

24 DIC. 1964

304116

P - 27-435

B. 1388.3

Rehecha I

304116

24



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, entidad francesa, establecida en 29, rue de la Fédération, Paris (Sena), Francia, por:

"UN APARATO DE PRECIPITACION CONTINUA DE PLUTONIO EN FORMA DE OXALATO".

El invento tiene por objeto un aparato para la precipitación continua del plutonio en forma de oxalato.

El oxalato de plutonio se prepara generalmente por precipitación a partir de una solución de nitrato de plutonio y de ácido oxálico; esta operación se hace en general en caliente y necesita una purificación ulterior del producto así preparado.

El presente invento tiene por objeto permitir preparar de una manera continua el oxalato de plutonio y purificar éste igualmente de una manera continua.

Según el procedimiento utilizado con la instalación del invento, se realiza la precipitación del plutonio en forma de oxalato a partir de una solución de nitrato de plutonio y de ácido oxálico mezclando estos dos reactivos a temperatura ambiente, siendo luego el oxalato obtenido decantado, y se lava a contra-corriente el precipitado así separado con una solución de ácido nítrico y de ácido oxálico; se recoge el precipitado así lavado en un decantador y se procede finalmente a un lavado a contra-corriente con agua del precipitado precedentemente lavado.

Esta instalación está caracterizada porque comprende un mezclador de preferencia de vidrio, destinado a la realización de la precipitación del oxalato de plutonio, estando este mezclador provisto de un agitador para homogenizar la suspensión de oxalato obtenida, un decantador cilindro-cónico igualmente de vidrio que permite separar el oxalato de plutonio de la suspensión procedente del mezclador, una bomba de trasvase provista de válvulas neumáticas, una primera columna de lavado ácido que tiene la columna de lavado propiamente dicha, un calderín de decantación en la parte alta de la columna y un calderín de recepción del precipitado lavado en la parte baja de la columna, una segunda bomba de trasvase y una nueva columna de lavado destinada al lavado con agua.

El aparato según el invento permite tratar de manera continua un importante volumen de solución, al propio tiempo que respetar las condiciones geométricas evitando alcanzar las condiciones críticas.

Según una característica de la instalación del invento, los dispositivos de trasvase del primer decantador hacia la columna de lavado ácido y del calderín de recepción de es-



ta columna de lavado ácido hacia la columna de lavado con
agua, funcionan bajo un reciclado permanente; el precipi-
tado circula así sobre sí mismo en un bucle cerrado y no
pasa a la columna de lavado dispuesta aguas abajo más que
5 durante un tiempo determinado del ciclo. De este modo, se
evita todo atascamiento del oxalato de plutonio en uno u
otro de estos circuitos.

Según el invento, se realiza así de manera continua
una instalación que es geométricamente segura frente a con-
10 diciones críticas, cualquiera que sea la cantidad de oxala-
to de plutonio presente en la instalación.

Se procede primero a la precipitación del oxalato
de plutonio de una manera conocida a partir de una solución
de nitrato de plutonio y de ácido oxálico. Se realiza luego
15 el lavado ácido del oxalato de plutonio procediendo a con-
tra-corriente y utilizando ventajosamente una mezcla de
ácido nítrico 2N y de ácido oxálico M/100. Este lavado tie-
ne por objeto eliminar las impurezas contenidas en la solu-
ción de nitrato de plutonio, tales como el hierro especial-
20 mente, el uranio y diversos emisores de radiación, por ejem-
plo el zirconio y el niobio.

Se realiza además el lavado con agua del oxalato de
plutonio a contra-corriente y para eliminar los iones nítri-
cos que pueden provocar fenómenos de corrosión durante la
25 fluoración ulterior del oxalato.

Finalmente, el oxalato obtenido conforme al invento
contiene aproximadamente 50 a 70% de agua en peso y se puede
secarlo, por ejemplo, en un horno del tipo de tornillo sin
fin.

30 Se ha dado en lo que sigue, a título de ilustración,

un ejemplo en modo alguno limitativo de realización de una instalación conforme al invento.

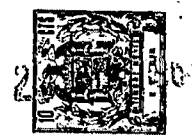
Un mezclador 1 está constituido por un tubo cilíndrico de vidrio, con un diámetro interior de 150 mm. y una altura de 300 mm. siendo su volumen útil de 5.270 c.c. Dos tubos 2 y 3 de polietileno de diámetro interior de 6 mm. se sumergen hasta 20 mm. del fondo del mezclador 1; están opuestos diametralmente y permiten la introducción de los reactivos en la parte baja del aparato. El tubo 2 está unido a un depósito 4 que contiene ácido oxálico, estando dispuesta una bomba 5 en las proximidades del depósito para la dosificación de este ácido oxálico. El tubo 3 está unido a un depósito 6 que contiene la solución nítrica de plutonio, estando prevista una bomba dosificadora 7 para la circulación de la misma.

Otro tubo 8 de polietileno de un diámetro interior de 10 mm está situado contra la pared interior del aparato y sirve de vertedero fijo. Su extremo superior está colocado a 300 mm. del fondo del mezclador 1. Un agitador 9 está previsto en el mezclador 1. Tiene paletas curvas y gira a unas 190 rpm. Permite la mezcla de los reactivos y la homogenización de la suspensión de oxalato de plutonio.

Esta suspensión, después de la mezcla de los reactivos, pasa por el tubo 8 que desempeña el papel de rebosadero, hacia un decantador 10 situado por debajo del mezclador 1 y en la prolongación de éste.

El mezclador 1 tiene en su extremo inferior una tubería provista de una compuerta 8' que permite eventualmente vaciarlo.

Este decantador 10 tiene una forma cilindro-cónica

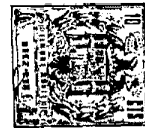


y está hecho de vidrio. Su diámetro interior es de 150 mm., su altura cilíndrica, de 300 mm. el ángulo al vértice del cono es de 60° y su volumen útil es de unos 5.900 c.c. Un tubo de vidrio 11 de 10 mm. de diámetro, se sumerge hasta
5 6 cm. de la parte alta de la sección cónica del decantador 10; permite la introducción de la suspensión de oxalato de plutonio en la parte baja del decantador. El precipitado se acumula en la parte alta del cono y las aguas madres decantadas son recogidas en la parte superior del decantador 10
10 por un colector periférico 12 y son enviadas por la tubería 13 hacia una instalación de recuperación.

Un dispositivo de trasvase 14 está previsto en la parte inferior del decantador 10. Está constituido por bombas de lodos del tipo "Delasco" o "Maab"; giran a una velocidad de dos a tres vueltas por minuto y cooperan con compuertas neumáticas 15 y 16 según el principio que explicaremos.
15

Estas válvulas, que pueden estar constituidas:
- ya sea por un tubo flexible, por ejemplo de la materia conocida bajo la denominación "Rodorail", insertado en un cárter cilíndrico de acero inoxidable (por inyección de aire comprimido, el tubo se aplasta cerrando toda circulación).
- ya sea por un tubo flexible constituido por ejemplo en un material vendido en el comercio bajo la denominación "Rodorail"
25 o "neopreno", que es aplastado en una longitud de unos 15 mm. por medio de un gato neumático, permiten realizar un reciclado permanente del precipitado en un circuito en forma de bucle cerrado.

En efecto, la bomba de trasvase 14 aspira el precipitado en la parte baja del decantador 10 y lo impulsa a la cana-
30



lización 17. Una canalización de derivación 18 permite solamente de vez en cuando enviar una parte del precipitado a la continuación de la instalación.

5 Así, funcionando la bomba de trasvase 14 de una manera permanente, las dos compuertas 15 y 16 montadas en oposición permiten:

- a) ya reciclar el precipitado de oxalato de plutonio al decantador 10 por cierre de la compuerta 16 y apertura de la compuerta 15;
- 10 b) ya hacer pasar el precipitado de oxalato de plutonio del decantador 10 a la columna 19 por cierre de la compuerta 15 y apertura de la 16.

Por ejemplo, se puede introducir el precipitado de oxalato de plutonio en la columna 19 durante 4 a 5 segundos
15 (operación b) anterior) cada tres minutos (operación a y b)). Esta columna 19 está constituida por tres partes: la columna de lavado propiamente dicha 19a constituida por un tubo de vidrio de diámetro interior de 40 mm. y de altura total de 500 mm; en el interior de este tubo de vidrio está dis-
20 puesto un tubo fijo de acero inoxidable de 35 mm. de diámetro, que lleva en su periferia aletas tales como 20, inclinadas a 60° sobre la horizontal. Estas aletas crean torbellinos en el líquido de lavado que circula de abajo hacia arriba en el espacio anular de unos 2,5 mm. de diámetro.

25 El precipitado es introducido en la parte alta de la columna y desciende por gravedad en este espacio anular, al paso que la solución de lavado ácido que viene del depósito 21 es introducida en la parte inferior de la columna por medio de una bomba 21' por el tubo 22 y circula de abajo hacia
30 arriba en el mismo espacio anular. Esta solución de lavado



atraviesa un calderín de decantación 23 dispuesto en la columna de lavado propiamente dicha y constituido por una pieza de vidrio cilindro-cónica. Su diámetro interior es de 150 mm. su altura cilíndrica, de 300 mm y su altura total, de unos 400 mm; el ángulo al vértice del cono es de 60° y el volumen total es de 5.900 c.c. Este calderín de decantación permite evitar el arrastre del precipitado.

La solución de lavado es recogida por un canal periférico 24 dispuesto en la parte superior del calderín de decantación 23 y es enviada por la canalización 25 hacia la instalación de recuperación.

El precipitado lavado en la columna 19a es recogido en la base de ésta en un pequeño decantador 26 de forma cilindro-cónica, constituido por una pieza de vidrio de diámetro interior de 100 mm., de altura cilíndrica de 150 mm y de altura total de 200 mm. El ángulo al vértice del cono es de 60° y el volumen total del calderín de recepción 26 es de unos 1.800 c.c.

El precipitado que se encuentra en el calderín de decantación 26 es recogido por una bomba de transferencia 27 análoga a la bomba 14. Unas compuertas 28 y 29 desempeñan la misma función que las compuertas 15 y 16 antes descritas. El precipitado procedente del calderín de decantación 26 es así enviado por la canalización 30 a la columna de lavado con agua 31. Esta columna recibe en su parte inferior, por la canalización 32, agua desmineralizada procedente de un depósito 33 por medio de una bomba 33'; es idéntica a la columna 19 en cuanto a su constitución y tiene un calderín de decantación superior 34 provisto de un casquete periférico 35 y de una canalización de evacuación 36 y de un calde-



rín de decantación inferior 37 del cual es extraído el oxalato de plutonio purificado por una bomba de trasvase 38 análoga a las anteriormente descritas.

5 La extracción tiene lugar como se ha indicado antes procediendo al reciclado y a una toma durante un tiempo limitado, gracias a las compuertas 39 y 40.

La canalización de evacuación 41 permite llevar el oxalato de plutonio lavado hacia una instalación de secado.

10 El conjunto de la instalación así descrita está dispuesto en un recinto de protección, constituido por ejemplo por una caja que está representada en la figura en trazos mixtos.

15 En la instalación según el invento, todas las etapas, a saber, precipitación, decantación, trasvase del precipitado, lavado ácido, lavado con agua, son continuas, lo que permite obtener rendimientos importantes aunque el volumen del aparato sea reducido e inferior a las condiciones críticas.

20 La realización del invento permite además evitar la presencia de una instalación de filtración y evitar así los riesgos de obstrucción.

La realización del dispositivo de trasvase permite además separar bien las aguas madres de las soluciones de lavado.

25 A título de ejemplo, se puede indicar que en una instalación de ensayo y partiendo de una solución de plutonio impuro que contenía 560.000 ppm de hierro, se ha obtenido un oxalato de plutonio lavado que no daba más que 160 ppm. de hierro. Este factor de descontaminación es tan bueno que permite suprimir la purificación previa por cambia-

30



dor de iones de las soluciones nítricas de plutonio. 24

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Francia el 19 de Septiembre de 1963, bajo el nº PV. 947.959, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

19. - Un aparato de precipitación continua del oxalato de plutonio, que comprende sucesivamente un mezclador alimentado por un conducto de llegada de ácido oxálico y por un conducto de llegada de nitrato de plutonio, que tiene un agitador y una salida por rebose del precipitado de oxalato formado, un decantador, una primera columna de lavado ácido y una segunda columna de lavado con agua, estando el decantador y las dos columnas de lavado unidos entre sí por dispositivos de trasvase.

20. - Un aparato según el punto 1, en el cual cada dispositivo de trasvase está constituido por una bomba de lodos acoplada con dos compuertas neumáticas, realizando el conjunto un circuito cerrado, que comprende una compuerta neumática, en el cual circula el precipitado y del cual es extraído durante períodos limitados de tiempo por medio de una compuerta neumática colocada sobre una rama en derivación de dicho circuito cerrado.

30. - Un aparato según el punto 1, en el cual cada columna de lavado comprende un dispositivo de decantación su-



24

perior y un calderín de decantación inferior unidos por una columna que tiene aletas interiores.

4º. - Un aparato de precipitación continua de plutonio en forma de oxalato.

5 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diez hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

24 DIC. 1964

P. A.

[Handwritten signature]

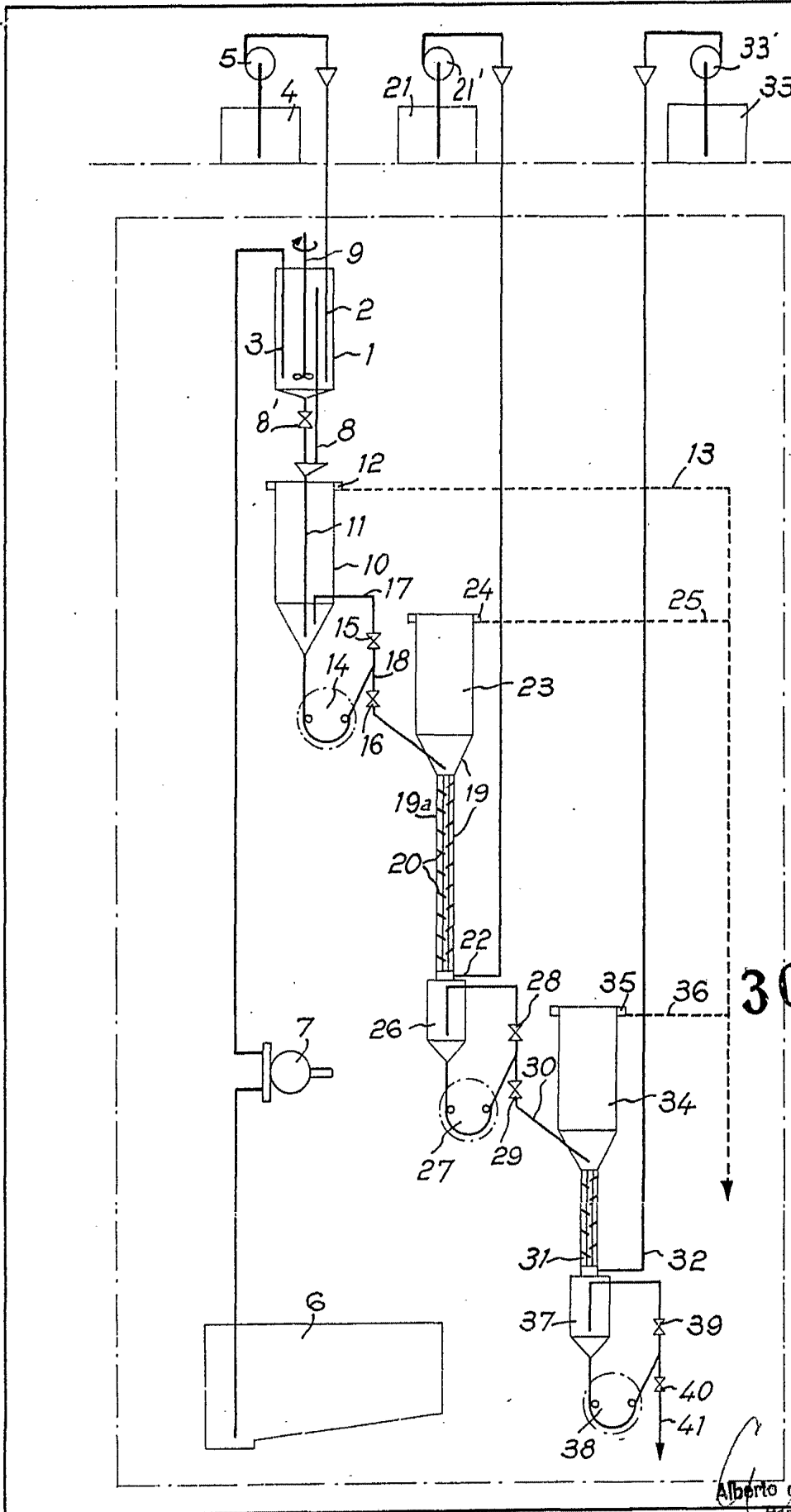
DG/

- 10 -

304116

[Handwritten initials]

ESCALA VARIABLE



Alberto de Elizaburu
París, France