357 . 06

6 SEP. 1966

PATENTE DE INVENCION

Ref: 2339-3 JCM

Memoria Descriptiva

sobre:

"PERFECCIONAMIENTOS EN LA CONSTRUCCION DE DISPOSITIVOS PARA LA PRECIPITACION EN CONTINUO DE OXALATO DE PLUTONIO"

Solicitante: COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, entidad francesa, residente en 29 rue de la Fédération, Paris, 15é, Francia.

El presente invento se refiere a un dispositivo de precipitación en continuo de oxalato de plutonio.

El plutonio se separa generalmente de las soluciones que lo contienen por precipitación con ácido oxálico. Para una separación de plutonio a escala industrial,

Mod. 615

6 SEP. 1958

es interesante disponer de un procedimiento continuo y de una instalación que sea nuclearmente segura.

El oxalato de plutonio constituye por otra parte un producto intermedio útil para la preparación del plutonio y de diversos de sus compuestos. También es importante obtener un oxalato de plutonio lo más puro posible. Los procedimientos de preparación de oxalato de plutonio conocidos hasta ahora precisan generalmente un tratamiento posterior de purificación del oxalato de plutonio.

El presente invento tiene por objeto un aparato que permite preparar y purificar de una manera continua el oxalato de plutonio.

Este dispositivo se caracteriza por el hecho de que comprende un precipitador en el cual se introducen los reactivos, estando provisto dicho precipitador de un agitador que permite mantener homogénea la suspensión de oxalato de plutonio, un decantador de forma cilindro-cónica situado por debajo del precipitador y que recibe dicha suspensión que se desliza por un orificio de desagüe del precipitador, una esclusa de forma cilindro-cónica situada en la parte inferior del decantador y fijada al mismo, una primera columna de lavado constituída por un tubo circular de paredes lisas, que comprende en su parte superior una cámara de decantación, una esclusa de forma cilindro-cónica idéntica a la anterior situada en la parte inferior de la primera columna de lavado, una segunda columna de lavado idéntica a la anterior, una esclusa de transferencia del oxalato de plutonio lavado hacia el horno de desecación.

Según el procedimiento aplicado en un aparato de

SEP. 1968

acuerdo con el invento, se precipita en primer lugar oxalato de plutonio a partir de una solución de nitrato de plutonio (IV) y de ácido oxalico. Se somete el precipitado a un lavado ácido a contra-corriente utilizando por ejemplo una mezcla de ácido nítrico 2 N y de ácido oxálico M/100. Este lavado tiene por objeto eliminar las impurezas contenidas en la solución nítrica de plutonio tales como el hierro, el uranio y diversos emisores de radiación gamma, por ejemplo el circonio-niobio.

Se procede a continuación a un lavado con agua o con ácido nítrico diluído del oxalato de plutonio. El lavado se efectúa a contra-corriente y permite eliminar los iones nítricos que provocan fenómenos de corrosión importantes en el curso de la fluoruración del oxalato.

El oxalato obtenido contiene 50 a 70% de agua en peso y se seca por ejemplo en un horno del tipo de tornillo sin fin.

Se describe a continuación, a título no limitativo, un ejemplo de realización del dispositivo conforme al invento, con referencia a la figura anexa.

El precipitador 1 es de forma cilíndrica y está realizado de vidrio. Su diámetro interior es igual a 120 mm. Los reactivos (solución acuosa nítrica de plutonio y ácido oxálico) se introducen por dos tubos 2 y 3 no sumergidos situados en el centro del precipitador. Estos reactivos son introducidos en el precipitador en cantidades determinadas por intermedio de las ruedas dosificadoras 30 y 31. Una barreta magnética 4 de una longitud de 80 mm y cuya velocidad de rotación es de aproximadamente 400 V/mn, permite mezclar los dos reactivos y mantener homo-

6 SEP. 196

génea la suspensión de oxalato de plutonio.

La evacuación de la suspensión se efectúa en la parte superior del precipitador por un orificio de desagüe lateral 5 situado a 150 mm del fondo.

La decantación del oxalato de plutonio se efectúa en un decantador 6 de forma troncocónica cuyas características son las siguientes:

- diámetro interior 180 mm
- altura 400 mm
- ángulo en la parte superior 21º
- volumen 4,2 l.

Un tubo 7 de 20 mm de diámetro que se sumerge hasta 13 cm del fondo del decantador permite la introducción de la suspensión de oxalato. Las aguas madres decantadas son recogidas en 8 por la parte superior del decantador.

Bajo el decantador y fijada al mismo se encuentra una esclusa 9 de forma cilindro-cónica constituída por dos válvulas de manguito esférico 10 y 11. Estas válvulas se hallan montadas en oposición, es decir, que se cierra una obligatoriamente cuando se abre la otra. La apertura de estas válvulas se realiza por medio de un gato de maniobra 12, a su vez accionado por un cronómetro. Este dispositivo permite hacer variar a la vez el tiempo de apertura de las válvulas y la apertura diferida de una con respecto a la otra.

Estando cerrada la válvula inferior, el precipitado por decantación natural sedimenta en la esclusa. Tras un lapso de tiempo determinado, por ejemplo 2 a 3 minutos, se cierra la válvula superior en tanto que la válvula inferior se abre, provocando a su vez la apertura de la

válvula 13 lo que permite indroducir en la esclusa por el tubo 14 un volumen determinado de solución de lavado procedente del recipiente de almacenamiento 15.

La introducción de líquido por el tubo 14 asegura la transferencia del precipitado sedimentado en dirección a la parte superior de la columna de lavado 16.

El precipitado introducido en la parte superior de la columna de lavado 16 desciende por gravedad en tanto que la solución de lavado almacenada en el recipiente 17 es inyectada en la parte inferior de la columna en 18. Esta solución de lavado recorre de abajo arriba la columna de lavado propiamente dicha, constituída por un tubo circular 19 de paredes lisas y el recipiente de decantación 20 situado en la parte superior de la columna. Es recogida en 21 en la parte superior de la cámara de decantación y recuperada en el recipiente 27.

El precipitado lavado sedimenta en la esclusa de transferencia 22 situada en la parte inferior de la columna 16 y, por el mismo medio que el descrito para la esclusa 9, es transferido a la segunda columna de lavado 23. El precipitado es lavado en esta columna por una solución de lavado almacenada en el recipiente 24 e introducida en la parte inferior de la columna en 25. La solución de lavado camina de abajo arriba en la columna y es recogida en la parte superior de la misma en 26.

Se transfiere entonces el oxalato de plutonio a un horno de desecación no representado en la figura por intermedio de una esclusa de transferencia 28 idéntica a las esclusas 9 y 22. Sin embargo, para evitar que suban burbujas de aire por la columna de lavado, lo cual per-

6 SEP. 1968

judicaría la sedimentación, su eje está inclinado 20º con respecto a la vertical. Esta esclusa funciona de la forma siguiente.

- estando cerrada la válvula inferior, el precipitado por decantación natural sedimenta en la esclusa; tras un lapso de tiempo determinado, por ejemplo 2 a 3 mn, se cierra la válvula superior y después se abre la válvula inferior y la suspensión de oxalato de plutonio contenida en la esclusa se desliza en dirección al horno de desecación;
- en el momento en que se cierra la válvula inferior de la esclusa, se abre la válvula 13 permitiendo el llenado de la esclusa por agua de lavado en tanto que las burbujas de aire son evacuadas por el conducto 29; 10 segundos aproximadamente después de la apertura de la válvula 13, se cierra ésta de nuevo en tanto que se abre la válvula superior del horno. La esclusa se halla de nuevo lista para funcionar.

Las ventajas aportadas por el presente invento pueden resumirse así:

- permite un procedimiento enteramente continuo. Todas las etapas, a saber: precipitación, decantación, transferencia del precipitado, lavado ácido y lavado con agua son operaciones continuas, de donde se consiguen rendimientos importantes para una instalación reducida y enteramente concebida en geometría favorable;
- la instalación no comprende ningún filtro; de ahí la aliminación de riesgos de estancamiento;
- buena separación entre las aguas madres y la solución de lavado, gracias a las dos válvulas de manguito que constituyen la esclusa, existe una excelente separación

1968

entre las aguas madres contenidas en el decantador y la solución de lavado contenida en la columna;

- ausencia de bombas para hacer circular la suspensión de oxalato. En efecto, realizándose la instalación en torno a un eje vertical, el deslizamiento del oxalato se efectúa bajo el efecto de la gravedad;

- excelente lavado del precipitado gracias a la buena separación entre las aguas madres y la solución de lavado.

- N O T A -

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Francia, con fecha 6 de septiembre de 1967, bajo el número PV. 120.113; acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "Perfeccionamientos en la construcción de dispositivos para la precipitación en continuo de oxalato de plutonio" ; caracterizándose por lo siguiente:

1ª.- Perfeccionamientos en la construcción de dispositivos para la precipitación en continuo de oxalato de plutonio, caracterizados porque comprenden un precipitador en el cual se introducen los reactivos, estando provisto dicho precipitador de un agitador que permite mantener homógenea la suspensión de oxalato de plutonio,

6 SEP. 1968

un decantador de forma cilindro-cónica situado por debajo del precipitador y que recibe dicha suspensión que se desliza por el orificio de desagüe del precipitador, una esclusa de forma cilindro-cónica situada en la parte inferior del decantador y fijada a éste, una primera columna de lavado constituída por un tubo circular de paredes lisas, que comprende en su parte superior una cámara de decantación, una esclusa de forma cilindro-cónica idéntica a la anterior situada en la parte inferior de la primera columna de lavado, una segunda columna de lavado idéntica a la anterior y una esclusa de transferencia del oxalato de plutonio lavado en dirección al horno de desecación.

2ª.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque las esclusas de transferencia se constituyen por válvulas de manguito esférico.

3ª.-"Perfeccionamientos en la construcción de dispositivos para la precipitación en continuo de oxalato de plutonio"; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria, e ilustrado en los dibujos adjuntos.

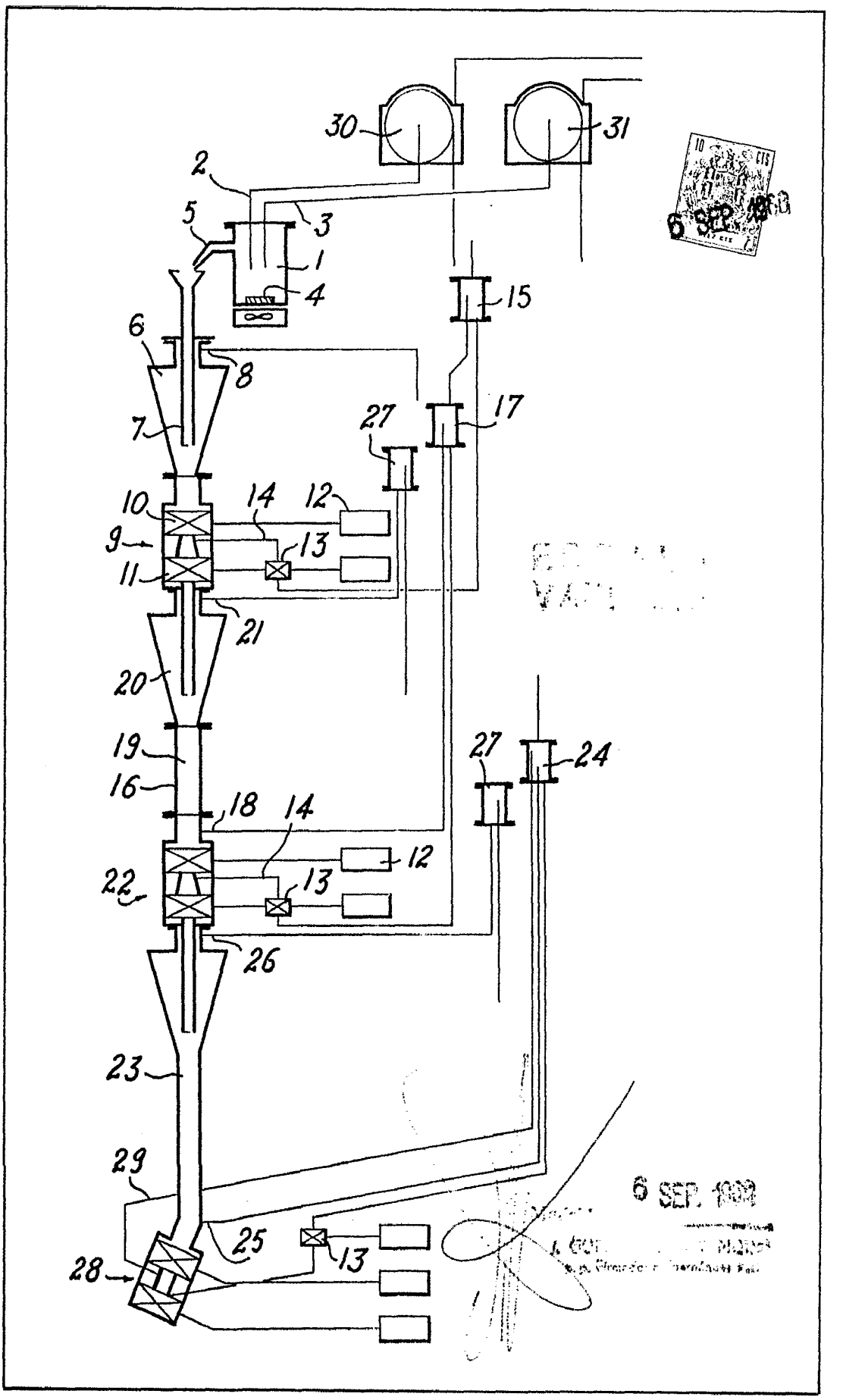
Esta memoria consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 6 SEP. 1968

COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE,

J. GOMEZ ACEBO Y MODET

p. Firmado: F. Hernández Ruiz


30
31
2
3
5
1
4
15
6
8
7
27
17
10
14
12
9
13
11
21
20
19
27
24
16
18
14
12
22
13
26
23
29
25
13
28