



## PRODUÇÃO EXPERIMENTAL DE URÂNIO E TÓRIO METÁLICOS NO INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA

THARCISIO D. SOUZA SANTOS, HELITON M. HAYDT,  
CLAUER TRENCH DE FREITAS

Publicação I E A N.º 89  
Fevereiro — 1965



INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA  
Caixa Postal 11049 (Pinheiros)  
CIDADE UNIVERSITÁRIA "ARMANDO DE SALLES OLIVEIRA"  
SÃO PAULO — BRASIL

PRODUÇÃO EXPERIMENTAL DE URÂNIO E TÓRIO METÁLICOS NO INSTITUTO  
DE ENERGIA ATÔMICA

por

Tharcisio D. de Souza Santos  
Heliton M. Haydt  
Clauer Trench de Freitas

DIVISÃO DE METALURGIA NUCLEAR  
INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA  
São Paulo - Brasil

Publicação IEA Nº 89  
Fevereiro 1965

Separata de "METALURGIA-REVISTA DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE  
METAIS", v. 21, nº 87, fevereiro, p.147-152, 1965.

Comissão Nacional de Energia Nuclear

Presidente: Prof. Luiz Cintra do Prado

Universidade de São Paulo

Reitor: Prof. Luiz Antonio da Gama e Silva

Instituto de Energia Atômica

Diretor: Prof. Rômulo Ribeiro Pieroni

Conselho Técnico-Científico do IEA

Prof. José Moura Gonçalves

) pela USP

Prof. Walter Borzani

)

Prof. Rui Ribeiro Franco

)

Prof. Theodoreto H.I. de Arruda Souto

) pela CNEN

Divisões Didático-Científicas:

Div. de Física Nuclear: Prof. Marcello D. S. Santos

Div. de Engenharia de Reatores: Prof. Tharcisio D. S. Santos

Div. de Ensino e Formação: Prof. Luiz Cintra do Prado (licenciado)

Div. de Radioquímica: Prof. Fausto Walter de Lima

Div. de Radiobiologia: Prof. Rômulo Ribeiro Pieroni

Div. de Metalurgia Nuclear: Prof. Tharcisio D. S. Santos

Div. de Engenharia Química: Prof. Kazimiers J. Bril

## RESUMEN

Los autores pasan revista a los trabajos realizados en los laboratorios de la División de Metalúrgia Nuclear, Instituto de Energia Atómica, referentes a la producción de uranio y de torio metálicos, de fusión y lingotaje en vacío del uranio y de proceso por metalúrgia del polvo de la esponja de torio obtenido. Despues de justificar los procedimientos adoptados en vista a las condiciones vigentes en el país, analisan los autores las características de los materiales empleados , pasando enseguida a describir los aparatos y las operaciones metalúrgicas de producción del uranio, por reducción en bombas de cargas de tetrafluoruro de uranio por magnesio, y de producción de torio, por reducción de oxido de torio por calcio, en bombas especiales, en presencia de cloruro de calcio y de iodo. Describen, por fin, las operaciones de fusión e lingotaje del uranio obtenido en horno eléctrico Wild-Barfield, en vacío de  $10^{-4}$  mm de mercurio y de proceso por metalúrgia del polvo de torio obtenido.

## SOMMAIRE

Les auteurs présentent un résumé des travaux réalisés par la Divisão de Metalurgia Nuclear, Instituto de Energia Atômica, São Paulo, relatifs à la production d'uranium et de thorium métalliques, de fusion et manufacture de lingots sous vide de l'uranium et du traitement métallurgique de la poudre d'éponge de thorium obtenue.

Après justifier les procédés utilisés vis - à - vis les conditions du pays, les auteurs analysent les caractéristiques de matériaux employés; en suite ils décrivent l'appareil et les opérations métallurgiques de production d'uranium par réduction en pompe du tétrafluorure d'uranium avec le magnésium et, de production de thorium par réduction d'oxyde

de thorium avec le calcium dans des pompes spéciales, en présence de chlorure de calcium et d'iode.

Ils décrivent aussi les opérations de fusion et manufacture de lingots de l'uranium obtenu dans un four électrique Wild-Barfield, sous vide de  $10^{-4}$  mm de mercure et de traitement métallurgique de la poudre de thorium obtenue.

#### ABSTRACT

The authors review the works achieved in the laboratory of the Division of Nuclear Metallurgy, Institute of Atomic Energy, regarding the production of metallic uranium and thorium, of the melting and making of ingots of uranium under vacuum and of processing by powder metallurgy of the thorium sponge obtained. After justifying the process adopted under existing conditions in Brazil, the authors analyse the characteristic of materials employd and then describe the equipment and metallurgical operations involved in uranium production - by reduction in charging bomb of uranium tetrafluoride by magnesium, and the production of thorium by reduction of thorium oxide by calcium, in special bombs, in the presence of calcium chloride and iodine. They also describe the uranium-melting and ingot making operations in the Wild-Barfield electric furnace, under a vacuum of  $10^{-4}$  mm of mecury and proces-sing by powder metallurgy of the thorium obtained.

# PRODUÇÃO EXPERIMENTAL DE URÂNIO E TÓRIO METÁLICOS NO INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA<sup>1)</sup>

THARCISIO D. DE SOUZA SANTOS

HELIOTON M. HAYDT<sup>2)</sup>

CLAUER TRENCH DE FREITAS<sup>3)</sup>

## RESUMO

Possuem os Autores em revista os trabalhos realizados nos laboratórios da Divisão de Metalurgia Nuclear, Instituto de Energia Atômica, referentes à produção de urânio e de tório metálicos, de fusão e lingotagem sob vácuo do urânio e de processamento por metalurgia do pó da esponja de tório obtida. Depois de justificar os processos adotados em face das condições vigentes no País, analisam os Autores os características dos materiais empregados, passando em seguida a descrever o aparelhamento e as operações metalúrgicas de produção do urânio, por redução em bombas de cargas de tetrafluoreto de urânio por magnésio, e de produção de tório, por redução de óxido de tório por cálcio, em bombas especiais, na presença de cloreto de cálcio e de iodo. Descrevem, por fim, as operações de fusão e lingotagem do urânio obtido em forno elétrico Wild-Barfield, sob vácuo de pó-mol de mercúrio, e de processamento por metalurgia do pó do tório obtido.

## 1. INTRODUÇÃO

O programa da Divisão de Metalurgia Nuclear do Instituto de Energia Atômica inclui estudos experimentais de produção de urânio e tório metálicos a partir de matérias-primas nacionais, bem como de processamento ulterior desses metais e suas ligas para a fabricação de elementos combustíveis experimentais para reatores.

Outros setores de atividade têm sido dedicados com maior ênfase à produção de pastilhas de  $\text{UO}_2$  para reatores de pesquisas bem como à fabricação dos elementos combustíveis para o reator Argonauta do Instituto de Engenharia Nuclear, Rio de Janeiro, GB.

Os estudos experimentais desenvolvidos nos laboratórios da Divisão de Metalurgia Nuclear visaram principalmente acumular experiência para ulteriores desenvolvimentos na fabricação de elementos combustíveis que empreguem ligas à base de urânio e de tório. Conforme é sabido, uma das possibilidades julgadas mais atraentes para as usinas termoelétricas, planejadas para o Brasil, reside no emprégio de urânio natural, sob a forma de liga, encerrado em tubos de liga de magnésio. Essa solução é essencialmente a que vem sendo adotada pela "United Kingdom Atomic

Energy Authority", na Inglaterra, e pelo "Commissariat à l'Energie Atomique", da França em seus programas de produção de energia elétrica em centrais nucleares.

Nesta contribuição descrevem os autores em linhas gerais os trabalhos experimentais realizados no Instituto de Energia Atômica, referentes à produção de tório e urânio metálicos, bem como de fusão e lingotagem do urânio obtido em forno elétrico sob alto vácuo e de processamento por metalurgia do pó do metal produzido.

## 2. JUSTIFICATIVA DOS PROCESSOS ADOTADOS NOS ESTUDOS EXPERIMENTAIS

*Produção de urânio metálico* — Desde os primeiros trabalhos experimentais referentes à produção de urânio metálico, realizados em junho de 1960 por um dos autores no Instituto de Pesquisas Tecnológicas<sup>4)</sup>, foi preferido o processo baseado na redução do tetrafluoreto de urânio pelo magnésio, segundo a reação



Esse processo foi julgado preferível ao de redução do mesmo sal por cálcio metálico, pela circunstância de que poderá o magnésio vir a ser produzido no País com maior facilidade que o cálcio. Embora seja consideravelmente melhor o balanço térmico da reação com cálcio, desaconselharam o seu emprégio na produção de urânio o seu elevado custo e a dificuldade de armazenamento e de preparo das cargas. A produção de magnésio de alta pureza pelo processo Pidgeon deverá dentro em breve constituir objeto de ini-

<sup>1)</sup> Contribuição Técnica n° 502, submetida ao XIX Congresso Anual da Associação Brasileira de Materiais, São Paulo, 29 de junho a 4 de julho de 1964.

<sup>2)</sup> Membro da ABM do Instituto de Pesquisas Tecnológicas, em comissão no Instituto de Energia Atômica, na área da Divisão de Metalurgia Nuclear, Instituto de Energia Atômica, São Paulo, SP.

<sup>3)</sup> Membro da ABM: Engenheiro Metallurgista e Engenheiro Nuclear; Divisão de Metalurgia Nuclear, Instituto de Energia Atômica, São Paulo, SP.

<sup>4)</sup> Membro da ABM: Engenheiro Civil e Engenheiro Nuclear; Divisão de Metalurgia Nuclear, Instituto de Energia Atômica, São Paulo, SP.

ciativas no País, de vez que o mercado nacional de magnésio atinge já nível que pode justificar a sua produção, principalmente pelas condições muito favoráveis existentes em numerosas partes do Brasil, a da região de São Paulo em particular. A influência de algumas das principais variáveis que influenciam o rendimento e assim o custo de produção de magnésio para fins nucleares será objeto de estudo experimental que será realizado na Escola Politécnica e no Instituto de Pesquisas Tecnológicas, graças a apoio recebido da "Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo".

Quanto ao processo para ulterior tratamento do material metálico reduzido, dispõe o Instituto de Energia Atômica de forno Wild-Barfield, modelo da National Research Corporation, dos Estados Unidos, com capacidade de produção de cargas de cerca de 2 kg de urânio, feita a fusão e a lingotagem sob vácuo de  $10^{-1}$  mm Hg. Está sendo esperado para breve o recebimento de forno de alta freqüência sob vácuo com capacidade de cargas de 30 kg de urânio metálico e com dispositivos que permitirão a produção simultânea de várias barras.

*Produção de tório metálico* — Dentre os processos desenvolvidos de produção de tório, foi preferido o de redução do óxido de tório por cálcio, em presença de cloreto de cálcio como fundente e de iodo, como meio de escórvia da reação. Esse processo foi descrito por Meyerson<sup>1</sup>, por Fuhrman e colaboradores<sup>2</sup> e por Cuthbert<sup>3</sup>; é utilizado nos Estados Unidos pelo Laboratório Ames, da Universidade de Iowa e pela National Lead Co. na produção do metal para a "Atomic Energy Comission". A reação do processo é:



Os dados termodinâmicos estudados por Coughlin<sup>4</sup> mostraram a possibilidade de a reação ser realizada em temperaturas próximas de 1.000°C. Em virtude de ser muito elevada a pressão de vapor do cálcio a essas temperaturas, a reação tem de ser realizada em bomba, análoga à empregada na metalurgia do urânio, porém capaz de ser utilizada em temperaturas bastante mais elevadas. Os produtos da reação são sólidos e o tório produzido (temperatura de fusão 1.750°C), na forma pulverulenta só pode ser separado do cal e do cloreto de cálcio por lixiviação em água seguida de lixiviação do hidróxido de cálcio por ácido nítrico diluído. Após a filtração, os cristais obtidos são dessecados em estufa a temperaturas baixas, para evitar a sua oxidação. O pó é posteriormente trabalhado pelo processo de metalurgia de pó. Outro processo para a transformação do esponja obtido é o de fusão sob arco elétrico de eletrodo consumível<sup>5</sup>.

Em algumas usinas utiliza-se o processo baseado na redução do tetra-fluoreto de tório por cálcio, na presença de cloreto de zinco como fundente. Esse processo foi descrito em seus detalhes principais por um dos autores<sup>6</sup>.

### 3. MATERIAIS UTILIZADOS

*Tetra-fluoreto de urânio* — Os estudos de produção de urânio metálico têm sido conduzidos com tetra-fluoreto de urânio de três procedências distintas, a saber: a) de produção experimental, pelo processo de via úmida, a partir de diuranato de amônio<sup>7</sup>, pela Divisão de Radioquímica do Instituto de Energia Atômica; b) importado do Canadá de um dos produtores comerciais de tetra-fluoreto de urânio, provavelmente por reação de HF gasoso em reatores contínuos do tipo "fluid-bed reactor"; e c) importado da Alemanha, material produzido nas unidades do processo Degussa de fluoretação, semicontínuas e de menor capacidade. Os estudos experimentais com o tetra-fluoreto da última procedência visam, em comparação com os da segunda, analisar a influência das variáveis técnicas de carregamento das bombas e de temperaturas sobre o rendimento da reação.

*Óxido de tório* — O óxido de tório foi preparado por um dos autores mediante calcinação em muffle elétrica de sulfato de tório  $\text{ThSO}_4 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  produzido pela Orquima S.A.. Como sabido, essa firma vem há vários anos tratando para a Comissão Nacional de Energia Nuclear em suas modelares instalações, em São Paulo, concentrados de monazita, procedentes das minas da região de Guarapari, ES.

A operação de calcinação foi realizada à temperatura de 1.000°C durante 10 horas. A massa de material obtido correspondeu ao valor teórico. O óxido obtido foi peneirado na peneira de 50 malhas por polegada.

*Magnésio* — O magnésio utilizado na redução das cargas de UF<sub>4</sub> foi importado dos Estados Unidos. É magnésio produzido pelo processo Pidgeon e sua pureza torna possível a produção de urânio de pureza nuclear. Nos primeiros trabalhos de produção de urânio foi utilizado magnésio em pó mais fino, o que determinou rendimento relativamente baixo na operação de redução. Em outros trabalhos experimentais de produção de urânio utilizou-se magnésio na forma de cavacos de lima grossa.

*Cálcio* — O cálcio metálico utilizado era de procedência italiana, de pureza para fins analíticos, e apresentava-se em raspas de cerca de 0,5 mm de espessura e de cerca de 15 mm de comprimento.

#### 4. PRODUÇÃO DE URÂNIO METÁLICO

*Preparo da carga* — O preparo da carga é feito com base nas massas necessárias de reagentes, utilizando-se 5% de excesso de magnésio sobre a quantidade estequiométrica.

Em algumas das experiências realizadas com tetrafluoreto de urânia importado do Canadá produziram-se briquetes cilíndricos, utilizando-se matriz de 40 mm de diâmetro e sob pressão de 1,5 t/cm<sup>2</sup>. A briquetagem da carga é um dos recursos utilizados para aumentar a porcentagem de reação, em virtude do melhor contacto entre os reagentes.

*Bomba para a redução* — Como sabido, à temperatura em que se realiza a reação de redução, de cerca de 1.350°C (pois que o cloreto de magnésio, produto da reação, chega a fundir completamente para permitir boa separação do bloco de urânia reduzido), a pressão reinante é de várias atmosferas. Em consequência, a reação tem de ser conduzida em bomba metálica, capaz de resistir às elevadas pressões de vapor reinantes no recinto.

Nas reduções de cargas relativamente diminutas, até cerca de 15 kg, em geral se emprega um cadrinho de grafita, encerrado dentro da bomba (fig. 1). Em bombas que permitem cargas de maior capacidade, a reação é realizada em recipiente constituído por apizado de dolomita supercalcinada ou de magnesita calcinada.

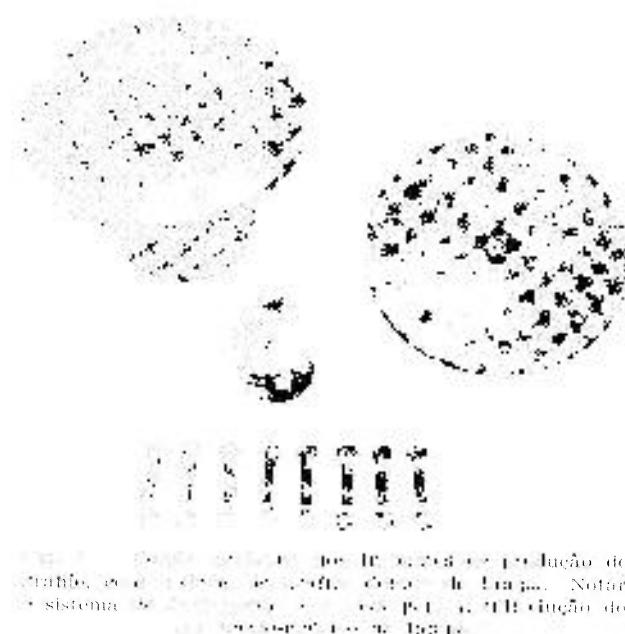


Fig. 1. Bomba utilizada na produção de urânio metálico dentro de Urânia. Notar sistema de ventilação para a introdução do ar e saída do vapor.

As bombas utilizadas para a redução foram construída no Instituto de Energia Atômica.

*Operação de redução* — Uma vez concluído o carregamento da bomba, seja com carga cons-

tituída de briquetes, seja com carga socada no interior do recipiente de grafita, é o conjunto fechado cuidadosamente e colocado em um forno elétrico previamente aquecido à temperatura de 750°C.

Um par termoelétrico colocado em cavidade existente na tampa da bomba permite medir a temperatura da bomba à medida que se aquece no forno elétrico. Quando se inicia a reação, a qual é bastante exotérmica, em virtude das quantidades de calor liberadas pela redução do UF<sub>4</sub> pelo Mg, há grande desenvolvimento térmico interno, o qual se manifesta por sensível elevação da temperatura registrada no par termoelétrico.

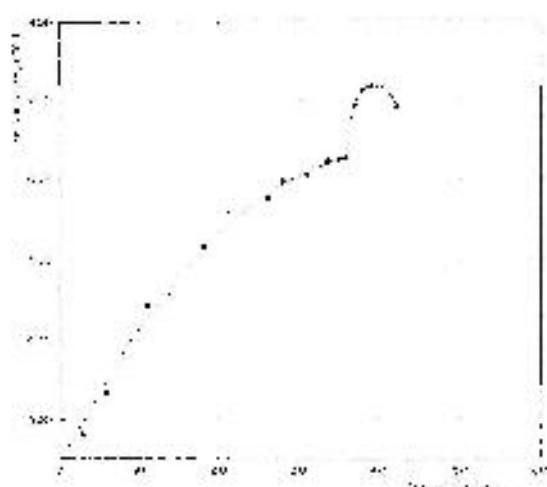


Fig. 2. Aquecimento da bomba no forno em função do tempo (leitura das temperaturas do par termo-elétrico inserido na bomba).

A fig. 2 reproduz os dados experimentais típicos obtidos em uma das operações de redução realizadas no IEA, em que se trabalhou com cargas de 1.100 g e que permitiram a obtenção de blocos metálicos de 485 g de urânia. Observa-se nessa figura a brusca elevação da temperatura, indicativa da reação.

*Retirada do bloco de metal* — Uma vez verificado ter sido completada a reação, a bomba é retirada do forno e deixada que se esfrie ao ar, até atingir temperatura próxima do ambiente, quando, então, pode ser aberta.

Após a retirada do cadrinho de grafita de seu interior, é ele serrado, permitindo assim que se separe de forma relativamente fácil o bloco de urânia metálico da escória adherente.

Naturalmente há magnésio em excesso prôximo mecanicamente ao urânia e aos fragmentos de escória, a ser separado posteriormente na operação de fusão sob vácuo.

Em geral a separação da escória é bastante perfeita, o que facilita o tratamento ulterior do metal no forno a vácuo.

Nas experiências realizadas na Divisão de Metalurgia Nuclear têm sido obtidos rendimentos de redução entre 55 e 93%, dependendo das condições particulares da carga. Os rendimentos obtidos em algumas das experiências podem ser considerados muito elevados e indicam que a técnica adotada na redução foi plenamente satisfatória.

*Fusão e lingotagem do urânio sob vácuo* — A fusão dos blocos de urânio metálico para separação de escória aderida, para eliminação do excesso de magnésio empregado e principalmente para a obtenção dos lingotes com a forma e dimensões desejadas, é realizada em forno elétrico Wild-Barfield, modelo National Research Corporation, de 20 kVA, sob vácuo de  $10^{-4}$  mm de mercurio.



Fig. 3. Vista do forno Wild-Barfield de 20 kVA de fusão e lingotagem sob vácuo. O cadiño, a lingoteira, os recipientes para adições, o par termo-eétrico e os elementos de resistência estão colocados no recipiente fechado, sob vácuo de  $10^{-4}$  mm Hg. Sobre a mesa está o aparelho medidor da pressão residual.

A fig. 3 mostra o aspecto desse forno. A carga é fundida em cadiño de alundum aquecido por elementos de resistência de tungstênio. O circuito de vácuo é constituído por bomba mecânica Leybold, modelo D-12 e por bomba de difusão, modelo H-4P, de 500 w. A medida das

pressões residuais é feita por meio de aparelho medidor combinado termoelétrico e de ionização de catodo frio, para a faixa de  $10^{-4}$  a 1 mm Hg (Philips and Thermocouple Vacuum Gauge), da Consolidated Vacuum Corporation.

A lingoteira pode ser inclinada durante a operação de vazamento, por meio do acionamento da alavanca apropriada, o que permite dirigir o jato de metal para dentro da lingoteira. O forno permite a fusão de cargas de até 1,8 kg de urânio. Pode também operar sob gás inerte sob pressão e contém os dispositivos necessários para a adição de elementos de liga à carga líquida dentro do cadiño.

## 5. PRODUÇÃO DE TÓRIO METÁLICO

*Preparo da carga* — A carga utilizada nas operações de produção de tório metálico tinha a seguinte composição: 53,3% óxido de tório, 21,3% cloreto de cálcio anidro, 21,8% cálcio metálico em raspas finas e 3,6% iodo metálico. A proporção adotada de cloreto de cálcio, de 40% do peso de óxido de tório carregado, é a recomendada por Meyerson<sup>2</sup>, que mostrou passar por um máximo a curva de rendimento em função da proporção de cloreto de cálcio introduzida. Além disso, a proporção de cloreto de cálcio é também um dos fatores determinantes das dimensões dos cristais de tório obtidos. Quando muito finos, os cristais não só se oxidam com maior facilidade nas operações de lixiviação como são carreados pelas soluções ácidas finais, o que determinará maiores perdas nessa fase do processo.

Em virtude da reatividade do cálcio ao ar, o preparo da carga, sua mistura e o carregamento da bomba foram efetuados dentro de "glove box", sob atmosfera de argônio. Os fragmentos de cálcio foram previamente triturados em recipientes de plástico, de forma a reduzir o comprimento das raspas a 5 mm no máximo. Por fim, os constituintes da carga foram intimamente misturados dentro de recipiente plástico, de forma a assegurar carga tão homogênea quanto possível.

*Bomba para a redução* — A elevada temperatura necessária para a redução do óxido de tório pelo cálcio e a elevação subsequente decorrente da liberação da energia da reação exigem bomba de projeto especial e na qual sejam tomadas precauções especiais quanto ao fechamento, em virtude das elevadas pressões internas reinantes. A fig. 4 mostra o aspecto da bomba construída em aço doce e revestida internamente com camisa de aço inoxidável. A bomba é fechada herméticamente com auxílio da peça anular de secção triangular que é interposta entre a tampa interna e a tampa externa presa por meio dos parafusos ao flange da bomba.

*Operação de redução* — A bomba foi carregada em forno elétrico de mufla até atingir a temperatura de 1.000°C, sob velocidade de aquecimento de 100°C/h. Em uma das primeiras experiências, quando se empregou bomba de tampa rosqueada, verificou-se violenta explosão da mesma, determinando a expulsão de toda a carga para fora da tampa, em fresta aberta ao longo da rosca. Esse acidente fez com que se passasse a contar com bomba de melhor fechamento, como a indicada.



Fig. 4 — Vista da bomba construída para a produção de tório metálico por redução do óxido por cálculo metálico. A figura mostra os anéis de fechamento e o extrator utilizado para a abertura da bomba. O interior da bomba é revestido por camisa de aço inoxidável.

A reação de redução de tório não pode ser acompanhada pela brusca elevação da temperatura, em virtude da mesma ser bastante alta e, principalmente, de a capacidade térmica da bomba ser muito grande para permitir acusar o aumento rápido da temperatura interna.

Resfriada a bomba até a temperatura ambiente é a mesma aberta com o auxílio do extrator indicado na fig. 4 e retirada do seu interior a massa de produtos da reação.

*Lixiviação da esponja de tório* — O tório obtido é esponja bastante fina, de brilho metálico, em íntima mistura com os produtos da reação. A lixiviação é feita em dois estágios: inicialmente com água, cerca de 40 l para 100 g de carga, e depois com solução de ácido nítrico a 12,5%. A lixiviação com ácido visa remover grumos maiores de hidróxido de cálculo bem como película de  $\text{ThO}_2$  que se forme sobre os cristais de tório metálico. Feita a primeira lixiviação, após a decantação dos cristais, foi a carga tratada com 2 litros da solução de ácido nítrico. Fil-

trado o pó final, de cor escura, foi o mesmo submetido à secagem em estufa a 80°C. Depois de retirado da estufa, o pó fino obtido, de diâmetro máximo de 50 mesh, tinha brilho metálico. As perdas na operação de lixiviação, filtração e secagem podem ser elevadas, em virtude da finura do pó. Nas operações efetuadas os rendimentos variaram a princípio de cerca de 61% nas primeiras a cerca de 72% nas últimas. A literatura registra rendimentos de até 90% em relação ao Th contido na carga.

*Processamento do tório metálico por metallurgia do pó* — O pó obtido foi compactado em prensa hidráulica em discos de 10,3 mm de diâmetro e de alturas variáveis próximas de 4 mm, em matriz metálica flutuante e sob pressões variáveis. Os resultados obtidos de densidade no estado compactado em função da pressão de compactação estão representados na fig. 5. Os valores obtidos mostram que a densidade aumenta com a pressão de compactação da forma indicada e que para pressões da ordem de 5 t/cm<sup>2</sup> já se obtém densidade de cerca de 80% da densidade teórica. Esses valores indicam que o pó produzido tem boas propriedades de compactação.

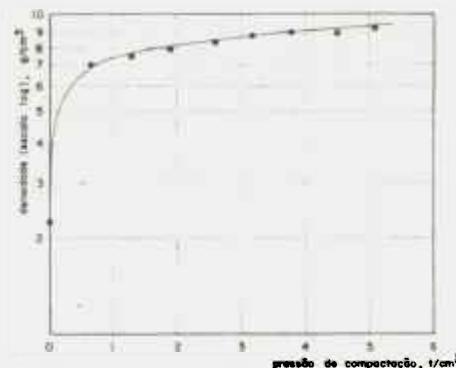


Fig. 5 — Influência da pressão de compactação sobre a densidade de discos compactados de tório, a partir do pó de tório produzido.

As pastilhas obtidas foram em seguida sinterizadas sob vácuo de 0,5 microns de mercúrio à temperatura de 1.450°C no forno elétrico de resistência radiante de tungstênio já descrito anteriormente. As peças sinterizadas apresentaram densidades de 10,1 g/cm<sup>3</sup>, próximas de 86% da densidade teórica do tório metálico (11,72 g/cm<sup>3</sup>).

## 6. CONCLUSÕES

1. Os trabalhos experimentais descritos visaram fornecer os elementos essenciais para a metalurgia de urânio e de tório no Instituto de Energia Atômica para os programas de estudos tecnológicos em andamento.

2. Para a produção de urânio metálico foi preferido o processo de redução do tetra-fluoreto de urânio por magnésio, em virtude da possibilidade de dentro em breve vir a ser este metal produzido no Brasil. Para fins de comparação do comportamento de diversos tipos de tetra-fluoreto de urânio e de magnésio desintegrado, foram importados do Canadá e dos Estados Unidos, respectivamente,  $\text{UF}_4$  e magnésio desintegrado, dos mesmos tipos correntemente empregados na produção de urânio metálico.

3. Para a produção de tório metálico, foi adotado o processo baseado na redução do óxido por cálcio em presença de cloreto de cálcio, a reação sendo escorvada por iodo. O óxido foi produzido pela calcinação do sulfato de tório ( $\text{ThSO}_4 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ), produzido pela Orquima S.A. pelo tratamento da monazita das jazidas do Espírito Santo.

4. Os rendimentos obtidos na produção de urânio metálico nas bombas construídas são bastante elevados, principalmente se se considerar a escala das experiências realizadas. A fusão e a lingotagem sob vácuo de 0,10 microns de mercúrio em forno elétrico Wild-Barfield forneceu lingotes isentos de defeitos.

5. A esponja de tório produzida foi lixivida e o pó metálico obtido foi posteriormente processado por metalurgia de pó em discos de 10,3

mm de diâmetro. Foi determinada a curva de variação da densidade em função da pressão de compactação. A sinterização dos discos foi feita sob vácuo de 0,5 microns de mercúrio à temperatura de 1.450°C durante 1 hora, tendo-se obtido densidade de 86% da densidade teórica do metal.

#### R E F E R E N C I A S

1. SOUZA SANTOS, T. D., BARCELLOS LEITE, P. L. e SIMÕES LOPEZ, I. — *Produção de pastilhas de  $\text{UO}_2$  de alta densidade a partir de diuranato de amônio*. Trabalho apresentado ao III Simpósio Interamericano de Energia Nuclear, Rio de Janeiro, 1960 (a ser publicado).
2. MEYERSON, G. A. — *Powder Metallurgy of Thorium*. Proceedings da International Conference on the Peaceful Uses of Atomic Energy, 1955, v. 8, pg. 188-192.
3. FUHRMAN, N., HOLDEN, R. B. e WHITMAN, C. I. — *The Production of Thorium Powder by Calcium Reduction of Thorium Oxide*. SCNC-185, pg. 16-20, 1957.
4. CUTHERBERT, F. L. — *Thorium Production Technology*. Addison-Wesley, 1958.
5. COUGHLIN, C. A. — In (3), pg. 16.
6. HAYDT, H. M. — *Estado atual da tecnologia da produção de tório metálico*. ABM-Boletim Ass. Bras. Met., v. 19, nº 77, pgs. 571-578, 1963 (Publicação IEA nº 63).
7. LIMA, F. W. e ABRAO, A. — *Produção de compostos de urânio atômica e puros no IEA*. Trabalho apresentado ao III Simpósio Interamericano de Energia Nuclear, Rio de Janeiro, 1960 (a ser publicado).