



264296

Memoria descriptiva de la Patente de Invención que solicita la JUNTA DE ENERGIA NUCLEAR, residente en Madrid, calle de Serrano 121, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE PIEZAS Y ELEMENTOS CALEFACTORES, ANTICORROSIVOS Y ANTICONTAMINANTES, ESPECIALES PARA PROCESOS DE FLUORURACION".

5 El presente invento se refiere a un procedimiento de fabricacion de un nuevo material anticorrosivo y de elementos de calefacción, compuestos de una resistencia embebida en un soporte de dicho material, así como de piezas del mismo en forma de mufas, placas, tubos, barras, cápsulas, crisoles, fundas de termopares, etc. Tiene una aplicación general en los procedimiento fluorurantes, y especial en aquellos que tienen lugar en la obtención de los metales de uranio y torio.

10 Como es bien sabido, en los procesos fluorurantes que se utilizan en la industria nuclear, es preciso que los aparatos empleados reúnan dos condiciones: por un lado deben resistir la acción de las atmósferas, a que están sometidos, y por otra parte no deben contaminar las materias tratadas. Es-

15 tas condiciones implican, o bien el empleo de aleaciones costosas, o bien la utilizacion de revestimientos. Con el nuevo material, anticorrosivo y anticontaminante, se dispone de un elemento de construcción absolutamente inerte frente a dichas atmósferas y totalmente anticontaminante de los productos que

20 sobre él se depositan, siendo su coste extraordinariamente inferior a los de las aleaciones costosas a que antes aludiamos, reuniendo tambien la ventaja de efectuar, cuando se trate de



264296

25 elementos calefactores, una transmisión eficaz del calor, eliminando el gradiente de temperatura creado cuando se emplean revestimientos.

30 Lo anteriormente indicado tiene aplicación directa e inmediata, en la fabricación de uranio o torio, o alguno de sus compuestos, pero ello no limita el campo de utilización de este nuevo material, el cual ofrece otras muchas posibilidades como son todas aquellas en que sea posible la sustitución del grafito, el monel, el iconel, platino,, etc. por este nuevo material, cuya patente se solicita. Otro caso particular de aplicación, es la protección de piezas de acero inoxidable y de termopares, embebiendolos en él.

35 El procedimiento de obtención de este material es por fusión y enfriamiento lento, en moldes de grafito ó acero inoxidable, de mezclas de fluoruro de calcio y magnesio. Estos fluoruros no reaccionan con el ácido fluorhídrico y en ello radica su poder anticorrosivo y sus aplicaciones para los tratamientos fluorurantes. La mezcla fundida tampoco reacciona con ninguno de los tres materiales siguientes: grafito, acero inoxidable e hilo de resistencias eléctricas, tipo nichrome.

45 En el diagrama de equilibrio de fases de los dos fluoruros de calcio y magnesio se observa la existencia de un eutéctico, por lo cual la fusión puede realizarse a temperaturas convenientemente bajas, pudiendo efectuarse en vacío, o bien en atmósfera inerte. En el primer caso puede aplicarse la colada por cualquiera de los procedimientos normales, y en el segundo se debe hacer por colada invertida para no tener porosidad.

50 Ya se comprenden las ventajas que para la operación de colada, y conservación de los moldes en todos sus aspectos, representan la baja temperatura de operación y la falta de reacción a que antes aludíamos.

55 Durante el enfriamiento, la mezcla fundida solidifica, tomando la forma exacta del molde, por complicada que sea, sin experimentar contracción ni alabeo alguno como sucede con los



200296

60 El calor de formación de los fluoruros de calcio y magnesio indica bien su gran estabilidad, siendo su resistencia al ataque del uranio fundido y a la acción reductora del calcio, superior a la de óxidos tan altamente refractarios como la alúmina y la toria.

65 La resistencia al ataque de los agentes fluorurantes, es en estos materiales superior a la de los sinterizados de fluorita, pues mientras estos se disgregan, por el fluoruro amónico fundido, los primeros permanecen inalterables.

Otra ventaja muy notable es que este material, como sucede con los metales, puede refundirse y volverse a colar.

70 La fabricación de los elementos calefactores se hace por el mismo procedimiento, colodando previamente la resistencia, que es de nichrome, dentro del molde en la misma posición que ha de tener en el soporte, y por lo que antes indicamos de su pasividad frente a dicho material de resistencia eléctrica, este no sufre ninguna alteración. Esta misma pasividad la tiene el material en servicio, durante el calentamiento del hilo de la resistencia y así los elementos calefactores fabricados de esta manera pueden emplearse hasta 900°C, cuyo límite viene impuesto no por el peligro de ataque de la resistencia por el soporte, sino por el rebladecimiento de este, que coincide con el punto de fusión del eutéctico, de 944°C.

85 Los soportes de los elementos de calefacción tampoco se agrietan durante la solidificación, a pesar de llevar embebida la resistencia. El agrietamiento no se produce, ni durante la solidificación del soporte ni durante el uso del elemento, debido a la circunstancia favorable de tener, el material anticorrosivo el mismo coeficiente de dilatación que el nichrome, lo que garantiza su acorde dilatométrico durante los calentamientos y enfriamientos.

90 Las materias primas son la fluorita y el fluoruro magnésico. La primera es un producto comercial barato y la segun-



264296

95 de polivinilo, en soluciones de fluoruro amónico y cloruro magnésico, eliminando el ácido clorhídrico y cloruro amónico del precipitado por desecaciones, y lavados sucesivos y calcinación posterior a 600°C.

100 La calidad cerámica de los materiales obtenidos, de naturaleza macrocristalina, es muy superior a la de los materiales sinterizados a base de fluorita, análogamente a lo que sucede con otros materiales, tales como la alúmina electrofundida, el "piroceram" etc., obtenidos por estos procedimientos de fusión y colada en moldes, más propios de la metalúrgia. Su superficie es lisa y aparentemente vitrificada. Su densidad es la máxima, pues su peso específico aparente coincide con su peso específico real y por lo tanto su porosidad es totalmente nula. De sus propiedades mecánicas y termo-mecánicas destacan su resistencia a la abrasión, a la percusión, al choque térmico y al ciclado, comparables con las de los buenos refractarios, así como su resistencia a la deformación bajo carga a elevadas temperaturas, la cual se mantiene hasta el mismo punto de fusión del eutéctico. Los valores de estas magnitudes son muy superiores a los necesarios para soportar los tratamientos térmicos más rigurosos que pueden darse en las fluoruraciones.

115 En resumen el procedimiento de fabricación de las piezas anticorrosivas con y sin resistencia interior de calefacción, para el cual se solicita el privilegio de patente de invención consta de las siguientes operaciones:

120 1º) Obtención del fluoruro magnésico, por precipitación en caliente mediante la mezcla, en recipientes de polivinilo, de una solución de fluoruro amónico y otra de cloruro magnésico y eliminación del ácido clorhídrico y el cloruro amónico por neutralización, desecaciones y lavados sucesivos y calcinación a 600°C.

125 2º) Mezcla en seco de las materias primas, fluorita y fluoruro magnésico, en las siguientes proporciones:

fluorita: de 40 a 60 %



204296

120

3ª) Fusión en vacío o por colada invertida en atmósferas inertes, entre 950°C y 1.100°C, de la mezcla de fluoruros, en moldes de grafito o acero inoxidable o de ambos materiales, colocando previamente dentro de los moldes la resistencia de nichrome de las características y forma adecuadas, cuando se trate de obtener los elementos de calefacción.

135

4ª) Solificación por enfriamiento lento y desmoldeado de las piezas.

140

Es necesario añadir a lo anteriormente expuesto que los detalles del procedimiento de fabricación, descritos solamente a título de ejemplo, pueden variar sin que por ello se modifique la esencia de la invención, que es la que se desprende de los párrafos anteriores y lo que se reivindica en la siguientes:

REIVINDICACIONES

En resumen, la Patente de Invención que se solicita recaerá sobre las reivindicaciones siguientes:

145

1ª) Procedimiento de fabricación de piezas y elementos calefactores, anticorrosivos y anticontaminantes, especiales para procesos de fluoruración, caracterizado porque la composición de la mezcla para el moldeo de las piezas es la siguiente: fluorita 40 a 60 %; fluoruro magnésico 60 a 40 %.

150

2ª) Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el fluoruro magnésico se obtiene por precipitación en caliente, en recipientes de polivinilo, mediante la mezcla en las proporciones estequiométricas de fluoruro amónico y cloruro magnésico, ambos en soluciones acuosas, y eliminación del ácido clorhídrico y del cloruro amónico por neutralización, desecaciones y lavados sucesivos y calcinación a 600°C.

155

3ª) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el moldeo de las piezas se hace por fusión



160

en vacío o por colada investida en atmósfera inerte, y en moldes de grafito o acero inoxidable o ambos a la vez, de la mezcla de los fluoruros que se relacionan y en las proporciones que se citan y a temperaturas entre 950° y 1.100°C.

165

4º) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la resistencia eléctrica susceptible de ser incluida en las piezas de calefacción es de nichrome y su inclusión se hace colocándola previamente dentro del molde con la misma forma que luego ha de tener.

170


5º) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque después del moldeo se realiza la solidificación de las piezas por enfriamiento lento, y finalmente se desmoldea.

175

6º) Finalmente se reivindica, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita, PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE PIEZAS Y ELEMENTOS CALEFACTORES ANTICORROSIVOS Y ANTICONTAMINANTES ESPECIALES PARA PROCESOS DE FLUORURACION.

Todo conforme queda descrito en la presente memoria que consta de seis hojas escritas a dos espacios y por una sola cara.

Madrid, 20 de enero de 1.961.

 264296