

**ESTUDO DA ADSORÇÃO DE  $^{233}\text{Pa}$  EM VIDRO**

**R. R. Natsumi, M. Saiki e F. W. Lima**

**PUBLICAÇÃO IPEN 47**  
**IPEN - Pub - 47**

**AGOSTO/1982**

## **CONSELHO DELIBERATIVO**

### **MEMBROS**

Prof. Dr. Luiz Cintra do Prado – Presidente  
Dr. Edgardo Azevedo Soares Júnior – Vice-Presidente

### **CONSELHEIROS**

Dr. Helcio Modesto da Costa  
Dr. Ivano Humbert Marchesi  
Prof. Dr. Waldyr Muniz Oliva  
Prof. Dr. José Augusto Martins

### **REPRESENTANTES**

Dr. Jacó Charcot Pereira Rios  
Dr. Samuel Angarita Ferreira da Silva

### **SUPERINTENDENTE**

Hernani Augusto Lopes de Amorim

**ESTUDO DA ADSORÇÃO DE  $^{233}\text{Pa}$  EM VIDRO**

**R. R. Natsumi, M. Seiki e F. W. Lima**

**CENTRO DE OPERAÇÃO E UTILIZAÇÃO DO REATOR DE PESQUISA – COURP  
ÁREA DE RADIOQUÍMICA**

**INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES  
SÃO PAULO – BRASIL**

Série PUBLICAÇÃO IPEN

INIS Categories and Descriptors

B11

ADSORPTION  
DESORPTION  
COMPLEXES  
GLASS  
PROTACTIUM-233

COURP ARQ

Aprovada para publicação em Maio de 1982.

Nota: A redação, ortografia, conceitos e revisão final são de responsabilidade dos Autores.

# ESTUDO DA ADSORÇÃO DE $^{233}\text{Pa}$ EM VIDRO<sup>(\*)</sup>

Rosa R. Natsumi<sup>(\*\*)</sup>, Mitiko Saiki e F. W. Lima

## RESUMO

O protactínio é um elemento bastante susceptível a perdas por adsorção nas paredes dos frascos que contém soluções de protactínio. Assim, procurou-se, neste trabalho, avaliar a influência de fatores tais como pH, concentração e tipo de eletrólitos existentes na solução e o uso de complexantes, visando reduzir estas perdas por adsorção.

Foram utilizados tubos Pyrex como material adsorvente e soluções de traçador de  $^{233}\text{Pa}$ , livre de carregador.

Os resultados obtidos para diferentes valores de pH mostram que a adsorção do  $^{233}\text{Pa}$  ocorre pronunciadamente em duas regiões de pH. Verificou-se que a adsorção pode ser diminuída, consideravelmente, fazendo uso de complexantes ou de eletrólitos.

Investigou-se, também, a dessorção de  $^{233}\text{Pa}$  com soluções de ácidos clorídrico, fluorídrico e oxálico.

## INTRODUÇÃO

Um dos problemas mais sérios encontrados nos trabalhos com baixas concentrações de elementos presentes em soluções é o da perda desses elementos por adsorção nas superfícies dos frascos.

O protactínio, em particular, é um elemento que apresenta grande tendência para ser adsorvido independentemente de encontrar-se em baixas concentrações ou não.

Starik e colaboradores<sup>(6,8)</sup> estudaram a adsorção de  $^{233}\text{Pa}$  na superfície de quartzo, teflon e alguns metais (platina, ouro, cobre, níquel, ferro e estanho) em função do pH da solução, em meio nítrico e em meio clorídrico. Os autores mencionados observaram que os metais nobres como ouro e platina apresentam a porcentagem de adsorção máxima bem menor do que com os metais cobre, estanho, níquel e ferro, não tendo sido aventada nenhuma hipótese ou explicação para esse tipo de comportamento dos metais nobres comparativamente com os outros metais citados.

Sakanoue e colaboradores<sup>(5)</sup> estudaram também a adsorção de protactínio na superfície de vidro alcalino, de quartzo, neopreno, silicone, teflon, polietileno, ácido inoxidável, cobre e cobre folheado a ouro, em meio sulfúrico e na presença de anions acetado e formiato. Foi verificado que há maior adsorção em materiais polares como neopreno e borracha de silicone do que em materiais menos polares como o polietileno e o teflon.

Saiki e Lima<sup>(4)</sup>, na separação de  $^{233}\text{Pa}$  de tório e de urânio, encontraram dificuldades devido à perda considerável desse elemento nas paredes dos funis de separação. Para eliminar essas perdas esses autores tiveram que utilizar concentração não inferior a 0,010M do agente extraente tetraciclina.

(\*) Trabalho apresentado no XXII Congresso Brasileiro de Química no período de 11 a 17 de outubro de 1981, Belo Horizonte - MG.

(\*\*) Da Dissertação de Mestrado em Tecnologia Nuclear de Rosa R. Natsumi. Trabalho parcialmente financiado pela Comissão de Energia Nuclear.

Com o objetivo de procurar as condições apropriadas para reduzir essas perdas de  $^{233}\text{Pa}$  por adsorção, decidiu-se examinar, no presente trabalho, a influência de fatores tais como pH, uso de complexantes, concentração e tipo de eletrólito.

Dentre os vários tipos estudados de materiais adsorventes, escolheu-se vidro Pyrex por ser material amplamente empregado na confecção de recipientes de laboratório. Fez-se, também, um estudo qualitativo de adsorção em cloreto de polivinila (PVC) com plastificante e sem plastificante, polietileno, poliestireno, triacetato de celulose e polimetacrilato de metila.

Para descontaminar o material adsorvente usado nos experimentos, estudou-se a ação de soluções de ácidos clorídrico, oxálico e fluorídrico.

## PARTE EXPERIMENTAL

### 1. Equipamentos e Materiais

Utilizou-se um Analisador monocanal de marca Nuclear Chicago, modelo 8753, acoplado a um cristal de  $\text{NaI}(\text{Ti})$  de 5,1 cm x 4,5 cm, tipo "poço" para a contagem do  $^{233}\text{Pa}$ , livre de carregador.

Usou-se um medidor de pH de marca Hellige Inc., modelo 7-60, para a medida de pH das soluções empregadas.

Empregaram-se tubos Pyrex de 6,5 cm de altura por 1,1 cm de diâmetro como material adsorvente, após tratamento prévio com detergente, seguido de água destilada, acetona p.a., água destilada, soluções de  $\text{HCl}$  4M e, finalmente, água destilada. Após esse tratamento as peças de Pyrex foram secas numa estufa a, aproximadamente,  $45^\circ\text{C}$ .

Para guardar e manipular as soluções de protactínio utilizaram-se materiais ou recipientes de teflon ou polietileno.

### 2. Soluções de Reagentes

Os reagentes utilizados eram de grau p.a. e as soluções correspondentes foram preparadas com água desionizada após destilação em aparelho de quartzo. Essa água apresentou pH em torno de 5,7. Preparou-se a solução traçadora de  $^{233}\text{Pa}$ , pela irradiação de  $^{232}\text{Th}$ , na forma de hidróxido, em um fluxo de nêutrons térmicos segundo a reação:  $^{232}\text{Th}(n,\gamma)^{233}\text{Th} \beta^- ^{233}\text{Pa}$ . Cerca de 30 miligramas de hidróxido de tório foram irradiados no Reator de Pesquisa do IPEN (IEA-R1) em fluxo de nêutrons da ordem de  $2 \times 10^{12} \text{ n.cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ , durante oito horas.

Após a irradiação e um tempo de "resfriamento" de, aproximadamente, 60 horas, o hidróxido de tório foi dissolvido, a quente, com ácido clorídrico. Fez-se a separação do  $^{233}\text{Pa}(\text{V})$  do tório pela técnica de troca aniônica<sup>(2)</sup>.

Eluiu-se o  $^{233}\text{Pa}(\text{V})$  retido na coluna de resina aniônica, com solução de  $\text{HCl}$  0,10M, recolhendo-se o efluente em frasco de polietileno contendo solução de  $\text{HCl}$  8M. A concentração final da solução de  $^{233}\text{Pa}$  resultante correspondia a, aproximadamente,  $10^{-12} \text{ M}$ .

Averiguou-se a pureza radioativa da solução de  $^{233}\text{Pa}$  analisando o espectro de raios gama da solução de  $^{233}\text{Pa}$  em multianalisador de raios gama acoplado a detetor de estado sólido de Germânio-Lítio.

### 3. Procedimento Experimental

O procedimento experimental consistiu em preparar-se, inicialmente, soluções de diferentes valores de pH contendo o traçador  $^{233}\text{Pa}(\text{V})$  e o eletrólito ( $\text{NaCl}$  ou  $\text{CaCl}_2$ ) de concentração conhecida. Para o ajuste do pH utilizaram-se soluções diluídas de  $\text{HCl}$  e  $\text{NaOH}$ .

Para a realização dos experimentos de adsorção, depositou-se um mililitro da solução no tubo Pyrex. O experimento de adsorção foi feito a uma temperatura de  $22 \pm 1^\circ\text{C}$ , sem agitação. Decorrido o tempo suficiente para atingir o equilíbrio de adsorção, as soluções foram removidas dos tubos e, a seguir, estes tubos foram lavados com água destilada.

Calculou-se a fração de  $^{233}\text{Pa}$  que ficou adsorvido no tubo Pyrex medindo a radioatividade de 1,0 ml da solução de  $^{233}\text{Pa}$  no tubo ( $C_A$ ) e a radioatividade observada no tubo após a remoção da solução ( $C_{\text{vidro}}$ ), aplicando a fórmula:

$$A_1 = \frac{C_{\text{vidro}}}{C_A \times S} \times 100 \quad (1)$$

onde  $A_1$  é a porcentagem de adsorção de  $^{233}\text{Pa}$  por unidade de área tubo submetida à adsorção.  $S$  é a área da superfície do material submetido à adsorção ( $S = 4,98 \text{ cm}^2$  para o tubo Pyrex).

#### 4. Ensaios Preliminares

Realizaram-se os seguintes ensaios preliminares para estabelecer as condições gerais de adsorção de  $^{233}\text{Pa}$  em vidro:

**4.a. Escolha do Material Adsorvente** - Dentre os vários tipos de vidro, tais como lâminas para microscópio, anéis de vidro Pyrex e tubos de vidro Pyrex com e sem tampas esmerilhadas, escolheram-se tubos Pyrex sem tampa, de 6,5 cm de altura por 1,1 cm de diâmetro. Apesar destes tubos sem tampa não permitirem a agitação da solução durante a adsorção e requererem maior tempo de contacto para atingir o equilíbrio, conseguiu-se uma boa reprodutibilidade de nos resultados da adsorção. Uma solução de  $^{233}\text{Pa}$  de  $\text{pH} = 3,0$  contendo  $\text{NaCl } 1,0\text{M}$ , após um tempo de contacto, para adsorção, de 5 horas apresentou, em cinco determinações de adsorção, uma média de  $5,2\% \times \text{cm}^{-2}$  e um desvio padrão relativo de 3,1%.

Verificou-se uma adsorção significativamente maior nas partes esmerilhadas dos tubos de vidro com tampa e nas extremidades não polidas das lâminas de microscópio e anéis de Pyrex, o que sugere não dever ser usado material esmerilhado para guardar as soluções de  $^{233}\text{Pa}$ .

Uma outra desvantagem de se utilizar as lâminas ou anéis de vidro no estudo da adsorção é a necessidade do uso de frascos auxiliares para conter a solução traçadora de  $^{233}\text{Pa}$ . Esses frascos (plásticos, parafinado ou de vidro) não apresentam adsorção uniforme, devido provavelmente, às diferentes rugosidades das suas superfícies.

**4.b Determinação do Tempo para Atingir-se o Equilíbrio de Adsorção** - Este tempo foi determinado pelos valores da adsorção para diferentes tempo de contacto.

Os resultados da Figura 1 mostram que os tubos Pyrex sem tampa requerem um tempo de contacto de 4 a 17 horas para o equilíbrio de adsorção de  $^{233}\text{Pa}$ , dependendo do valor de  $\text{pH}$ . Adotou-se o tempo de 17 horas para todos os experimentos, exceto para os experimentos relativos à verificação da influência da temperatura.

**4.c. Influência da Variação da Temperatura na Adsorção** - Determinou-se a fração de  $^{233}\text{Pa}$  adsorvido nos tubos para três temperaturas  $7^\circ\text{C}$ ,  $22^\circ\text{C}$  e  $36^\circ\text{C}$ . Os resultados da Tabela I indicam que a adsorção aumenta com o aumento da temperatura. No presente trabalho adotou-se a temperatura de  $22 \pm 1^\circ\text{C}$ .

**4.d. Influência do Tempo de Envelhecimento da Solução de  $^{233}\text{Pa}$  na Adsorção** - Os resultados da Tabela II mostram que a adsorção depende do tempo de envelhecimento da solução de  $^{233}\text{Pa}$ , em meio de  $\text{HCl } 8,0\text{M}$ , guardada em frasco de vidro Pyrex.

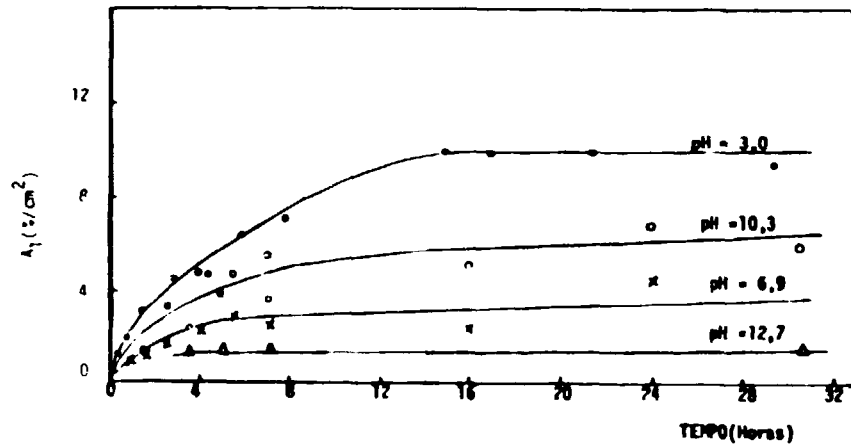


Figura 1 —  $^{233}\text{Pa}$  Adsorvido em Tubos de Vidro Pyrex em Função do Tempo de Contacto  
 Temperatura:  $23^{\circ}\text{C}$ ;  $[\text{NaCl}] = 1,0\text{M}$ ;  $^{233}\text{Pa}$  livre de carregador

Tabela I

Adsorção de  $^{233}\text{Pa}$  nas Paredes de Tubos de Vidro Pyrex  
 Sem Tampa, em Função de Temperatura

Temperatura ( $^{\circ}\text{C}$ )	$A_1$ (% $\text{cm}^{-2}$ )
7	3,8
22	7,2
35	8,7

Tempo de contacto = 7,0 h  
 $[\text{NaCl}] = 1,0\text{M}$ ;  $\text{pH} = 3,0$

Tabela II

Adsorção de  $^{233}\text{Pa}$  para Diferentes Tempos de Envelhecimento da sua Solução

Tempo (dias)	$A_1$ (% $\text{cm}^{-2}$ )
1	10,1
60	8,7
210	2,4

Tempo de contacto = 17 h  
 $\text{pH} = 2,6$ ;  $[\text{NaCl}] = 1,0\text{M}$   
 Temperatura =  $22 \pm 1^{\circ}\text{C}$   
 Tubos de Vidro Pyrex, sem Tampa  
 Meio: HCl 8M

Esse comportamento de diminuição da adsorção com o envelhecimento da solução pode ser associado ao aumento da hidrólise uma vez que o vidro é um trocador catiônico. À medida que aumenta o grau de hidrólise formam-se espécies de cargas positivas cada vez menores, diminuindo, assim, a troca catiônica com o vidro. Uma polimerização das espécies químicas de protactínio, com o tempo, acarreta, também, uma diminuição de cargas positivas em cada grupamento polimerizado.

**4.e. Adsorção de  $^{233}\text{Pa}$  em Outros Materiais** - Além do vidro, foram examinados, no que diz respeito à adsorção de  $^{233}\text{Pa}$ , outros materiais tais como polimetacrilato de metila, cloreto de polivinila (PVC) com e sem plastificante, polietileno, poliestireno e triacetato de celulose.

Avaliou-se a fração de  $^{233}\text{Pa}$  adsorvido nesses materiais efetuando-se as contagens e, também, obtendo-se as suas autoradiografias. Porém os resultados obtidos não foram satisfatórios devido, principalmente, à não uniformidade de adsorção de  $^{233}\text{Pa}$  nas superfícies desses materiais.

Entretanto, mesmo assim, verificou-se uma maior adsorção de  $^{233}\text{Pa}$  nos materiais polares, como PVC e o vidro, do que nos materiais não polares como o polietileno. A adsorção em polietileno é apenas cerca de 10% relativamente à adsorção em materiais polares como o vidro.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Adsorção de $^{233}\text{Pa}$ em Função do pH da Solução

Este estudo foi realizado em meio clorídrico, com o eletrólito NaCl na concentração 1,0M, tempo de contacto de 17 horas e temperatura de  $22 \pm 1^\circ\text{C}$ . Obteve-se a curva de adsorção em função do pH da solução, ilustrada na Figura 2.

A Figura 2 apresenta dois picos de adsorção máxima. O primeiro pico situa-se na região ácida (pH 2,5 a 3,0) e o segundo na região alcalina (pH  $\sim$  10,5).

O fato da adsorção máxima ocorrer com soluções ácidas de  $^{233}\text{Pa}$  indica que a adsorção desse elemento é influenciada pela sua hidrólise. Os elementos que não apresentam tendência a sofrer hidrólise, como os elementos alcalinos e alcalinos terrosos, apresentam uma curva com um aumento contínuo da adsorção com o aumento do pH da solução<sup>(3)</sup>, o que não ocorre com o protactínio.

A presença do pico de adsorção máxima na região ácida é devida à adsorção de espécies iônicas de protactínio positivamente carregadas em competição com os íons hidrônios, também de carga positiva<sup>(5,6)</sup>.

O exame da Figura 2 mostra que, após atingir um valor máximo de adsorção em pH aproximadamente igual a 3,0, começa a ocorrer a diminuição na adsorção devido à formação de espécies neutras e partículas coloidais de hidróxido de protactínio<sup>(7)</sup>. Além disso, um outro fator que contribui para a diminuição da adsorção de protactínio nesta região de pH 3 a 6 é a formação de pseudoradiocolóides ou pseudocolóides radioativos de protactínio, resultantes da adsorção de espécies carregadas de  $^{233}\text{Pa}$  sobre partículas de impurezas de dimensões coloidais, como a sílica.

No presente trabalho verificou-se a formação de espécies pseudocoloidais de  $^{233}\text{Pa}$  a partir de pH = 5,0 fazendo o uso das técnicas de centrifugação e diálise.

O segundo pico de adsorção máxima na região alcalina (pH  $\sim$  10,0) é devido à adsorção de espécies pseudocoloidais de protactínio com uma sobrecarga positiva<sup>(7)</sup>. Essas espécies se formam com a adsorção de cátions, como o  $\text{Na}^+$ , sobre partículas de hidróxido de protactínio carregadas negativamente.

O decréscimo na adsorção, após ter sido alcançado o valor máximo na região alcalina, é devido à formação de partículas coloidais muito grandes que não podem ser adsorvidas<sup>(5)</sup>.

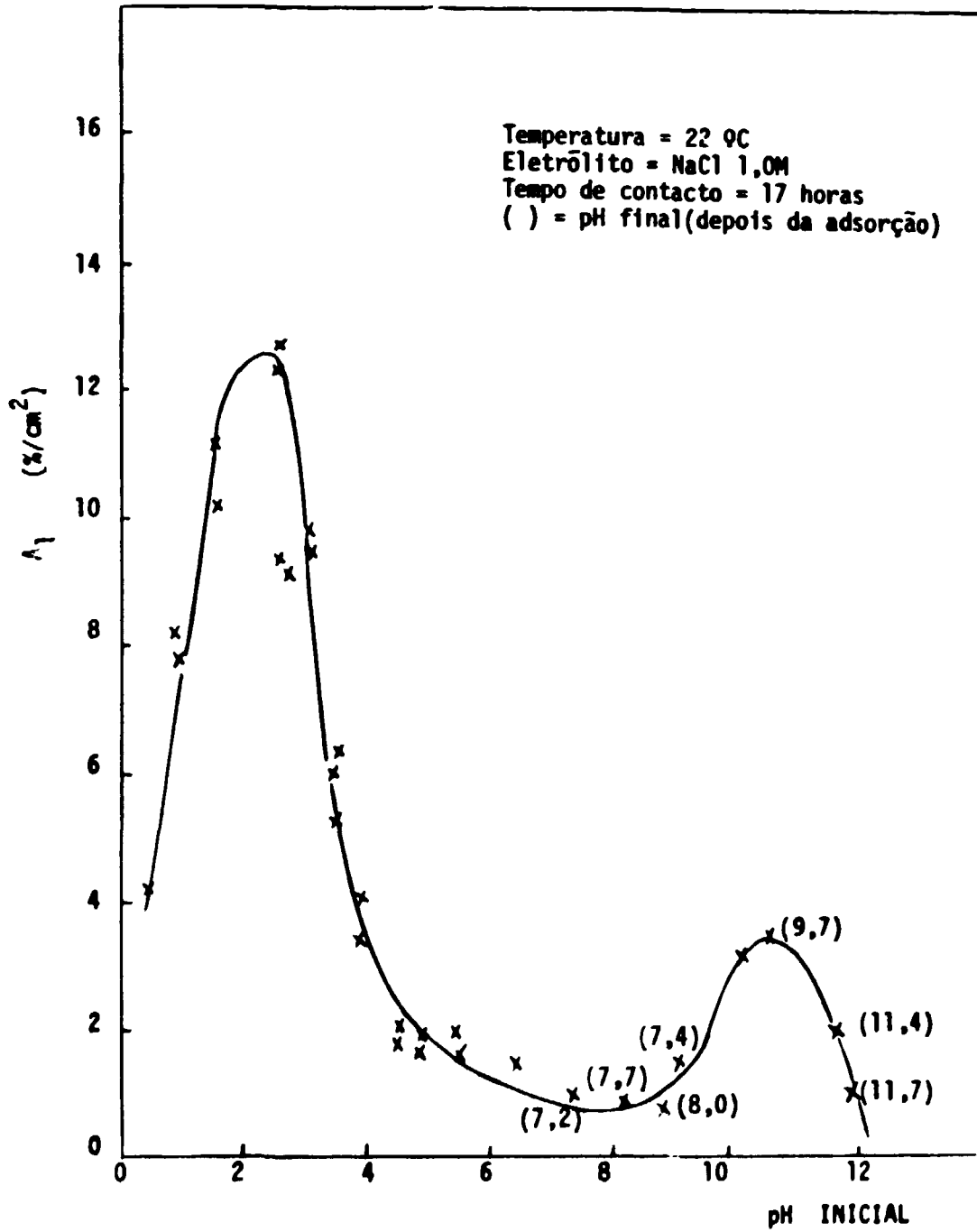


Figura 2 – Curva de Adsorção de <sup>233</sup>Pa em Tubos de Vidro Pyrex em Função do pH da Solução Traçadora.

### Influência da Concentração de Eletrólito na Adsorção de $^{233}\text{Pa}$

As curvas de adsorção de  $^{233}\text{Pa}$  em vidro, para concentrações de  $\text{NaCl}$  0,20M e 1,0M, na Figura 3, indicam que a adsorção depende da concentração do eletrólito presente na solução.

Na região ácida a adsorção diminui com o aumento da concentração do elemento devido ao aumento da competição que os cátions como o  $\text{Na}^+$ , juntamente com os íons  $\text{H}_3\text{O}^+$ , oferecem às espécies positivas de protactínio, reduzindo a adsorção<sup>(1)</sup>.

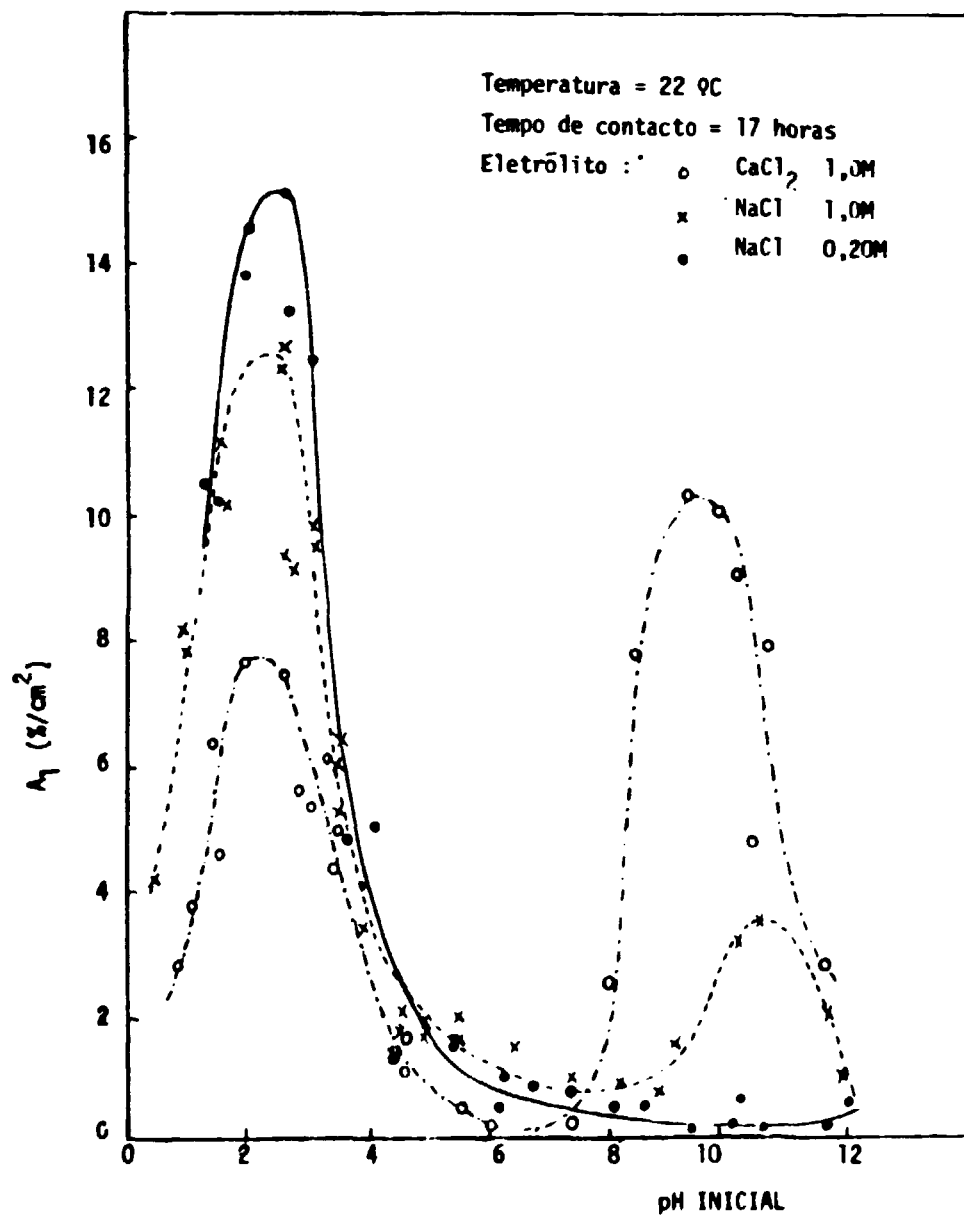


Figura 3 – Influência da Concentração e Tipo de Eletrólitos na Adsorção do  $^{233}\text{Pa}$  em Tubos de Vidro Pyrex.

Na região alcalina a adsorção diminui com a diminuição da concentração do eletrólito devido à redução da sobrecarga positiva das espécies de protactínio. Como se pode observar na Figura 3, para a concentração de NaCl 0,20M a adsorção é praticamente desprezível na região alcalina. Nesta concentração, a quantidade de ions  $\text{Na}^+$  presente na solução é insuficiente para que haja uma sobrecarga positiva para formar os pseudocolóides positivamente carregados para serem adsorvidos.

#### Influência do Tipo de Eletrólito na Adsorção de $^{233}\text{Pa}$ .

Este estudo foi realizado usando eletrólitos NaCl e  $\text{CaCl}_2$ , ambos na concentração 1,0M.

Os resultados apresentados na Figura 3 mostram que aumentando a carga do cátion do eletrólito ocorre a diminuição na adsorção na região ácida. Já na região alcalina ocorre o contrário, isto é, há um aumento da adsorção devido à sobrecarga de espécies coloidais com cátions de carga maior.

Do estudo realizado na presença de eletrólitos podemos concluir que eles podem reduzir a adsorção de  $^{233}\text{Pa}$  em vidro. Para soluções ácidas a presença de concentrações elevadas de outros cátions e, principalmente, os cátions de carga maior, reduz a adsorção.

Entretanto, para soluções alcalinas, como o protactínio se encontra na forma coloidal, grandes quantidades de cátions aumentam a adsorção devido a uma sobrecarga positiva maior.

#### Influência de Complexantes na Adsorção de $^{233}\text{Pa}$ .

Os complexantes utilizados foram a tetraciclina e o ácido oxálico. Os resultados obtidos das Tabelas III e IV mostram que tanto o ácido oxálico quanto a tetraciclina, quando presente em soluções ácidas, impedem quase que totalmente a adsorção de  $^{233}\text{Pa}$  em vidro. O ácido oxálico atua apenas na região ácida sendo bastante eficaz a complexação nessa região.

Na região alcalina a tetraciclina mostrou indícios de instabilidade, havendo mesmo a formação de um precipitado. Nada se pode concluir sobre a atuação deste complexante para reduzir a adsorção na região alcalina.

Tabela III

Adsorção de  $^{233}\text{Pa}$  em Frascos de Vidro Ambar, Tipo "Penicilina", na Presença de Complexantes.

Soluções	$A_1(\% \text{ cm}^{-2})$		
	pH = 2,5	pH = 3,0	pH = 10,5
Sem Complexante	6,14	8,70	5,44
Com Tetraciclina 0,005M	0,26	0,61	2,49
Com Ácido Oxálico 0,005M	0,015	0,020	8,35

Tempo de Contacto = 17 h

Temperatura =  $22 \pm 1^\circ\text{C}$

$[\text{NaCl}] = 1,0\text{M}$

Tabela IV

Porcentagem de Perdas (P) de Protactínio em Frascos de Vidro Ambar, Tipo "Penicilina", na Presença de Complexantes

Soluções					
Sem Complexante		Com Tetraciclina 0,010M		Com Ácido Oxálico 0,010M	
pH	P, %	pH	P, %	pH	P, %
1,9	55,8	1,7	5,7	1,7	16,5
2,7	74,6	2,7	23,4	4,2	8,5
4,2	18,1	(*)		6,6	14,6
6,8	15,8			10,2	42,5
9,1	4,7			11,3	30,2
10,2	9,3				

(\*) Houve a formação de um precipitado de tetraciclina e a determinação de P não foi feita para demais valores de pH.

Tempo de Contacto: 1 dia; P – percentagem de perda em 22,7 cm<sup>2</sup> de área do frasco.

Temperatura: 22 ± 1°C

[ NaCl ] = 1,0 M

#### Dessorção de <sup>233</sup>Pa Adsorvido em Tubo Pyrex

O estudo da dessorção do <sup>233</sup>Pa foi feito usando tubos de vidros Pyrex sem tampa, com solução de ácido clorídrico, ácido oxálico e ácido fluorídrico.

O procedimento experimental para este estudo foi o seguinte:

a. Nos tubos de vidros Pyrex, sem tampa, já com <sup>233</sup>Pa devidamente adsorvido, foi colocada a solução que deveria atuar para provocar a dessorção. Após escoar o tempo desejado removia-se a solução do tubo de vidro lavando-o com água desionizada (pH entre 6 e 8,5). A percentagem de remoção de <sup>233</sup>Pa, pela dessorção, foi determinada por meio da contagem das atividades do tubo de vidro Pyrex antes e após a dessorção, respectivamente. A percentagem de dessorção, D, foi calculada pela expressão:

$$D = \frac{C_i - C_f}{C_i} \times 100$$

onde:

D = percentagem de dessorção do <sup>233</sup>Pa

C<sub>i</sub> e C<sub>f</sub> = Contagem da radioatividade dos tubos de vidros antes e depois da dessorção, respectivamente,

b. A Figura 4 indica que os resultados da dessorção, obtidos com soluções de ácido clorídrico 8,0M, é incompleta mesmo com 23 horas de tempo de contacto.

Os resultados da dessorção de <sup>233</sup>Pa da Figura 5 indicam que as soluções de ácido oxálico não garantem uma dessorção completa e rápida. Já a solução de ácido fluorídrico 0,025M apresenta uma dessorção total de <sup>233</sup>Pa em apenas 5 minutos de contacto para todos os valores de pH em que o <sup>233</sup>Pa fora adsorvido no vidro (Figura 6).

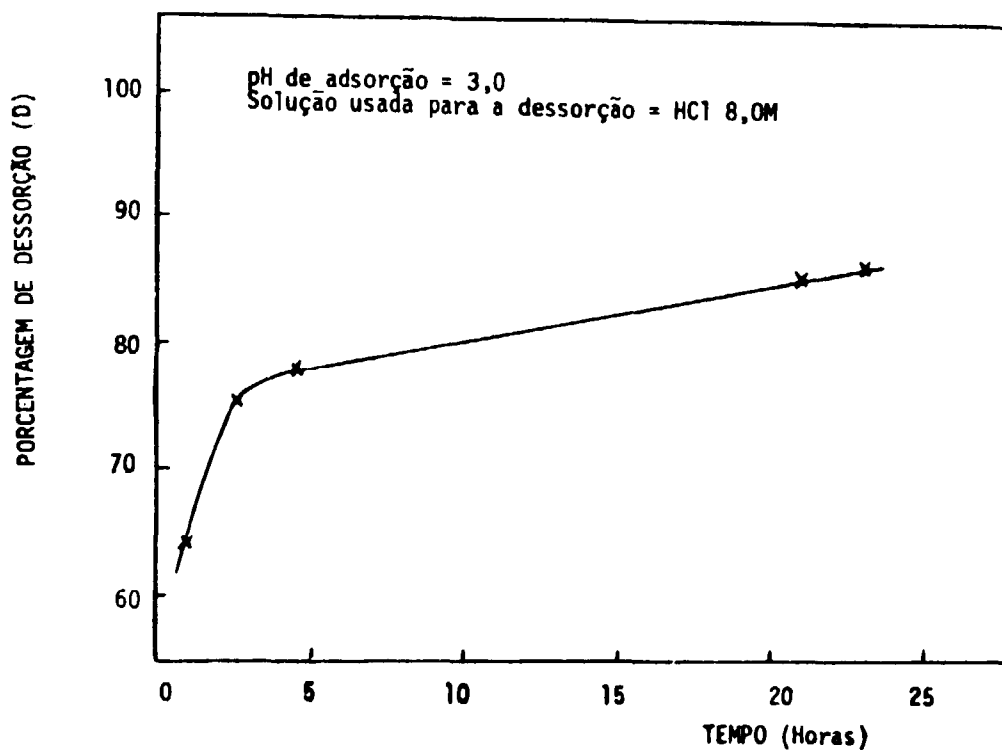


Figura 4 – Dessorção de  $^{233}\text{Pa}$  Adsorvido em Tubos de Vidro Pyrex em Função do Tempo de Contacto. Solução Usada para Dessorção: HCl 8,0M.

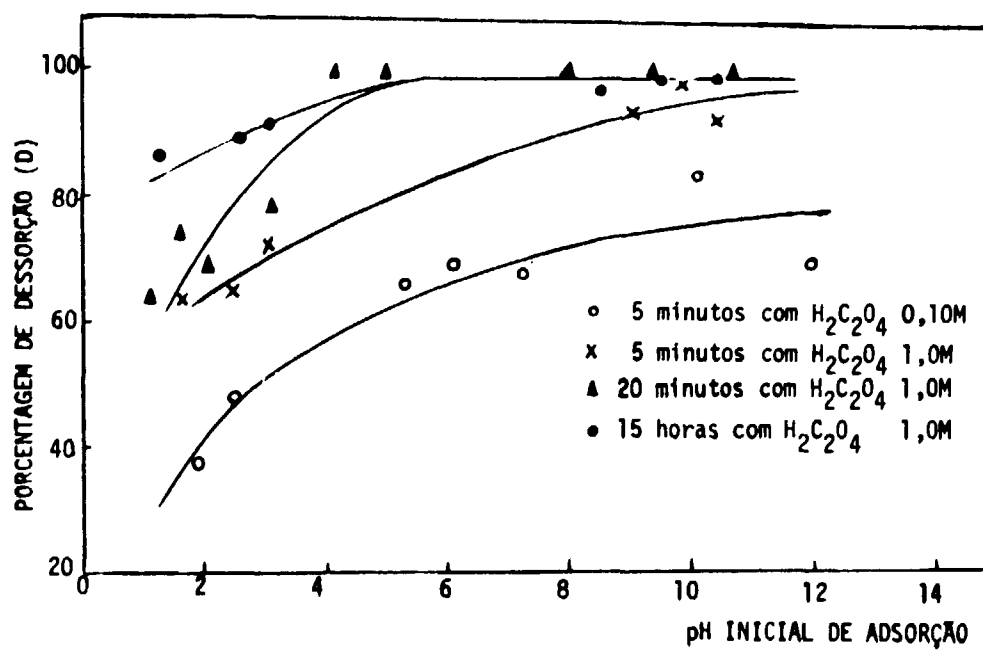


Figura 5 – Dessorção de  $^{233}\text{Pa}$  Adsorvido em Tubos de Vidro Pyrex em Função do pH da Adsorção, para Diferentes Concentrações de Ácido Oxálico.

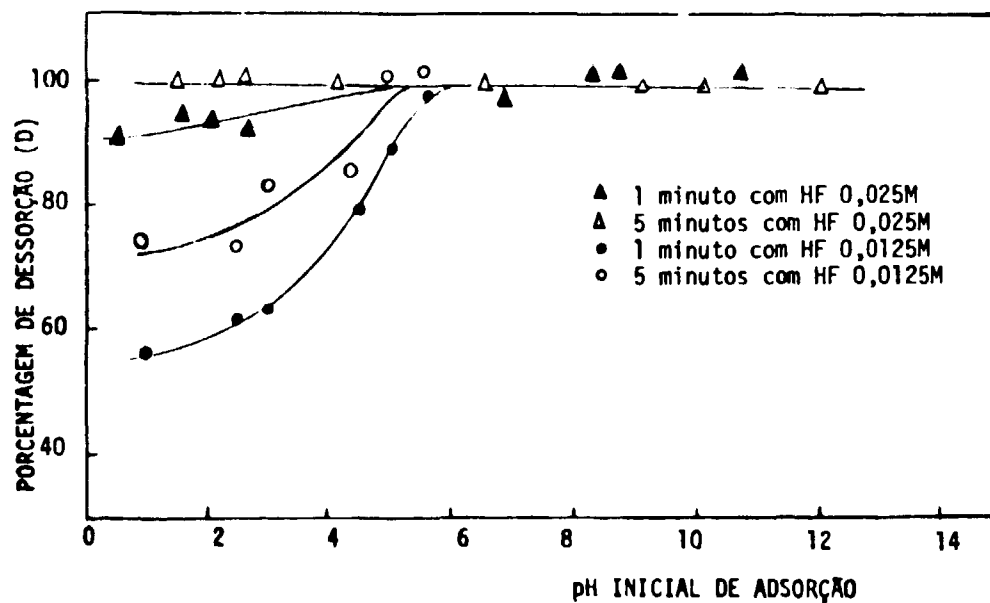


Figura 6 – Dessorção de  $^{233}\text{Pa}$  Adsorvido em Tubos de Vidro Pyrex em Função do pH da Adsorção. Solução Usada para Dessorção: Ácido Fluorídrico Diluído.

Averiguou-se o ataque da superfície de vidro pelas soluções de ácido fluorídrico 0,025M e tempo de contacto de 5 minutos usando, para os experimentos, vidro irradiado no reator. Irradiando o vidro com nêutrons térmicos, verificou-se que o sódio, elemento presente no vidro, foi ativado mas nas contagens da solução usada no ataque de vidro irradiado não foi verificada nenhuma radioatividade. Isto indica que não houve ataque da superfície de vidro pela solução de ácido fluorídrico 0,025M em 5 minutos de tempo de contacto.

#### ABSTRACT

Protactinium is very susceptible to adsorption on the walls of the vials used in the experiments. This work is intended to examine the adsorption of <sup>233</sup>protactinium on glass in relation to pH, presence of complexing agents concentration and type of electrolytes.

The study was made by using carrier-free <sup>233</sup>Pa solution and Pyrex glass tube was selected as adsorbent glass material surface.

The adsorption curve of protactinium on glass surface as a function of the pH of the tracer solution showed the existence of two pronounced adsorption regions. It was found that this adsorption can be reduced by using electrolytes or complexing agents.

Desorption of protactinium previously adsorbed on the Pyrex glass tube was also studied. Hydrochloric, oxalic and hydrofluoric acid solutions were used for the desorption experiments.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS\*

1. ICHIKAWA, F. & SATO, T. Studies of the behaviour of carrier-free radioisotopes III. The adsorption characteristics of europium on various plastics and glass. *Radiochim. Acta*, 12(2):89-93, 1969.
2. KRAUS, K. A.; MOORE, G. E.; NELSON, F. Anion exchange studies. XXI. Th(IV) and U(IV) in hydrochloric acid. Separation of thorium, protactinium and uranium. *J. Am. Chem. Soc.*, 78:2692-95, 1956.
3. Mc KAY, H. A. C. *Principles of radiochemistry*. London Butterworth, 1971, p.380.
4. SAIKI, M. & LIMA, F. W. Solvent extraction studies using tetracycline as complexing agent. Part XI. Extraction of protactinium and separation of uranium from  $^{233}\text{Pa}$  and thorium. Separation of  $^{233}\text{Pa}$  from thorium. *Radiochem. Radionol. Letters*, 48(1):61-70, 1981.
5. SAKANQUE, M.; TAKAGI, T.; MAEDA, M. Studies of the adsorption and electrodeposition of protactinium. *Radiochim. Acta*. 5:79, 1966.
6. STARIK I. E.; SHEIDINA, A. D.; IL'MENKOVA, L. I. The state of microquantities of radioelements in dilute solutions. VII. Study of the state of protactinium in aqueous solution by the adsorption/desorption method. *Radiochemistry*, 1:83-6, 1960.
7. STARIK I. Ye.; SHEIDINA, L. D.; IL'MENKOVA, L. I. Investigation of the state of protactinium in aqueous solutions. V. Region of existence of pseudocolloids. *Radiochemistry*, 3:241-45, 1962.
8. STARIK, I. Ye.; SHEIDINA, L. D.; IL'MENKOVA, L. I. State of protactinium in aqueous solutions. VI. Adsorption properties of protactinium. *Soviet Radiochem.* 4:36, 1962.

---

(\*) As referências bibliográficas relativas a documentos localizados pelo IPEN foram revistas e enquadradas na NB-66 da Associação Brasileira de Normas Técnicas.

**INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES**  
Caixa Postal, 11 049 – Pinheiros  
CEP 05508  
01000 – São Paulo – SP

Telefone: 211-6011  
Endereço Telegráfico – IPENUCLEAR  
Telex – (011) 23592 - IPEN - BR