



P.- 34.028

B. 1819.3 JCM/MD

MEMORIA DESCRIPTIVA
que se presenta para unir a la solicitud
de
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
formulada el 29 de diciembre de 1.966, con el núm. 335.058
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, París,
Francia, por:
"PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DEL MOLIBDENO DE LAS SOLUCIO-
NES NITRICAS DE PRODUCTOS DE FISION".

5 El presente invento, debido a los Srs. Alain Ma-
ria, Pierre Patigny y Daniel Perie, tiene como objeto un
procedimiento de separación del molibdeno en solución, y
especialmente el que se encuentra en las soluciones nítri-
cas de productos de fisión obtenidas después de la extrac-
ción del plutonio y del uranio de elementos combustibles
irradiados, y más particularmente de elementos combustibles
irradiados del tipo de uranio-molibdeno.

10 En las fábricas de tratamiento de combustibles
irradiados, las soluciones residuales de los productos de



fisión son almacenadas actualmente, después de ser concentradas, en cubas colocadas dentro de celdas de hormigón, que deben cubrir los riesgos de escape y ofrecer una protección suficiente contra las radiaciones.

5 Las capacidades de almacenamiento son siempre limitadas y van parejas con las posibilidades de tratamiento de una fábrica. Interesa por lo tanto almacenar los productos de fisión bajo el volumen mínimo.

10 Los combustibles utilizados en los reactores nucleares están aleados frecuentemente con molibdeno, el cual representa en dicho caso la parte preponderante de la mezcla de los productos de fisión. Por ejemplo, con un combustible aleado con 1% de molibdeno, se tendrán 10 kg de molibdeno por tonelada de uranio. En las instalaciones que tra-

15 tan uranio sin alear, las soluciones de productos de fisión representan 25 litros por tonelada de uranio tratado, mientras que se encuentran 100 litros para un uranio aleado con 1,5% de molibdeno.

20 Si se quiere reducir por evaporación el volumen de las soluciones nítricas de los productos de fisión obtenidos después de extraer el plutonio y el uranio de los combustibles de U/Mo irradiados, es deseable extraer previamente el molibdeno de los mismos, dada la pequeña solubilidad de este elemento en el ácido nítrico.

25 El presente invento tiene como objeto un procedimiento de extracción del molibdeno a partir de soluciones, y especialmente de soluciones nítricas de productos de fisión que provienen del tratamiento de los combustibles U/Mo irradiados.

30 El procedimiento de acuerdo con el invento está



5 caracterizado porque se añade ácido fosfórico a las soluciones nítricas de productos de fisión en cantidades suficientes para formar complejo con la totalidad del molibdeno, bajo la forma de un complejo fosfomolibdico, y porque se ponen en contacto dichas soluciones con una fase orgánica constituida por la trilaurilamina, eventualmente diluida, que extrae el complejo fosfomolibdico, efectuándose simultáneamente la adición de ácido fosfórico y la puesta en contacto con la fase orgánica.

10 Preferentemente, se utiliza una sal de trilaurilamina, y en particular el nitrato de trilaurilamina.

La capacidad de trilaurilamina para extraer el ácido fosfomolibdico se puede poner en evidencia experimentalmente de la siguiente manera.

15 Se pone en contacto, en un embudo de decantación, una fase orgánica constituida por mononitrato de trilaurilamina, (0,3 M) diluido en dodecano, con una solución de ácido fosfomolibdico que contiene 100 g/l de Mo. El Molibdeno que queda en la fase acuosa es valorado por colorimetría con sulfocianuro de amonio.

20 Los resultados consignados en la tabla siguiente, obtenidos para tiempos de contacto del orden de 1 minuto y para ensayos efectuados a 25°C, muestran que la relación del volumen de las fases orgánica y acuosa que han sido puestas en contacto desempeña un papel importante. Se observa que se extrae el 98% del molibdeno cuando esta relación es igual a 2, y el 99,9% para una relación igual a 4.

30



	Volúmen de fase acuosa, ml	Volúmen de fase orgánica, ml	Relación de fase acuosa a fase orgánica.	Mo, g/l en la fase después de la extracción.
	3	1,5	0,5	95
5	3	3	1	38
	3	6	2	2
	3	9	3	0,13
	3	12	4	0,06
	3	18	6	0,04
10	3	30	10	0,02

Por otra parte, la extracción del ácido fosfomolibdico con trilaurilamina entraña una disminución o contracción del volúmen de la fase acuosa, que es función de la cantidad extraída de ácido fosfomolibdico. Se comprueba, por ejemplo, que para una solución con 100 g/l de molibdeno, la extracción con trilaurilamina implica una contracción de la fase acuosa en un 10%. Una simple separación del ácido fosfomolibdico conduce por lo tanto a una disminución sensible del volúmen de la solución de productos de fisión.

Para una realización industrial del procedimiento de acuerdo con el invento, a las soluciones nítricas que provienen de los pies de columna de las baterías de extracción en que se ha efectuado la separación del uranio y del plutonio de combustibles irradiados, se añade ácido fosfórico que se combina con el molibdeno para dar ácido fosfomolibdico. El ácido fosfórico es añadido en una cantidad suficiente para permitir la completa formación de complejo del molibdeno, y esta cantidad es sensiblemente estequiométrica.

Entonces, la fase acuosa es puesta en contacto



5 con una fase orgánica constituida por trilaurilamina, eventual-
mente diluida en un disolvente inerte, tal como dodeca-
no. Los volúmenes de las fases acuosa y orgánica, que han
sido puestas en contacto, están convenientemente en una
relación próxima a 4. La extracción se efectúa en una bate-
ría de mezcladores y decantadores a una temperatura próxi-
ma a 40°C, para evitar la cristalización de la trilauril-
amina. Los tiempos de contacto son del orden de 1 minuto,
y los rendimientos son superiores al 99%. El ácido fosfo-
10 molibídico es reextraído seguidamente de la fase orgánica
por medio de una solución acuosa alcalina (por ejemplo una
solución de sosa y amoníaco).

15 La extracción del molibdeno de las soluciones
nitrícas de productos de fisión permite además la recupe-
ración de los productos de fisión. En efecto, mientras en
los procedimientos utilizados hasta ahora la adición de
ácido fosfórico provoca la precipitación de fosfatos y de
ciertos fosfomolibdatos, en el procedimiento según el inven-
to la formación y la extracción del ácido fosfomolibídico
20 se producen preferentemente en las precipitaciones de los
fosfatos y fosfomolibdatos.

Concentraciones de molibdeno superiores a 100
g/l pueden obtenerse en la fase orgánica sin peligro de
precipitación del fosfomolibdato.

25 La invención aprovecha el hecho de que el mecanis-
mo cinético de extracción del ácido fosfomolibídico con la
trilaurilamina es más rápido que el mecanismo cinético de
precipitación de los fosfatos y fosfomolibdatos en la fase
acuosa, lo cual permite, bajo las condiciones previamente
30 definidas, un paso cuantitativo del molibdeno a la fase



orgánica.

Después de la extracción del ácido fosfomolibdico con la trilaurilamina, se obtiene una solución clara de los productos de fisión, que podrán ser recuperados por cualquier medio conocido y, seguidamente, valorizados.

Se ha partido de una fase acuosa de acidez nítrica 0,1 N que contiene 10 g/l de uranio y 996 mg/l de molibdeno en forma de fosfomolibdato. La fase acuosa ha sido puesta en contacto con una fase orgánica constituida por una solución de trilaurilamina al 20% en dodecano. Los volúmenes de las fases acuosa y orgánica puestos en contacto estaban en una relación de 10. La extracción ha sido efectuada en una batería de mezcladores-decantadores a la temperatura ambiente. El tiempo de contacto ha sido de un minuto. Se ha encontrado en la fase orgánica 8,9 g/l de molibdeno en forma de ácido fosfomolibdico y que quedan 118 mg de molibdeno en la fase acuosa.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Francia el 30 de diciembre de 1.965, bajo el número PV 44.434, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

30

N O T A



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

1.- Procedimiento de separación del molibdeno de las soluciones nítricas de productos de fisión obtenidas después de extracción del plutonio y del uranio, de los combustibles irradiados, y más particularmente de los combustibles irradiados del tipo de uranio/molibdeno, caracterizado porque se añade ácido fosfórico a las soluciones nítricas de productos de fisión en cantidad suficiente para formar complejo con la totalidad del molibdeno bajo la forma de un complejo fosfomolibdico, y porque se ponen en contacto dichas soluciones con una fase orgánica, constituida por la trilaurilamina eventualmente diluida, que extrae el complejo fosfomolibdico, efectuándose simultáneamente la adición de ácido fosfórico y la puesta en contacto con la fase orgánica.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el disolvente utilizado para la dilución de la trilaurilamina es dodecano.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los volúmenes de fase orgánica y de fase acuosa, que se han de poner en contacto, están en una relación próxima a 4.

4.- Procedimiento de separación del molibdeno de las soluciones nítricas de productos de fisión.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que an-

3 FEB. 1967



tecede y con los fines que se han especificado.

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

3 FEB. 1967

Madrid,

P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Poderes