

313629

26 JUL 1965

P- 29.358

JL/CV
3148 - 65= Ref. C.E.A.-
"D.2099+D. 2624 C-
Concentration plutonium".



MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

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

formulada el 1 de Junio de 1.965, con el número 313.629

e n

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, París, Francia, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE OBTENCION EN CONTINUO DE SOLUCIONES PURAS Y CONCENTRADAS DE PLUTONIO"

=====
El presente invento tiene como objeto perfeccionamientos en los procedimientos de purificación y de concentración simultáneas de soluciones diluidas de plutonio.

5 Las soluciones madres de plutonio, obtenidas por ejemplo por ataque nítrico de combustibles nucleares irradiados para la producción de plutonio, presentan en general una pequeña concentración en plutonio y quedan cargadas de productos de fisión incluso si la solu-



ción en cuestión ha sido sometida a un cierto número de tratamientos previos para eliminar de ella la mayor parte de éstos.

5 Se sabe que éstas soluciones madres de plutonio - no solamente deben ser purificadas, sino igualmente concentradas con vistas a las aplicaciones ulteriores de éste elemento, debiendo contener en general las soluciones finalmente obtenidas al menos 10 g. de plutonio por litro de solución.

10 Los métodos más corrientemente utilizados para obtener soluciones concentradas en plutonio consisten: -- bien en concentrar las soluciones madres por evaporación, bien en precipitar el plutonio desde estas soluciones madres y en someter a los precipitados obtenidos
15 a una redisolución acida.

Estos métodos, además de que no permiten purificar el plutonio, están acompañados de numerosos inconvenientes.

En efecto:

- 20 -las soluciones de plutonio pueden polimerizarse en el curso de la evaporación y producir un precipitado de hidróxido de plutonio;
- el control de la valencia de los iones plutonio, especialmente cuando se realiza el procedimiento de evaporación anteriormente indicado, es difícil; en efecto
25 los iones plutonio tienden a oxidarse a la valencia 6 y se requiere entonces un reductor después de esta evaporación para llevar al plutonio a la valencia 4;
- es difícil de realizar un evaporador que funcione con
30 un caudal importante, dado que las cantidades de pluto-

313629

26



nio en presencia dentro del evaporador deben permanecer inferiores a la masa crítica;

-finalmente, la instalación necesaria para la realización de la concentración en plutonio por precipitación de este elemento desde las soluciones madres, es compleja.

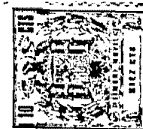
Se ha propuesto igualmente separar el plutonio de dichas soluciones por extracciones selectivas. No obstante, hasta ahora no se había llegado a realizar simultáneamente una purificación y una concentración suficiente de las soluciones finales de plutonio en un número reducido de operaciones de extracción.

El presente invento tiene como fin remediar estos inconvenientes y proporcionar un procedimiento continuo de concentración y de purificación del plutonio por extracción de este elemento desde estas soluciones madres en una sola operación.

Conforme al invento se procede en continuo, en una primera etapa, a una extracción del plutonio de una solución madre de este elemento por una fase orgánica disolvente que circula en contracorriente con esta solución madre y, en una segunda etapa, se vuelve a extraer el plutonio desde esta fase orgánica por una fase acuosa que circula en contracorriente con dicha fase orgánica, siendo reciclada una fracción de la fase acuosa de reextracción o extracción repetida, cargada de plutonio obtenido en esta segunda etapa, a la primera etapa de extracción antedicha, y siendo incorporada a la solución madre sometida a la extracción por dicha fase orgánica.

Preferentemente, además, la fase orgánica cargada

313629



de plutonio obtenida en la primera etapa es sometida a un lavado por una solución acuosa ácida limpia que circula en contracorriente con esta fase orgánica previamente a la reextracción del plutonio desde esta fase orgánica durante la segunda etapa antes citada.

Este procedimiento es muy flexible y permite en un solo ciclo extraer el plutonio desde sus soluciones madres y controlar la concentración de las soluciones finalmente obtenidas después de la realización de este procedimiento por regulación de los caudales de las soluciones que circulan en contracorriente. La recicla- ción de una parte de la solución de plutonio concentra- da y purificada permite, entre otras cosas, aumentar la concentración relativa en plutonio con relación a los productos de fisión en la solución acuosa sometida a ex- tracción por la fase orgánica, igual que una saturación más completa de esta última en plutonio. Por este hecho, la selectividad de la fase orgánica con respecto al plu- tonio se encuentra aumentada.

El procedimiento según el invento se aplica en su forma más general a todas las soluciones madres de plutonio, independientemente del origen de estas y de los contenidos de estas soluciones en diferentes iones, especialmente en iones sulfato, por ejemplo, en el caso en que las soluciones madres hayan sido tratadas anteriormente con soluciones de sulfamato ferroso o de sulfato uranoso para efectuar las primeras separaciones de productos radiactivos.

En lo que concierne a la fase de extracción, ésta está constituida ventajosamente por fosfato de tributi-

313629

26



lo diluido en una solución orgánica constituida prefe--
rentemente por hidrocarburos de cadena recta que resis-
ten a la radiolisis, por ejemplo por dodecano, tetraclo-
ruro de carbono, o también por fracciones de destila-
5 ción del petroleo cuyos puntos de ebullición varían en-
tre 170°C y 240°C y que contienen mucha cantidad de hi-
drocarburos aromáticos.

En lo que concierne a la fase acuosa de reextrac-
ción del plutonio desde la fase de extracción orgánica,
10 se utilizará más generalmente una solución sulfonitrica.

No obstante, cuando las soluciones madres de plu-
tonio están muy cargadas en sulfatos (tendiendo a aumen-
tar esta concentración en sulfatos por causa de la re--
ciclación a la primera etapa de una porción del líquido
15 sulfonitrico de reextracción concentrado en plutonio) -
habrá que aumentar su concentración nitrica y/o habrá -
que añadirles un precipitador salino, tal como nitrato
de aluminio, para compensar la disminución del coefi--
ciente de reparto entre la fase acuosa y la fase orgáni-
20 ca que resulta de la presencia de estos sulfatos.

No obstante, en el caso en que las soluciones ma-
dres de plutonio están constituidas por fases acuosas -
exentas de iones sulfato o que no contienen más que un
poco de éstos, la solución sulfonitrica que constituye
25 la fase acuosa de reextracción será reemplazada prefe--
rentemente, conforme a una variante ventajosa del inven-
to, por una solución de ácido nitrico que contiene hi--
drazina, habiendo sido no obstante previamente reducido
el plutonio contenido en la fase orgánica a su valencia
30 3 por nitrato uranoso. Se suprimen así los inconvenien-



tes engendrados por los sulfatos, igual que la introducción voluntaria de iones extraños en la solución madre (precipitadores salinos) y las dificultades tecnológicas suplementarias creadas por la utilización de soluciones sulfonitricas, muy corrosivas, de los productos radiactivos.

No obstante, cuando la concentración en iones sulfato de la solución madre pasa de 0,2M (para este valor de la concentración en sulfato, la concentración en ácido nítrico de la solución madre debe ser igual a 5M para compensar el efecto nefasto de los sulfatos sobre el coeficiente de reparto antedicho) las fases orgánicas de extracción en la primera etapa resultan entonces a su vez fuertemente ácidas y esta acidez obstaculiza seguidamente el trabajo reductor del nitrato uranoso en la segunda etapa.

No obstante, en el caso en que la variante antedicha del invento es aplicable, la porción de la fase acuosa de reextracción obtenida en la segunda etapa y que es devuelta a la primera etapa de extracción, es previamente sometida a un tratamiento de reoxidación, preferentemente por medio de vapores nitrosos, para llevar el plutonio que ésta contiene hasta su valencia 4.

En efecto, se ha comprobado que para poder extraer el plutonio de estas soluciones madres por una fase orgánica, este elemento debe encontrarse en un estado oxidado, preferentemente en su valencia 4, no siendo extraíble por la fase orgánica el plutonio reducido a su valencia 3, en el curso de la primera etapa de extracción, mientras que para hacerlo pasar a la fase acuosa

313629



sa de reextracción constituida por una solución nitríca de hidrazina, en el curso de la segunda etapa, es necesario reducirlo a su valencia 3. De aquí resulta la necesidad de reoxidar previamente a la valencia 4 el plutonio de la porción reciclada a la primera etapa de extracción. No obstante, es también necesario, previamente a la reciclación de dicha porción, expulsar el exceso eventual de productos nitrosos, por ejemplo por agitación en el aire de dicha porción. Estos productos nitrosos extraíbles por la fase orgánica, se opondrían en efecto, en la segunda etapa antedicha, a la reducción del plutonio extraído en la fase orgánica por el nitrato uranoso, o al menos harían necesaria la utilización de un exceso de este reductor.

Refiriéndose a las figuras esquemáticas 1 a 4, adjuntas, se describirán varios ejemplos, dados a título no limitativo, de realización del procedimiento de purificación y de concentración simultáneas de soluciones de plutonio, conforme al invento.

Los dispositivos de realización que se describirán a propósito de estos ejemplos deberán ser considerados como formando parte del invento, sobreentendiéndose que todas las disposiciones equivalentes se podrán utilizar igualmente sin salir del marco de éste.

Las figuras 1 y 2 representan esquemáticamente una instalación que comprende dos baterías de mezcladores-decantadores para realizar el procedimiento según el invento;

Las figuras 3 y 4, muestran una instalación para realizar más particularmente la variante antedicha del

513629



procedimiento según el invento en la que la fase acuosa de reextracción está constituida por una solución de -- ácido nítrico y de nitrato de hidrazina.

Refiriéndose a la figura 1, se ha representado en
5 I una primera batería de mezcladores-decantadores de -- extracción y en II una segunda batería de mezcladores-de cantadores de reextracción que comprenden, por ejemplo, 12 etapas respectivamente, para realizar las fases primera y segunda antedichas. Según un modo de realización
10 preferido del invento, la solución madre diluida de plutonio representada en A es introducida en la batería de mezcladores-decantadores I en su mitad, por ejemplo en la sexta etapa en 1, conjuntamente con una fracción de solución concentrada y purificada de plutonio extraída
15 de la batería de reextracción II, recogándose en B el resto de esta solución concentrada. La mezcla de estas soluciones acuosas introducidas en la sexta etapa de la batería I se encuentra en contracorriente con la fase orgánica de extracción constituida ventajosamente por --
20 fosfato de tributilo diluido en dodecano, retirada en C, e introducida en la primera etapa, o etapa de cabeza, -- de la batería I en 2. La primera etapa de extracción de la totalidad del plutonio y de una parte del uranio pre
25 sente en la solución madre se efectúa entre la mitad y la cabeza de la batería de extracción I.

La fase orgánica que se ha cargado de plutonio en
tre la primera etapa y la sexta etapa, es sometida entre la sexta y doceava etapa a un lavado por una solución --
ácida preferentemente ácido nítrico retirada en D e in--
30 troducida en 3 en la doceava etapa de la batería I. Esta

313629

26



solución ácida, igual que la solución madre que ha sido liberada de su contenido en plutonio, abandonan la batería de mezcladores-decantadores I por la primera etapa de ésta en 4. La fase orgánica lavada y cargada de plutonio abandona la batería de extracción I por la doceava etapa de ésta, en 5, y penetra en 6 en la primera -- etapa de la batería de reextracción II en donde se encuentra en contracorriente con una solución sulfonítrica de reextracción, procedente de una fuente E e introducida en 7 al pie de la batería II en la doceava etapa de ésta, a la que cede selectivamente su contenido en plutonio para salir finalmente en 8 por la doceava etapa de la batería II.

Por el contrario, la fase sulfonítrica de reextracción cargada de plutonio es retirada por la cabeza de la batería II en 9, recogién^{do}se en B una parte de esta fase y siendo reciclada otra parte indicada por F, con la solución madre diluida de plutonio que proviene de A en la primera etapa de extracción.

La instalación de la figura 2 difiere de la representada en la figura 1 esencialmente en que se preve en la cabeza de la batería de reextracción II, una zona de lavado de la solución acuosa de reextracción por medio de un disolvente, estando designados por las mismas cifras de referencia los otros elementos de la instalación de la figura 2, análogos a los de la figura 1.

La fase orgánica cargada de la totalidad del plutonio que sale de la batería de extracción I en 5 es introducida, ya no en la primera etapa de la batería de reextracción II, sino algunas etapas más adelante, por



ejemplo en la cuarta etapa en 11. La reextracción del - plutonio desde esta fase orgánica tiene lugar en consecuencia en este caso entre la cuarta y la doceava etapa de la batería de reextracción II.

5 La fase sulfonitrica de reextracción introducida en 7 es lavada entonces, entre la cuarta y la primera - etapa, de los vestigios de uranio eventualmente reex- - traídos con el plutonio por un disolvente orgánico, con venientemente el mismo que el utilizado para la extrac-
10 ción en la batería I y que es introducido en la primera etapa de la batería de reextracción II en 6a antes de - salir de ella en 8 por la doceava etapa.

Se describirá seguidamente la purificación de una solución madre de plutonio en la instalación esquemati-
15 zada en la figura 2, y realizando el procedimiento se-- gún el invento.

Ejemplo 1: Las baterías I y II, comprenden cada - una de ellas 12 etapas. Se introducen, en la etapa 6 de la batería I de extracción, 5 litros por hora de una so
20 lución madre cuya composición es la siguiente:

Contenido en Pu = 0,2 g/l

	"	"	productos de fision = 10 mCi/l (10 millicuries/ litro)
	"	"	U = 0,5 g/litro
25	"	"	Fe = 1 g/l
	"	"	SO ₄ ⁼ = 0,15 M
	"	"	NO ₃ H libre = 1M

Por causa del contenido bastante elevado de esta solución madre en iones sulfato, se introducen igualmen-
30 te en 1 y conjuntamente con esta solución madre, 5 li--

313629



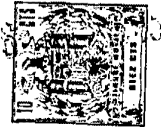
5 tros por hora de una solución de nitrato de aluminio -
hidratado 2M y de ácido nítrico 2M, teniendo como obje-
to la adición de nitrato de aluminio, tal como se ha --
visto, favorecer la precipitación salina del plutonio -
desde la solución madre acuosa a la fase orgánica.

Se introducen en 2 en la primera etapa de la bate-
ría de extracción I, 4 litros por hora de una fase orgá-
nica constituida por 30% de fosfato de tributilo y de -
70% de dodecano.

10 Esta fase orgánica que extrae el plutonio desde -
la fase acuosa entre la primera y la sexta etapas de la
batería I es lavada entre la sexta y la doceava etapas
de la misma batería por una solución molar de ácido ní-
trico introducida en 3, a razón de 1,5 litros por hora.
15 La fase orgánica extraída de la batería I e introducida
en 11 en la cuarta etapa de la batería II, encuentra en
contracorriente entre la cuarta y la doceava etapa de -
la batería II, una fase acuosa de reextracción compues-
ta por una mezcla de ácido nítrico 0,1 M y de ácido sul-
20 fúrico 0,05 M introducida en 7 en la doceava etapa de -
la batería de reextracción II con un caudal de 1,6 li-
tros por hora.

Esta fase de reextracción del plutonio es lavada
entre la cuarta etapa y la primera etapa de la batería
25 II por una fase orgánica, constituida por 30% de fosfa-
to de tributilo y por 70% de dodecano, introducida en -
6a en la primera etapa de la batería II antes de ser reex-
traída de ella en 9.

1,5 litros por hora de esta fase de reextracción
30 son reciclados en la primera etapa de extracción con la



solución madre diluida de plutonio y 0,1 litros por hora de solución concentrada y purificada de plutonio son retirados en B.

5 El rendimiento de extracción del plutonio es del - 99,99% y la concentración en plutonio de la fase de reextracción es de 10 g. por litro.

10 La solución recogida en B contiene todavía 0,05 - milicurios por litro de producto de fisión (lo que corresponde a un factor de descontaminación de 1000 con relación al plutonio) y 0,025 g. por litro de uranio (lo que corresponde a un factor de descontaminación de 1000 con relación al plutonio) sobreentendiéndose que el factor de descontaminación está definido por la proporción entre las cantidades de productos de fisión o de uranio que coexisten con 1 g. de plutonio, respectivamente antes y después de este tratamiento de purificación de sus soluciones.

20 Hay que hacer notar que el lavado de la fase orgánica de extracción por una solución ácida en la batería del mezclador-decantador I es de una gran importancia - por el hecho de que contribuye de manera extremadamente eficaz a la descontaminación del plutonio y por que permite especialmente la separación total del rutenio.

25 La variante antedicha del procedimiento según el invento en la que la solución acuosa de reextracción - está constituida por una solución de ácido nítrico y de nitrato de hidrazina es empleada ventajosamente en una instalación tal como la esquematizada en las figuras 3 y 4 en las que los elementos equivalentes a los ya representados en las figuras 1 y 2 están designados por -

30

313629



las mismas cifras de referencia.

Estas figuras 3 y 4 difieren esencialmente de las figuras 1 y 2 por el hecho de que se prevén, después de la salida de la solución acuosa de reextracción del plu
tonio de la batería de reextracción II, conteniendo es-
5 ta solución este elemento bajo su valencia 3, dos reci-
pientes 12 y 13 destinados a ser atravesados por la por-
ción de solución concentrada en plutonio que es recicla-
da a la batería de extracción I.

10 Esta porción es tratada en el recipiente 12 por --
vapores nitrosos a los que se hace burbujear en la solu-
ción para llevar el plutonio a su valencia 4, después es
agitada en presencia de aire en el recipiente 13 a fin
de eliminar el exceso de productos nitrosos, previamen-
15 te a su introducción en 1, conjuntamente con la solu- --
ción madre que proviene de A, en la batería de extrac- --
ción I en la que es sometida a un tratamiento de extrac-
ción por una fase orgánica, después a un lavado con áci
do nítrico de una manera idéntica a la ya descrita con
20 relación a las figuras 1 y 2.

La fase orgánica cargada de la totalidad del plu-
tonio y del uranio que abandona la batería de extracción
I en 5, es introducida de nuevo en 6 en la batería II -
en la que se encuentra en contracorriente con una mez- --
25 cla de una solución nítrica y de hidrazina y de una so-
lución de nitrato uranoso. La solución nítrica de reex-
tracción que contiene hidrazina es introducida en 7 al
pie de la batería de reextracción II, mientras que la -
solución de nitrato uranoso es introducida sensiblemente
30 en su mitad.



Se introduce el nitrato uranoso en la mitad de la batería ya que, al ser extraíble, sería absorbido en -- parte desde su entrada; ésto entrañaría en consecuencia un consumo más elevado de nitrato uranoso. El nitrato --
5 uranoso reduce el plutonio IV a plutonio III en la proximidad de su punto de introducción. Este plutonio III pasa a la fase acuosa nítrica de reextracción. Es necesario utilizar un exceso de uranio IV para estar seguro -- de reducir la totalidad del plutonio IV. Este exceso se
10 vuelve a encontrar en el disolvente bajo forma de uranio IV.

Se obtiene finalmente en la salida 9 de la batería II una fase de reextracción acuosa que contiene la totalidad del plutonio, pero que frecuentemente contiene tam
15 bién algunos vestigios de uranio. En efecto, el uranio -- introducido en 14 en la batería II bajo su valencia 4 es extraído por la fase orgánica que entra por 6 en la batería de reextracción II, pero el uranio oxidado a la va--lencia 6 que se forma durante la reducción del plutonio
20 a su valencia 3 tiende a repartirse entre las dos fases de manera que una parte del uranio bajo la valencia 6 -- puede venir a contaminar la solución por lo demás pura y concentrada de plutonio.

Se prevé, en consecuencia, convenientemente una --
25 etapa final de lavado de la fase acuosa de reextracción del plutonio por un disolvente nuevo preparado para eliminar este uranio residual. A este efecto, como en el caso de la figura 2, tal como se representa en la figura 4, se prevé introducir por una parte, en 11 la fase orgánica
30 cargada de plutonio que abandona la batería de extrac

313629



ción I, algunas etapas por debajo de la etapa de cabeza de la batería de reextracción II y, por otra parte, una carga de disolvente nuevo por 6a en la primera etapa de la batería II, para lavar en contracorriente, en las --
5 etapas de cabeza, la solución acuosa de reextracción de sus últimos vestigios de uranio antes de que salga, por 9, de la batería de reextracción II.

La hidrazina, en la segunda etapa de reextracción de este procedimiento, parece tener esencialmente como
10 efecto estabilizar el uranio y el plutonio en sus valencias inferiores respectivas.

Se van a describir seguidamente dos ejemplos de - realización del procedimiento según esta variante del - invento, refiriéndose el primero a la figura 3 y el se-
15 gundo a la figura IV.

Ejemplo 2: (véase figura 3)

En dos baterías de mezcladores-decantadores que - comprenden cada una de ellas 16 etapas, se introducen, - por 1, en la octava etapa de la batería de extracción I,
20 5 litros/hora de una solución que proviene de una fábrica de tratamiento de combustibles irradiados y que ha - sido sometida a una purificación que comprende una re--ducción selectiva del plutonio por medio del nitrato -- uranoso. Esta solución, cuya composición es la siguien-
25 te:

Pu	0,5 g/l
Productos de fision	10 mCi/l
U	0,275 g/l
NO ₃ H	3,5 M

30 es oxidada por vapores nitrosos. Conjuntamente se intro



ducen en la misma etapa 0,275 l/hora de una solución -
concentrada de plutonio de 20g/litro que provienen de -
la batería de reextracción II. En la etapa de cabeza, o
primera etapa, de la batería de extracción I se introdu-
5 cen en 2, 2 litros/hora de una solución de fosfato de
tributilo al 30% en dodecano. En la dieciseisava etapa -
penetra, en 3, 1 litro/hora de una solución molar de
ácido nítrico destinada al lavado de la fase orgánica -
cargada de plutonio. Esta última es introducida, en 6,-
10 en la primera etapa de la batería de reextracción II e-
donde se encuentra, en contracorriente, con una fase --
acuosa constituida, por una parte, por una solución de
nitrato uranoso de 100 g/litro adicionada con nitrato
de hidrazina de 9,5 g/litro introducida, en 14, a razón
15 de 0,16 litros/hora en la octava etapa de la batería de
reextracción II, y, por otra parte, por una solución mo-
lar de ácido nítrico y 0,1 molar de nitrato de hidrazi-
na introducida, en 7, a razón de 0,24 litros/hora en la
dieciseisava etapa de la batería de reextracción II. Es
20 ta fase acuosa reextrae el plutonio contenido en la fa-
se orgánica y se retiran, por 9, en la primera etapa de
la batería de reextracción II, 0,4 litros/hora de una -
solución que contiene 20g/litro de plutonio. 0,125 li-
tros/hora de esta solución son recogidos en B mientras
25 que 0,275 litros/hora de esta solución son reciclados a
la octava etapa de la batería de extracción I, después
de haber sido previamente oxidados en los recipientes -
12 y 13.

Esta solución concentrada tiene la composición -
30 siguiente:

313629



	Pu	: 20 g/litro
	U	: 0,1 g/litro (lo que corresponde a un factor de descontaminación de 110 con relación al Pu)
5	Productos de fisión	: 0,1 mCi/litro (lo que corresponde a un factor de descontaminación de 2000 con relación al Pu)

Ejemplo 3: (véase figura 4)

10 En dos baterías de mezcladores-decantadores A y B se introducen, en 1, en la sexta etapa de la batería de extracción A, 5 litros/hora de una solución diluida de plutonio IV con la composición siguiente:

	Pu	: 0,5 g/litro
15	U	: 0,5 g/litro
	NO ₃ H	: 3,5 M
	Productos de fisión	: 10 mCi/litro

Conjuntamente se introducen en la misma etapa - -
0,275 litros/hora de una solución concentrada de pluto-
20 nio de 20 g/litro que proviene de la batería de reex- -
tracción II. En la primera etapa de la batería de extrac-
ción I se introducen, en 5, 2 litros /hora de una solu-
ción de fosfato de tributilo al 30% en dodecano. En la
doceava etapa penetra, en 3, 1 litro/hora de una solu-
25 ción molar de NO₃H destinada al lavado de la fase orgá-
nica cargada. La fase orgánica es introducida en la ter-
cera etapa de la batería de reextracción II donde se en-
cuentra, en contracorriente, con una fase acuosa consti-
tuída, por una parte, por una solución de nitrato urano-
30 so de 100 g/litro adicionada con nitrato de hidrazina -



de 9,5 g/litro, introducida, en 14, en la octava etapa de la batería de reextracción II, a razón de 0,16 litros/hora, y por otra parte, por una solución molar de ácido nítrico y 0,1 molar en nitrato de hidrazina introducida, en 7, en la doceava etapa de la batería de reextracción II, a razón de 0,24 litros/hora. Esta fase acuosa reextrae el plutonio contenido en la fase orgánica y, después de un lavado por un disolvente que penetra por 6a en la primera etapa de la batería de reextracción II, se retiran 0,4 litros/hora de una solución que contiene 20 g/litro de plutonio.

Esta solución, reciclada en parte, tiene la composición siguiente:

Pu	: 20 g/litro
15 U	: 0,002 g/litro (lo que corresponde a un factor de descontaminación de 10000 con relación al Pu)
Productos de fision	: 0,1 mCi/litro (lo que corresponde a un factor de descontaminación de 2000 con relación al Pu)
20	

Se observará, aunque el ejemplo 2 muestre ya resultados muy satisfactorios, que el lavado suplementario de la fase acuosa de reextracción con el disolvente orgánico nuevo, inmediatamente después de la operación de reextracción, contribuye muy eficazmente a la obtención de una gran pureza de las soluciones finales concentradas en plutonio. En efecto, el factor de descontaminación con relación al plutonio y relativo a los productos de fision pasa de 200 a 2000, y el relativo al uranio pasa de 110 a 10.000.

313629



Las ventajas del procedimiento según el invento - se desprenden suficientemente de lo que antecede, de -- forma que es inútil insistir a este respecto.

5 Como es evidente, y como resulta además ya de lo que antecede, el invento no se limita de ninguna manera a aquellos de sus modos de aplicación, ni a aquellos de los modos de realización de sus diversas partes, que -- han sido indicados más especialmente; por el contrario comprende todas las variantes.

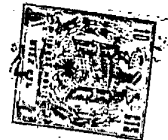
10 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Francia con fecha 19 de Junio de 1.964, bajo el número 978.831, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

15

- N O T A -

Los puntos de invención, propia y nueva que se - presentan para que sean objeto de esta solicitud de Pa- 20 tente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un procedimiento de obtención en continuo de soluciones puras y concentradas de plutonio, a partir de una solución madre diluída e impura de plutonio, consis- 25 tente, en una primera etapa en extraer el plutonio desde esta solución madre por una fase orgánica que circula en contracorriente con esta solución madre y, en una segunda etapa, en extraer de nuevo plutonio desde esta fase orgánica por una fase acuosa que circula en contra- 30 corriente con dicha fase orgánica, caracterizado por el



hecho de que se recicla una fracción de dicha fase acuosa directamente en la solución madre al nivel de la primera etapa de extracción antes citada y porque se lava la fase orgánica cargada de plutonio en contracorriente por una solución ácida anteriormente a la reextracción de plutonio desde esta fase orgánica en la segunda etapa citada.

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, - caracterizado porque dicha fase orgánica está constituida por una solución de fosfato de tributilo al 30% en dodecano.

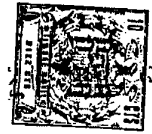
3.- Un procedimiento según la reivindicación 1, - caracterizado porque dicha fase acuosa de reextracción está constituida por una solución sulfonítrica con una concentración 0,1M de ácido nítrico y una concentración 0,05M de ácido sulfúrico.

4.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 y 3, caracterizado porque se añade a la solución madre una solución de nitrato de aluminio en ácido nítrico para aumentar, en la primera etapa de extracción, el coeficiente de reparto del plutonio entre la fase orgánica de extracción y la solución madre acuosa y de esta forma favorecer el paso de plutonio a la fase orgánica.

5.- Un procedimiento según la reivindicación 1, - caracterizado por el hecho de que la solución de lavado ácida de la fase orgánica cargada de plutonio es una solución molar.

6.- Un procedimiento, preferentemente según la reivindicación 1, de obtención en continuo de soluciones puras y concentradas en plutonio a partir de una solu-

313629



ción madre diluída e impura de plutonio y cuya concen--
tración en iones sulfato es inferior a 0,2M, consisten--
te en una primera etapa, en extraer el plutonio desde -
esta solución madre por una fase orgánica que circula -
5 en contracorriente con la solución madre, caracterizado
porque, en una segunda etapa, se reduce el plutonio ex--
traído en la fase orgánica por una solución de nitrato
uranoso que circula en contracorriente con dicha fase -
orgánica, a su valencia inferior, por que se extrae el
10 plutonio desde dicha fase orgánica por una solución de
reextracción de ácido nítrico que contiene hidrazina --
y porque se recicla una parte de la solución de reex--
tracción nítrica directamente a la solución madre al ni--
vel de la primera etapa de extracción después de una --
15 reoxidación previa del plutonio contenido en la parte -
reciclada a la valencia IV.

7.- Un procedimiento según la reivindicación 6, -
caracterizado porque la fase orgánica de extracción es--
tá constituída por una solución de fosfato de tributilo
20 al 30% en dodecano.

8.- Un procedimiento según las reivindicaciones 6
y 7, caracterizado porque la fase nítrica de reextrac--
ción del plutonio desde la fase orgánica es sometida a
un lavado suplementario con la fase orgánica nueva para
25 eliminar de dicha fase nítrica los vestigios de uranio
residuales.

9.- Un procedimiento según la reivindicación 6, -
caracterizado porque la solución reductora de nitrato
uranoso contiene también hidrazina.

30 10.- Un procedimiento según las reivindicaciones

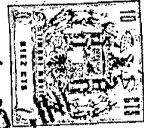


Fig. 1.

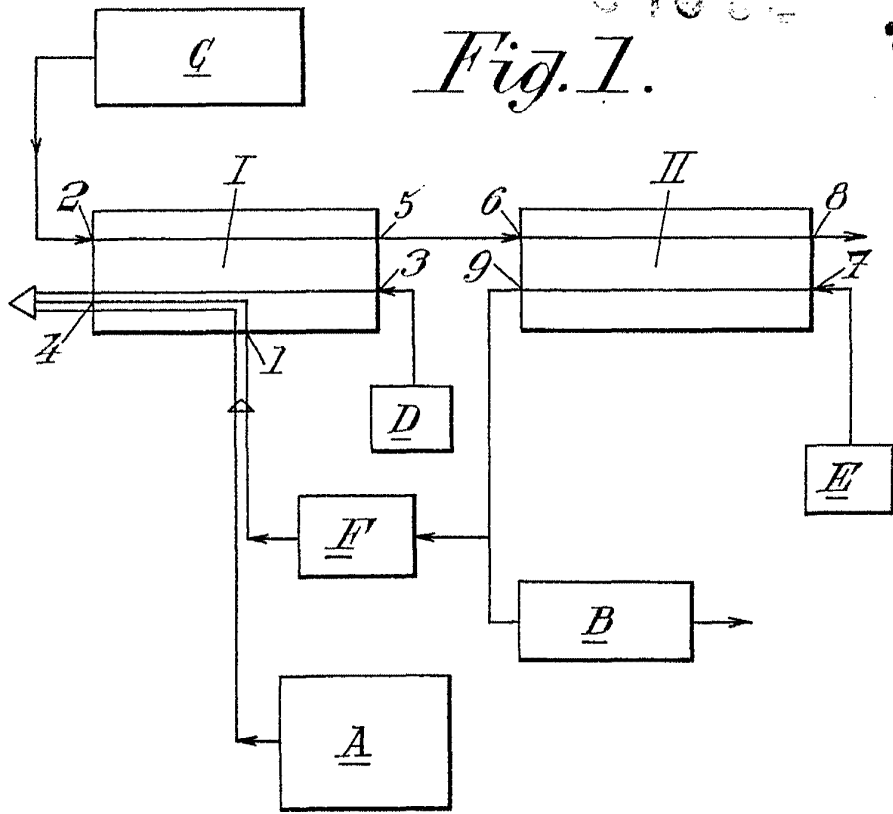
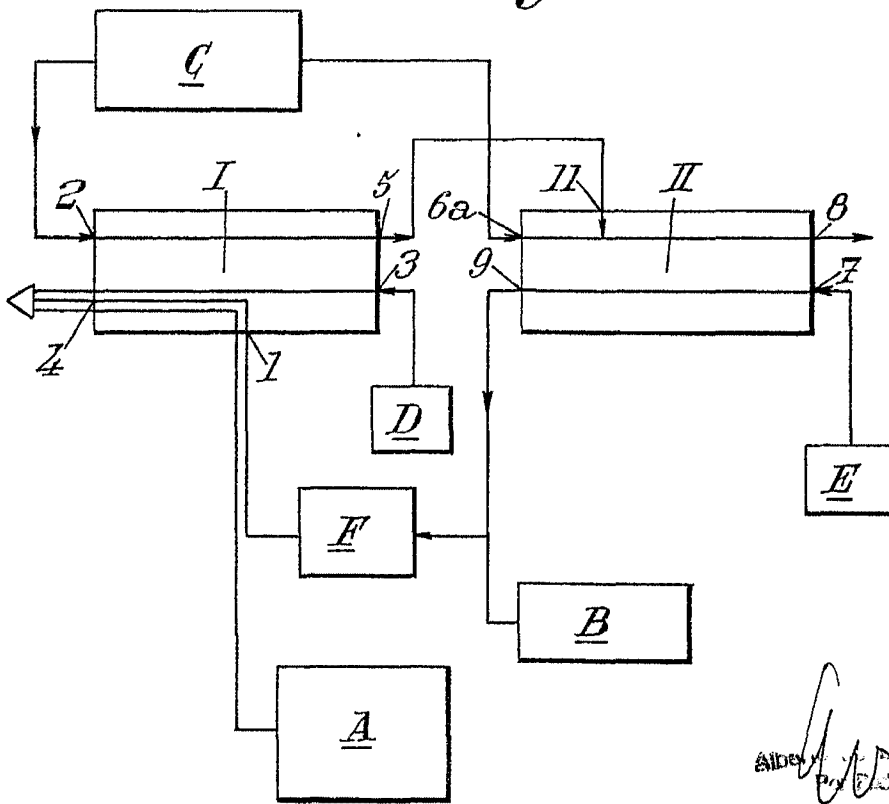


Fig. 2.



ESCALA VARIABLE



51332

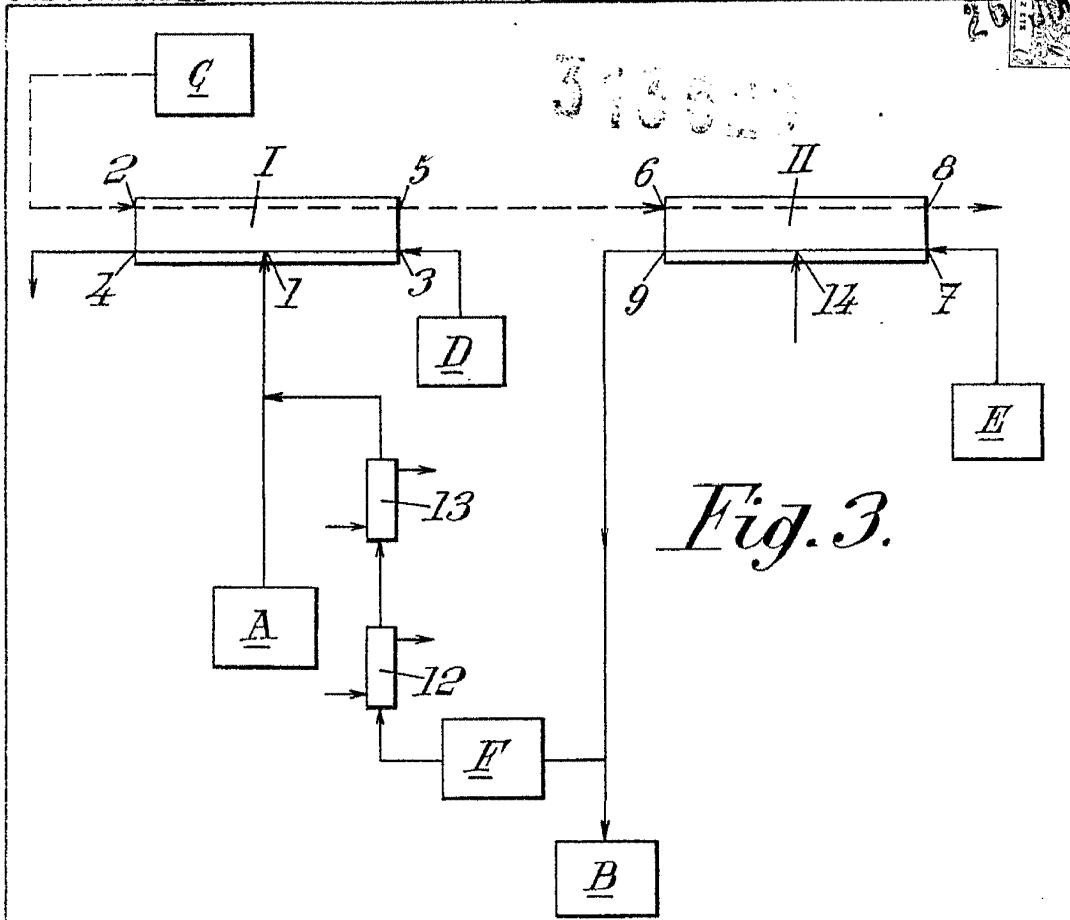


Fig. 3.

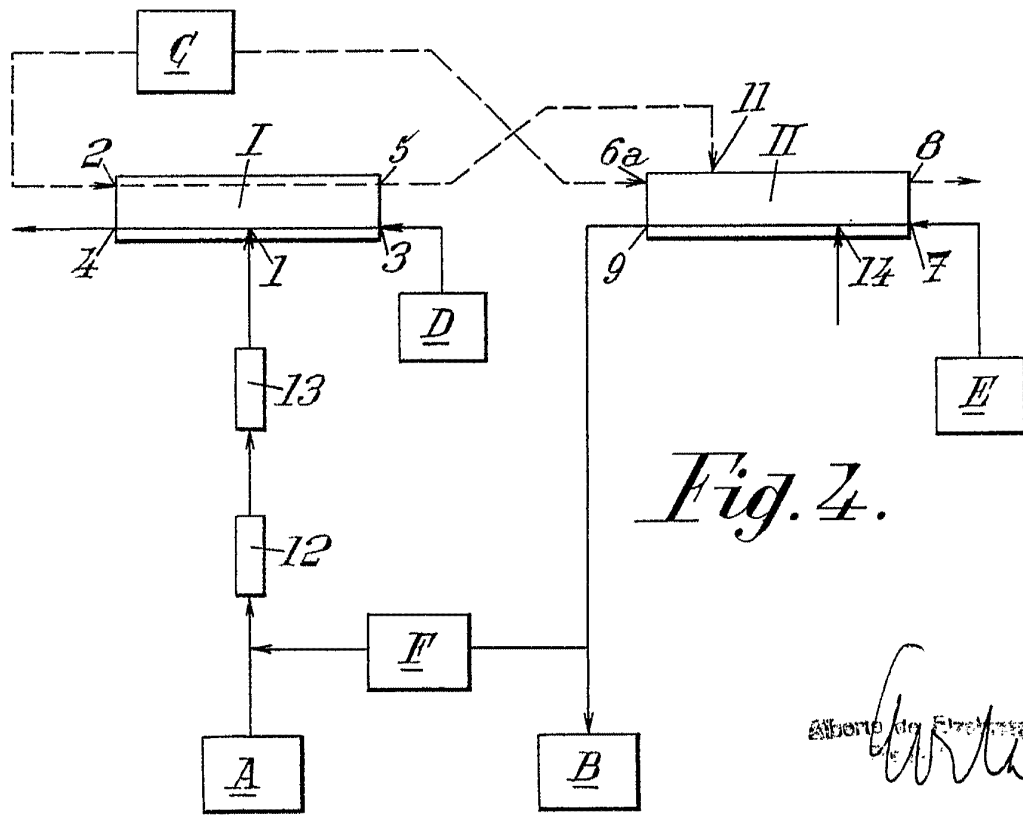


Fig. 4.

Alberto de Franchis
Alberto de Franchis