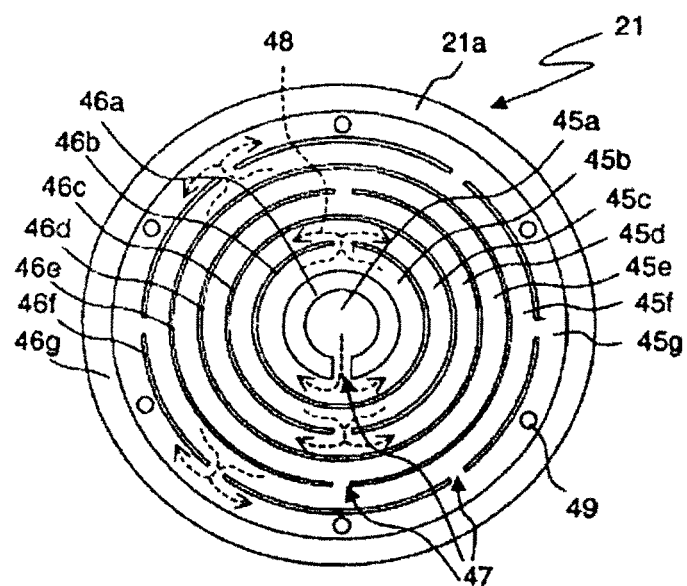


Fig. 4

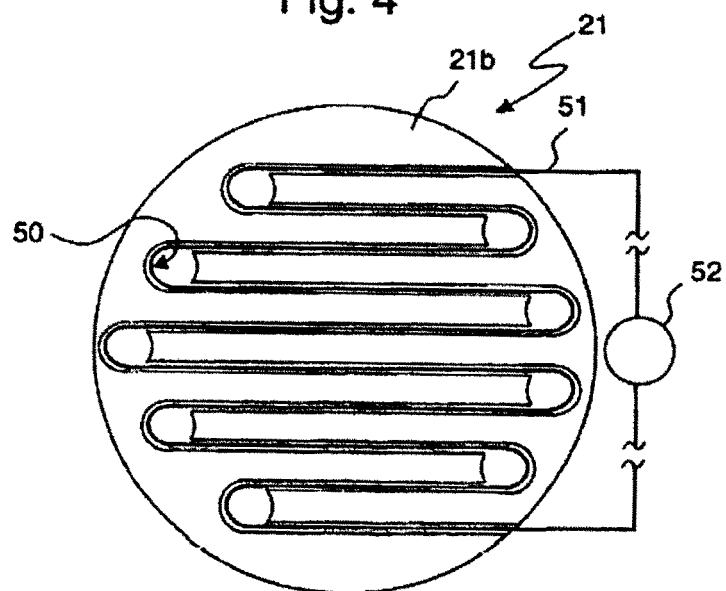


Fig. 5

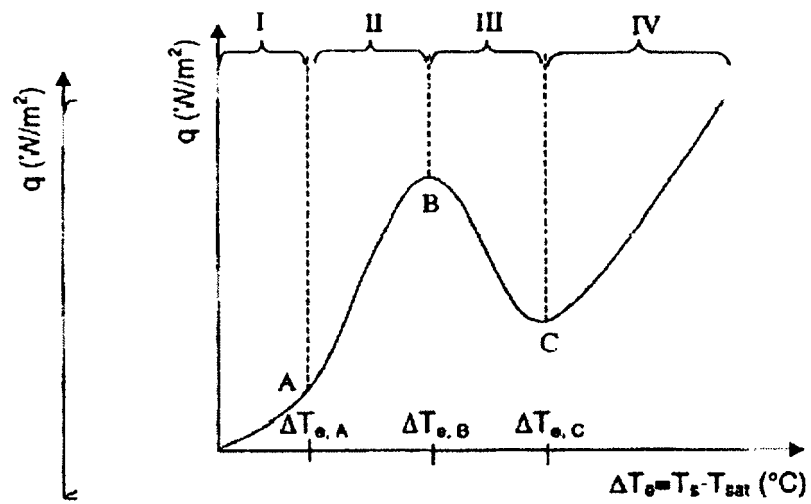


Fig. 6

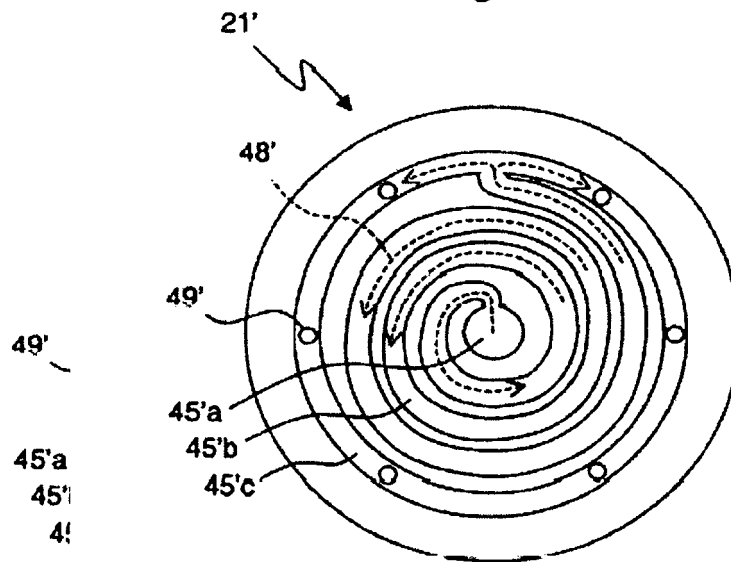


Fig. 7

