

198347



198347

M E M O R I A D E S C R I P T I V A
DE UNA PATENTE DE INVENCION, POR VEINTE AÑOS EN ESPAÑA, A FAVOR
DE UNIVERSITE LIBRE DE BRUXELLES, DE NACIONALIDAD BELGA, RESI-
DENTE EN BRUSELAS (Bélgica), 50, avenue Franklin Roosevelt,
s o b r e:

"PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE FLUORURO"

-o-o-o-o-o-o-o-o-o-

El presente invento hace referencia a un procedimiento de
fabricación de fluoruro.

En los procedimientos hasta ahora conocidos, se utiliza
por lo general el fluor ó ácido clorhídrico, cuyo empleo es di-
5 fícil y delicado, tanto más cuanto estos cuerpos son sumamente
nocivos.

El presente invento, tiene por objeto eliminar estos incon-
venientes.

A este efecto, el procedimiento que constituye el objeto
10 del presente invento y para la fabricación de fluoruro, un óxido



198347

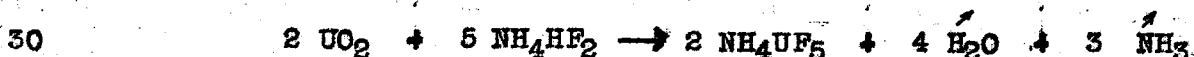
5 del metal correspondiente es mezclado a un fluoruro de amonio para formar un fluoruro doble sometido seguidamente y mediante calentamiento, a descomposición. Este procedimiento es particularmente aplicable a la preparación del tetrafluoruro de uranio UF₄ a partir de un óxido de uranio.

10 Con arreglo a una forma de ejecución sumamente ventajosa del objeto del presente invento, 100 partes de óxido de uranio UO₂ son mezcladas a 66 partes de fluoruro ácido de amonio NH₄HF₂. Esta mezcla es sometida seguidamente a reacción por calentamiento progresivo hasta alcanzar una temperatura de 150° C, siendo mantenido durante una hora a dicha temperatura. Tras lavado, filtrado y secado, la preparación obtenida es calentada hasta una temperatura límite de 400° C.

15 Otros detalles y particularidades del presente invento, podrán fácilmente apreciarse de la descripción de un procedimiento de fabricación de un fluoruro que, a título de ejemplo no limitativo de los fines del invento, se da a continuación.

20 Según el invento, se mezcla íntimamente a un fluoruro de amonio, un óxido metálico. Esta mezcla es tratada a fin de provocar la formación de un fluoruro doble que seguidamente es sometido, por calentamiento a una descomposición que produce el fluoruro deseado.

25 Este procedimiento es aplicable en particular, a la fabricación del tetrafluoruro de uranio UF₄. En este caso, el óxido utilizado es, con preferencia, el óxido de uranio UO₂ el cual es mezclado al fluoruro ácido de amonio NH₄HF₂, más bien que al fluoruro neutro NH₄F. Se provoca la formación de fluoruro doble de amonio y de uranio, que se produce según la reacción simbolizada por :





198347

5 Las cantidades puestas en presencia corresponden a las proporciones moleculares con un exceso de fluoruro ácido de amonio, al menos de un 20%. Este exceso será ventajosamente del orden de un 25%. Así, se mezclarán por ejemplo, 100 partes de óxido de uranio UO_2 con 66 partes de fluoruro de ácido de amonio NH_4HF_2 .

10 La formación de fluoruro doble de amonio y de uranio NH_4UF_5 comienza a la temperatura ordinaria y se manifiesta por un cambio de color de la mezcla que pasa del verde parduzco al verde oscuro. La reacción se caracteriza por un desprendimiento gaseoso principalmente de amoníaco y de vapor de agua. Para favorecerla de la mejor manera posible y eliminar el agua y el amoníaco en formación, se somete la mezcla a un calentamiento progresivo hasta alcanzar una temperatura de $150^\circ C$. manteniéndose durante una hora a dicha temperatura. Es conveniente no sobrepasar ésta última a fin de evitar las pérdidas de fluoruro ácido de amonio NH_4HF_2 . En las condiciones precitadas, la reacción es por otra parte, completa.

20 Con preferencia suele operarse mediante un horno vertical coronado por un condensador que permite recuperar el fluoruro ácido de amonio NH_4HF_2 que, encontrándose en exceso en la mezcla tratada, se sublima parcialmente. Esta mezcla es colocada en un crisol cilíndrico resistente a la acción de los fluoruros y hecho, por ejemplo, de cobre, de plata o de platino.

25 El producto obtenido es sometido a un lavado con agua acidulada por el ácido nítrico. Este lavado es seguido de una filtración cuyo residuo sólido retenido contiene el fluoruro doble de amonio y de uranio NH_4UF_5 insoluble. Los restos eventuales de óxido de uranio UO_2 no transformado y, en caso dado, de oxifluoruros, son así eliminados.

30

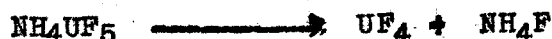


198347

El residuo mencionado es seguidamente lavado con agua destilada y con alcohol, secándose después en vacío. Este secado puede hacerse igualmente en una estufa, a una temperatura de unos 110°C. Por lo general, dicho residuo contendrá fluoruro ácido de amonio en estado libre, que será eliminado por sublimación en el curso de la fase siguiente del procedimiento, que consiste en descomponer por calentamiento el fluoruro doble NH_4UF_5 .

Este último compuesto es estable al aire y a la temperatura ordinaria, lo que permite su fácil almacenamiento.

El fluoruro doble NH_4UF_5 se descompone bajo la acción del calor, según una reacción simbolizada por la siguiente fórmula:



para dar un tetrafluoruro de uranio UF_4 .

En el procedimiento que constituye el objeto del presente invento, el residuo que contiene el fluoruro doble NH_4UF_5 es calentado hasta un límite de temperatura de 400°C, preferentemente en vacío y en un horno de condensador de platillos. Este calentamiento puede efectuarse igualmente, colocando el residuo en un espacio atravesado por el gas inerte, por ejemplo el anhídrido carbónico CO_2 o el azoe N_2 ; se utiliza entonces un horno eléctrico horizontal que comprende una zona de calentamiento y otra de condensación.

Es conveniente no sobrepasar la temperatura de 400°C puesto que, por encima de la misma, el fluoruro de uranio UF_4 tiene tendencia a descomponerse. El fluoruro doble NH_4UF_5 tratado, será extendido para favorecer la sublimación del fluoruro de amonio que es así abastado. A este efecto, se dispondrá unas nacelas o molduras poco profundas que resistan a la acción de los fluoruros. Estas nacelas podrán estar hechas, por ejemplo a base de cobre, de plata, de platino, según el grado de pureza que se de-



198347

5 see obtener para el tetrafluoruro de uranio. ^Está igualmente indicado el disponer en la zona de condensación del horno utilizado, un condensador para recuperar el fluoruro de amonio neutro que se desprende, es decir el fluoruro de amonio neutro procedente de la descomposición del doble fluoruro NH_4UF_5 . Una vez concluida esta fase del procedimiento, el tetrafluoruro de uranio UF_4 queda por completo separado.

10 Ni que decir tiene que el procedimiento que constituye el objeto del presente invento puede ser utilizado para la reparación del tetrafluoruro de uranio UF_4 , a partir de cualquier otro óxido de uranio UO_3 ó bien el U_3O_8 . Por otra parte, el óxido de uranio tratado puede ir mezclado, al principio de la operación con el fluoruro neutro de amonio NH_4F , en lugar del fluoruro ácido NH_4HF_2 .

15 ^Este procedimiento permite así la fabricación de fluoruro evitando el empleo del fluor o del ácido fluoshídrico. Asimismo presenta la ventaja de llevar a la formación de un fluoruro doble, sumamente estable el cual puede fácilmente ser almacenado.

20 ^Deberá tenerse muy presente que el presente invento no está en modo alguno limitado al procedimiento anteriormente descrito, sino que por el contrario pueden introducirse al mismo numerosas variantes sin salirse por ello del marco del mismo.

De acuerdo con dicho procedimiento, podrían igualmente fabricarse fluoruros de torio, berilio, zirconio, etc.,.

25

NOTA

En resumen la presente patente de invención recaerá sobre las siguientes reivindicaciones:

30 1ª.-Procedimiento de fabricación de fluoruro, caracterizado por el hecho de que el óxido de un metal correspondiente es mezclado a un fluoruro de amonio a fin de formar un fluoruro doble



sometido seguidamente y por el calor, a descomposición.

5 2^a.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1^a, caracterizado por el hecho de que en la fabricación del tetrafluoruro de uranio (UF_4), el óxido de uranio es mezclado a un fluoruro de amonio cuya cantidad o contenido presenta un exceso al menos de un 20% de la cantidad teórica necesaria.

10 3^a.- Procedimiento, de acuerdo con cualquiera de las dos reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que el fluoruro de amonio mencionado anteriormente es el fluoruro ácido (NH_4HF_2).

4^a.- Procedimiento, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 2^a y 3^a, caracterizado por el hecho de que el indicado óxido es el óxido de uranio (UO_2).

15 5^a.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 4^a, caracterizado por el hecho de que 100 partes de óxido de uranio (UO_2) son mezcladas a 66 partes de fluoruro ácido de amonio (NH_4HF_2).

20 6^a.- Procedimiento, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 4^a y 5^a, caracterizado por el hecho de que la mezcla de óxido de uranio (UO_2) y de fluoruro ácido de amonio (NH_4HF_2) es sometida a reacción mediante un calentamiento progresivo hasta alcanzar la temperatura de los 150°C, manteniéndose durante una hora a ésta temperatura.

25 7^a.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 6^a, caracterizado por el hecho de que el producto de la reacción mencionada es sometido a un lavado con agua acidulada por el ácido nítrico; éste lavado es seguido de la filtración a fin de retener un residuo sólido que contenga el fluoruro doble de amonio y de uranio.

30 8^a.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 7^a, ca-



198347

racterizado por el hecho de que el residuo anteriormente citado es sucesivamente lavado con agua destilada y con alcohol y seguidamente secado.

5 9^a.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 8^a, caracterizado por el hecho de que el residuo mencionado es secado en vacío.

10 10^a.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 8^a, caracterizado por el hecho de que el residuo precitado es secado en una estufa a una temperatura de 110°C.

11^a.- Procedimiento, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 2^a a 10^a, caracterizado por el hecho de que la preparación que contiene el fluoruro doble de amonio y de uranio, es calentada hasta un límite de temperatura de los 400°C.

15 12^a.- Procedimiento, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 11^a, caracterizado por el hecho de que la preparación que contiene el fluoruro doble es calentada en vacío.

20 13^a.- Procedimiento, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 11^a, caracterizado por el hecho de que la preparación que contiene el fluoruro doble es calentada en un espacio atravesado por el gas inerte.

14^a.-PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE FLUORURO.

Según se describe en la presente memoria que consta de siete hojas escritas a máquina.

Madrid, 9 5 JUN 1951