



253275

MEMORIA DESCRIPTIVA

de la Patente de Invención que solicita la JUNTA DE ENERGIA NU  
CLEAR, con domicilio en Madrid, calle Serrano nº 121, por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA PROTECCION DEL GRAFITO EN LA  
PRODUCCION DE TETRAFLUORURO DE URANIO Y TORIO"

El invento se refiere a un procedimiento para proteger el  
grafito, en la obtención de fluoruros de uranio o torio por trata-  
miento de los compuestos de uranio o torio con fluoruro gaseoso,  
en recipientes, muflas o cámaras de reacción, construidas o reves-  
5 tidas con grafito.

Uno de los métodos de obtención de los tetrafluoruros de ura-  
nio o torio nuclearmente puros, consiste en la fluoruración directa  
de los correspondientes compuestos con fluoruro amónico gaseoso. A  
tal fin, en el caso del uranio, se parte de uranato amónico y se  
10 trabaja a temperaturas que oscilan entre 500 y 600°C. Para la



253275

-2-

15 ejecución técnica de ese proceso se pensó en utilizar el grafito como elemento constructivo por ser buen conductor del calor, así como por ser el material más favorable desde el punto de vista del ataque de los productos químicos, que intervienen en él, no sólo en la cámara de reacción sino en las instalaciones e instrumentos auxiliares, como por ejemplo, los destinados a producir la vaporización del fluoruro amónico.

20 Se ha comprobado, sin embargo, que el grafito no es apropiado en todos los casos para estos fines, ya que tiene poros que pueden afectar a la impermeabilidad, al gas, de la cámara de reacción, y que, además puede dar lugar a contaminaciones perjudiciales para la pureza nuclear requerida para tales materias. Esto se refiere principalmente al caso en que los compuestos de uranio o torio se aplican en forma de terrones o granulado grueso, ejerciendo cierto roce sobre las paredes de las muflas, tubos o cámaras de reacción, bien sean estos totalmente de grafito o solamente tengan un revestimiento de este material.

25 Se ha descubierto por los inventores que puede aislarse totalmente la influencia del grafito, en el tratamiento de compuestos de torio y uranio con fluoruro amónico gaseoso si la superficie de las partes de grafito sometidas a la acción del fluoruro amónico o del tetrafluoruro de uranio o torio han sido previamente recubiertas con el fluoruro que se forma, en el citado método, es decir de una capa de tetrafluoruro de uranio o de torio. Estas capas han resultado ser, obtenidas en condiciones adecuadas, totalmente herméticas al gas, al mismo tiempo, que, lo suficientemente tenaces y duras para responder a todas las exigencias del proceso.

35 Así mismo, se ha comprobado experimentalmente, la resistencia de los revestimientos a los cambios bruscos de temperatura entre 40 600°C y la ambiente, lo que garantiza la estabilidad de dichos revestimientos. Esta estabilidad es debida a los valores anormalmente bajos de los coeficientes de dilatación de los dos materiales,



253275

45 y a las pequeñas diferencias existentes entre ellos, como se observa en los valores que se han obtenido experimentalmente y que se señalan en la tabla y en la figura que se adjunta. El grafito utilizado para estas pruebas fué uno de fabricación normal, empleado para la fabricación de muflas de fluoruración, ligeramente poroso y con buenas propiedades mecánicas. Otra de las ventajas del proceso es que basta con una capa relativamente delgada para conseguir el efecto apetecido, y de esta forma aunque se emplee a tal fin el tetrafluoruro de uranio, de costo elevado, la economía del proceso no se ve amenazada. Además, debe tenerse en cuenta que siempre es posible recuperar el fluoruro utilizado como capa o impregnación de las piezas de grafito ya usadas.

55 Para llevar a cabo la impregnación o aplicación de capas, se sitúan en el interior de las piezas acabadas de grafito, que hay que recubrir o impregnar, un núcleo adecuado a su forma interior, de modo que entre el núcleo y la superficie a recubrir quede un espacio anular. Este espacio anular, bien se rellena con el correspondiente fluoruro y se funde la masa apisonada, o bien se vierte el fluoruro ya fundido en dicha cámara anular. En todo caso es necesario que la fusión tenga lugar a una temperatura que oscile entre los 900 ó los 1100° en una atmósfera de gas inerte, como por ejemplo, argón, nitrógeno, etc, dejando enfriar en una atmósfera inerte también.

60 Después de enfriada se retirará el núcleo interior, de forma que, la superficie interior de la pieza acabada de grafito, que puede ser un tubo, una mufla, etc. quede recubierta con una capa firme, duradera y lisa de fluoruro. El espesor de la capa, cuando solamente se desee una impregnación para cerrar los poros, oscilará entre 0,5 y 3 mm..

70 El núcleo puede hacerse de grafito, pero solamente, en este caso, podría retirarse por taladro. Si por ejemplo, se elige otro material para la fabricación del núcleo (acero, por ejemplo o cualesquiera otro metal de punto de fusión elevado), el núcleo puede quitarse con



253275

-4-

75 una presión ligera. Como es lógico para conseguir una buena superficie de revestimiento de fluoruro deberá cuidarse que el núcleo sea totalmente liso por lo que se recomienda pulir la superficie de los núcleos de acero.

80 O si el recubrimiento se realiza, con capas muy delgadas, se caliente previamente la pared a recubrir, a una temperatura entre 50 y 200° rociándola o pintando sobre ella con una dispersión de fluoruro de uranio o torio, el cual se ha obtenido por molienda de una masa de tetrafluoruro de uranio o torio fundida entre 900 y 1.000°C, o cualquier otro compuesto que forma fluoruro. Se reco-  
85 miendan como compuestos de uranio o torio, principalmente los fluoruros, con una granulometría inferior a 100 $\mu$  preferentemente en dispersiones acuosas. El fluoruro separado de la dispersión se adherirá por fusión sobre la pared, o bien queda sinterizado, después que el revestimiento se ha secado en atmósfera inerte, a tem-  
90 peratura de 100 a 110°C. Como alternativa de lo expuesto anteriormente también puede procederse como sigue: se introducirá el fluoruro en el espacio a revestir, por ejemplo un tubo, y se hará girar este en el sentido de su eje longitudinal colocado horizontalmente hasta que se alcance la temperatura de fusión del fluoruro  
95 y este haya formado un revestimiento uniforme de la superficie interior, luego se procederá a su solidificación bajo gas inerte. Con gas de protección además de gas inerte podrá utilizarse, desde luego, un gas que contenga gas fluorhídrico, o en general un medio de efectos fluorurantes.

#### REIVINDICACIONES

100 1ª.- Procedimiento para la protección del grafito utilizado en la producción de tetrafluoruros de uranio o torio, caracterizado por el hecho de que las superficies de grafito que han de ponerse en contacto con las sustancias que contienen fluoruro, van recubiertas con una capa de fluoruro de uranio o torio.



253275

105            2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por la colocación de un núcleo de grafito o acero de forma adecuada a la superficie interior de los cuerpos acabados de grafito a revestir, rellinando el espacio anular que queda libre con fluoruro de uranio o torio fundidos entre 900 y 1.000° en una atmósfera de gas inerte, retirando el núcleo una vez se haya producido la solidificación.

115            3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por la introducción de la capa de compuestos de uranio o de torio utilizados, preferiblemente después de la calcinación a temperaturas entre los 900 y los 1.000° y en dispersión sobre las superficies de grafito después de secas a 100/110° quedando sinterizadas o fundidas, bajo atmósfera inerte.

120            4ª.- Procedimiento según reivindicaciones 1 y 3 caracterizado por la introducción de la dispersión mediante rocío sobre la superficie de grafito calentada de 50 a 200°C.

              5ª.- Procedimiento, según reivindicaciones 1, 3 y 4 caracterizado porque la aplicación de los compuestos de uranio o torio se lleva a cabo en suspensión acuosa, de granos de unas 100µ.

125            6ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1, 3 y 4 caracterizado porque la aplicación de los compuestos de uranio o torio, en el espacio a revestir, se realiza haciendo luego girar este alrededor de su eje longitudinal, con calefacción simultánea, hasta conseguir la obtención de un recubrimiento uniforme.

130            7ª.- "Procedimiento para la protección del grafito en la producción de tetrafluoruro de uranio y torio", tal y como se describe en el cuerpo de esta memoria que consta de cinco folios escritos por una sola cara y un gráfico.

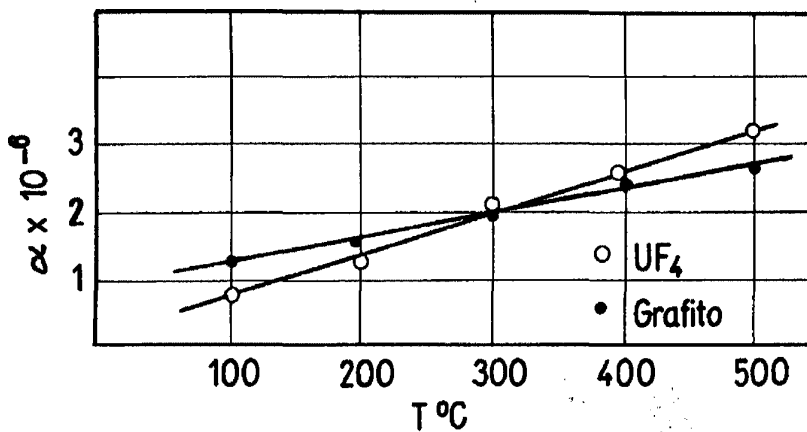
Madrid, a cuatro de octubre de mil novecientos cincuenta y nueve.



## TABLA DE COEFICIENTES DE DILATACION DE UF<sub>4</sub> Y GRAFITO

°C	$\alpha \times 10^{-6}$	
	UF <sub>4</sub>	Grafito
100	0,8	1,3
200	1,3	1,6
300	2,1	2,0
400	2,6	2,4
500	3,2	2,7

### REPRESENTACION GRAFICA DE LOS COEFICIENTES DE DILATACION DE UF<sub>4</sub> Y GRAFITO.



Madrid, 5 Noviembre de 1.959

*[Handwritten signature]*