

**ESTUDOS DE SORPÇÃO DE URÂNIO CONTIDO EM SOLUÇÕES DE  
NITRATO DE URANILO POR RESINA CATIONICA FORTE E SUA ELUIÇÃO  
COM SULFATO DE AMÔNIO — PARTE II: EFEITO DE EDTA NA  
DESCONTAMINAÇÃO DO TÓRIO**

*ANTONIO G. S. RIBAS e ALCÍDIO ABRÃO*

**PUBLICAÇÃO IEA N.º 210**  
Maio — 1970

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

ESTUDOS DE SORPÇÃO DE URÂNIO CONTIDO EM SOLUÇÕES DE NITRATO DE  
URANILO POR RESINA CATIONICA FORTE E SUA ELUIÇÃO COM SULFATO DE  
AMÔNIO - PARTE II: EFEITO DE EDTA NA DESCONTAMINAÇÃO DO TÓRIO<sup>(\*)</sup>

Antonio G.S. Ribas e Alcídio Abrão

Divisão de Engenharia Química  
Instituto de Energia Atômica  
São Paulo - Brasil

Publicação IEA Nº 210

Maio - 1970

Comissão Nacional de Energia Nuclear

Presidente: Prof.Dr. Hervásio Guimarães de Carvalho

Universidade de São Paulo

Reitor: Prof.Dr. Miguel Reale

Instituto de Energia Atômica

Diretor: Prof.Dr. Rômulo Ribeiro Pieroni

Conselho Técnico-Científico do IEA

Prof.Dr. José Mauro Gonçalves	}	pela USP
Prof.Dr. José Augusto Martins		
Prof.Dr. Rui Ribeiro Franco		pela CNEN
Prof.Dr. Theodoro H.I. de Arruda Souto		

Divisões Didático-Científicas

Divisão de Física Nuclear -  
Chefe: Prof.Dr. José Goldenberg

Divisão de Radioquímica -  
Chefe: Prof.Dr. Fausto Walter de Lima

Divisão de Radiobiologia -  
Chefe: Prof.Dr. Rômulo Ribeiro Pieroni

Divisão de Metalurgia Nuclear -  
Chefe: Prof.Dr. Tharcísio D.S. Santos

Divisão de Engenharia Química -  
Chefe: Lic. Alcídio Abrão

Divisão de Engenharia Nuclear -  
Chefe: Eng<sup>o</sup> Pedro Bento de Camargo

Divisão de Operação e Manutenção de Reatores -  
Chefe: Eng<sup>o</sup> Azor Camargo Penteado Filho

Divisão de Física de Reatores -  
Chefe: Prof.Dr. Paulo Saraiva de Toledo

Divisão de Ensino e Formação -  
Chefe: Prof.Dr. Rui Ribeiro Franco

ESTUDOS DE SORÇÃO DE URÂNIO CONTIDO EM SOLUÇÕES DE NITRATO DE URANILO POR RESINA CATIONICA FORTE E SUA ELUIÇÃO COM SULFATO DE AMÔNIO - PARTE II: EFEITO DE EDTA NA DESCONTAMINAÇÃO DO TÓRIO<sup>(\*)</sup>

Antonio G.S. Ribas e Alcídio Abrão

RESUMO

Estuda-se o problema da descontaminação do tório presente como impureza em soluções de nitrato de urânio previamente purificadas por resina catiônica onde o mesmo fôra parcialmente retido. A descontaminação é agora completada percolando-se novamente por resina catiônica a solução efluente, a qual fôra adicionado EDTA para complexar o tório e outras impurezas.

Os estudos foram efetuados em função da relação EDTA/U, da vazão de carga, da concentração de urânio e da acidez da solução influente. Foram também estudadas as condições de eluição, em função da vazão, da concentração e da acidez da solução eluente.

O trabalho apresenta várias tabelas e gráficos mostrando os resultados obtidos.

1. INTRODUÇÃO

Conforme já foi descrito com detalhes, o processo original de purificação de urânio por troca iônica<sup>(1)</sup> consta basicamente de duas colunas de resina catiônica forte, denominadas genericamente de Coluna I e Coluna II.

Na Parte I d'êste trabalho foi estudado o comportamento da Coluna I<sup>(2)</sup>, onde é percolada uma solução de nitrato de urânio, cuja finalidade é a retenção de tório e terras raras (entre outros elementos), deixando sair um efluente cujo teor desses dois elementos já foi grandemente diminuído.

---

(\*) Trabalho inscrito para apresentação à XXII Reunião Anual da SBPC, Salvador, Ba, Julho de 1970.

Nesta 2a. Parte do trabalho será estudado o comportamento da Coluna II, que tem por objetivo um refinamento na descontaminação do tório, entre os outros elementos já citados, das soluções de nitrato de urânio efluentes da Coluna I.

## 2. MECANISMO DE FUNCIONAMENTO DA COLUNA II

### Complexação das impurezas

O mecanismo do processo baseia-se no efeito complexante do Ácido Etileno Dinitrilo Tetra Acético (EDTA) sobre as impurezas existentes na solução, particularmente para o tório, cuja presença no DUS a ser purificado pode atingir até 5% sobre a massa total de urânio.

À solução efluente da Coluna I, cujo teor em tório já foi grandemente diminuído, é feita adição de EDTA, a quente, sob agitação, sendo o pH ajustado para 2,5 com hidróxido de sódio. Esta solução será percolada na Coluna II, que tem a finalidade de reter o urânio e deixar passar na efluente as impurezas que, por formarem complexos negativos com o EDTA, não são retidos pela resina catiônica.

### Carga da coluna

Quando é feita a carga da coluna, o volume da solução, e, conseqüentemente, a massa total de urânio a ser percolada deve ser considerada em função da capacidade de retenção da resina. Porque, embora a saturação máxima da coluna seja o desejado, um grande volume de efluente não é aconselhado, em termos de disponibilidade de espaço e gasto de reagentes na recuperação desse efluente.

Dependendo das condições de carga da resina, talvez seja necessário um grande volume de solução, e, conseqüentemente, um grande volume de efluente, para se conseguir a retenção desejada.

É necessário, então, que se faça um contrôlê da concentração da solução efluente, interrompendo-se a operação de carga num ..... "break-through" conveniente.

Uma outra maneira de se evitar êsse problema seria o da utilização do "sistema cruzado", como já descrito em trabalho anterior<sup>(1)</sup> e atualmente fora de uso nas instalações da Planta Pilôto de Purificação de Urânio por Troca Iônica por considerações de ordem técnica que não nos cabe aqui discutir.

Nesse sistema existem duas Colunas II que funcionam alternadamente, e onde o efluente da carga de uma delas é sempre reciclado para carregar a outra, que é depois completada com solução de carga original, e assim sucessivamente. As operações são programadas de modo que as cargas das duas colunas estejam sempre de fasadas para que o funcionamento seja intermitente.

Lavagem - Após a saturação da coluna segue-se uma lavagem com água para remover o urânio intersticial e, a seguir, uma lavagem com ácido nítrico 0,2 M para eliminar certas impurezas como sódio e, principalmente, o fósforo que ficara fisicamente adsorvido na mesma como íon  $PO_4^{3-}$ , ou quimicamente retido na forma de composto do tipo  $UO_2(H_2PO_4)^+$ .

Eluição - Procede-se, a seguir, à eluição do urânio com sulfato de amônio, sendo o eluído separado em três frações distintas em função, principalmente, de sua concentração.

A primeira fração poderia ser considerada mais propriamente como um resíduo da lavagem anterior, que eflui antes que o urânio comece a sair pela ação eluente do sulfato de amônio. Esse ponto determina o corte dessa primeira fração, a qual, conforme o seu teor em urânio seja inferior ou não a 20 p.p.m., é desprezada ou levada à recuperação.

A segunda fração, que constitui o eluído pròpriamente dito, mais concentrado e de maior volume, será estocada para posterior precipitação do DUA. É a fase onde se dá a retirada efetiva do urânio retido.

A terceira fração constitui a "cauda" da eluição, quando o pouco urânio que ainda resta na coluna começa a sair em concentrações bastante baixas, com o inconveniente de diluir muito o eluído principal. Essa última fração é normalmente levada à recuperação por precipitação com hidróxido de sódio.

Finalmente, faz-se uma lavagem com água para remover o excesso de sulfato e a coluna está pronta para nova operação de carga.

### 3. PROGRAMAÇÃO DAS EXPERIÊNCIAS

Com a finalidade de se conseguir uma otimização das condições de operação do processo acima referido, fez-se um estudo da variação de seus principais parâmetros, tendo como objetivo fundamental a obtenção de um eluído, constituído de solução de sulfato de uranilo, com um mínimo volume e o mais descontaminado possível de tório.

Para isso foi estabelecida uma programação de experiências da seguinte maneira:

1. Estudo das condições de complexação da solução de carga com EDTA.
2. Estudo das condições de carga da coluna.
3. Estudo das condições de eluição do urânio retido.

### 4. ESTUDO DAS CONDIÇÕES DE COMPLEXAÇÃO

Como a primeira etapa no processamento da Coluna II é a complexação da solução de carga com EDTA, fez-se um estudo preli-

minar das condições de complexação, considerando-se três fatores principais de influência:

1. Relação EDTA/U na solução de carga.
2. Efeito de temperatura na complexação.
3. Efeito do tempo de agitação na complexação.

Para esta fase de experiências usou-se uma coluna com 30 cm de altura e 1 cm de diâmetro interno, contendo 25 ml de resina catiônica forte idêntica à usada na Parte I deste trabalho (Nalcite HCR, forma amônio, com granulometria de 30 mesh). Foi usada como carga uma solução de nitrato de urânio com 100 g/l em U e 1,6 g/l em Th, sendo tomados para cada experiência 50 ml de solução. Depois de complexada, a solução era percolada através da coluna com uma vazão de 0,5 ml/min ( $\sim 0,65 \text{ ml/min.cm}^2$ ), lavando-se, em seguida, com 25 ml de água e, após, com 25 ml de HNO<sub>3</sub> 0,2 M. A seguir, eluia-se o urânio retido com sulfato de amônio 1 M pH=2, sendo tirada uma alíquota de 3 ml do eluído para a determinação radiométrica da relação Th/U, e consequente verificação do fator de descontaminação do tório.

A influência da relação EDTA/U na solução de carga foi estudada dentro da faixa de 2 a 4%, fazendo-se a complexação à temperatura constante de 70°C.

O efeito da temperatura foi estudado para 20° (temperatura ambiente), 50 e 70°C, sendo o estudo do tempo de agitação feito simultaneamente com os outros.

##### 5. ESTUDO DAS CONDIÇÕES DE CARGA

O estudo das condições de carga foi feito em função de três variáveis:

1. Concentração da solução de carga.
2. Acidez da solução de carga.

### 3. Vazão de carga.

O aspecto da retenção de urânio foi estudado de maneira análoga ao que foi feito na Parte I<sup>(2)</sup>, mas o problema da descontaminação do tório merece certas considerações.

Sabe-se que a descontaminação dá-se durante a carga da solução, embora não mais por retenção, como no caso da Coluna I, e sim pela formação de complexos negativos das impurezas, que não são retidos pela resina. Então, já que esses complexos não podem ser retidos e tendem a passar livremente através da coluna, é lícito pensar-se que a descontaminação não seja afetada pelas condições de carga, com exceção de uma delas, de real importância no nosso caso, que é o da acidez da solução de carga.

Efeito da acidez da solução de carga - Como é sabido, a formação do complexo Th-EDTA depende principalmente da acidez da solução. À medida que esta torna-se mais ácida, começa a haver dissociação do complexo, liberando íons  $\text{Th}^{4+}$  que agora podem ser fixados pela resina catiônica. Essa dissociação aumenta consideravelmente quando a solução é percolada por essa resina que funciona eficazmente, deslocando o equilíbrio químico de dissociação por reter eficientemente o tório. Deduz-se daí que quanto mais alto o pH da solução, melhor será a sua descontaminação, devendo, porém, ser considerado como limitação o ponto de  $\text{pH} = 3$ , quando começa a haver formação de precipitado de urânio na solução.

O estudo da variação da acidez da solução de carga foi feito dentro da faixa de  $\text{pH} 0$  a  $2,5$ , usando-se uma solução de nitrato de urânio com  $70 \text{ g/l}$  em U, e com uma vazão de  $0,5 \text{ l/h}$  .... ( $12 \text{ ml/min.cm}^2$ ).

O efeito da concentração da solução de carga foi estudado entre os limites de  $35$  a  $140 \text{ g/l}$  em U, com uma solução de  $\text{pH} = 2,5$  e a uma vazão de  $0,5$  litros/hora ( $12 \text{ ml/min.cm}^2$ ). Os pontos

intermediários foram: 70 e 105 gramas U/litro.

A influência da vazão na operação de carga foi estudada para os valores: 0,25, 0,5, 1,0, 1,5 e 2 litros/hora (6, 12, 24, 36 e 48 ml/min.cm<sup>2</sup>, respectivamente), mantendo-se o pH em 2 e a concentração da solução em 70 g U/l.

## 6. ESTUDO DAS CONDIÇÕES DE ELUIÇÃO

Como já foi dito anteriormente, o estudo das condições de eluição teve como finalidade encontrar um volume mínimo de eluente capaz de remover todo o urânio da coluna, por meio da variação de três parâmetros básicos na eluição: vazão, concentração e acidez da solução eluente.

A variação da vazão foi estudada prevendo-se uma alteração no volume de eluição, uma vez que o aumento da vazão acarreta um menor tempo de contactação entre a solução eluente e o íon retido, e vice-versa. Supôs-se, então, que esse retardamento na eluição exigisse um volume maior de eluente até a retirada total do urânio.

A vazão de eluição foi então estudada tomando-se os pontos 0,25, 0,5, 1,0, 1,5 e 2,0 l/h (6, 12, 24, 36 e 48 ml/min.cm<sup>2</sup>, respectivamente), e utilizando-se uma solução de sulfato de amônio 1 M a pH = 2.

A concentração do eluente, como já foi visto na Parte I do trabalho<sup>(2)</sup>, influe consideravelmente no volume de eluição, e foi estudada dentro da faixa de 0,25 a 2,0 M, usando-se uma solução de sulfato de amônio de pH = 2, a uma vazão de 0,5 l/h ..... (12 ml/min.cm<sup>2</sup>).

A acidez da solução eluente foi estudada com a finalidade de se observar até que ponto a concentração hidrogeniônica da solução poderia influenciar o volume de eluição nesse sistema, ten

do em vista que, para outros, tal concentração acarreta variações algumas vezes apreciáveis no volume de eluição, dada a competição dos íons  $H^+$  pelos pontos ativos da resina.

Fez-se, então, um estudo da variação da acidez do eluente, partindo-se de uma solução de sulfato de amônio 1 M, cujo pH foi variado de 0 a 9, sendo a vazão mantida em 0,5 l/h (12 ml/min.cm<sup>2</sup>).

## 7. PREPARAÇÃO DAS SOLUÇÕES

Soluções de carga - Como solução de carga, uniforme para todas as experiências desta 2a. Parte, foi usada uma solução de nitrato de urânio a 70 g U/litro e relação Th/U ao redor de 2. Para o caso das experiências de variação da concentração da solução de carga foram usadas soluções de 35, 70, 105 e 140 gramas U/litro, obtidas por diluição com água deionizada ou evaporação, conforme o caso, da solução estoque (com 70 g U/l), sendo os eventuais ajustes de pH feitos com ácido nítrico ou hidróxido de sódio.

Soluções eluentes - Foram obtidas a partir de uma solução de sulfato de amônio 2 M, sendo as diluições feitas com água deionizada e os acertos de acidez feitos com ácido sulfúrico ou amoníaco. A solução estoque de sulfato de amônio foi obtida pela dissolução em água deionizada de 264 gramas por litro de sulfato de amônio cristalizado.

Soluções de lavagem - As soluções de ácido nítrico 0,2 M, usadas como soluções de lavagem, foram preparadas a partir do mesmo ácido concentrado, por diluição com água deionizada.

## 8. EQUIPAMENTO E TÉCNICA EXPERIMENTAL

Equipamento - A coluna usada nestas experiências, bem co

mo a resina e demais acessórios, são os mesmos já descritos na Parte I do trabalho<sup>(2)</sup>.

Técnica experimental - Após preparada a solução de carga, tentando nestas experiências usar soluções de composição aproximada aos efluentes da Coluna I, era a mesma submetida à complexação com EDTA, conforme já descrito no item 4.

Tomava-se, então, 1000 ml dessa solução já complexada e percolava-se através da coluna de acordo com a vazão, concentração e acidez programados para cada experiência, levando-se, em seguida a resina com 500 ml de água deionizada e, depois, com ..... 500 ml de ácido nítrico 0,2 M.

Depois das lavagens procedia-se à eluição do urânio retido com sulfato de amônio, de acordo com as características estipuladas para cada operação (concentração, acidez e vazão), sendo os eluídos coletados em três frações. A primeira fração com volume aproximado de 100 ml. A segunda, de volume e concentrações variáveis, conforme as condições de operação, constituindo o eluído .. principal, do qual eram tiradas amostras para análise. E, finalmente, a terceira fração que, como a primeira, só apresenta interesse para o cômputo do volume total de eluição.

Após a eluição lavava-se a coluna com 2 litros de água deionizada para a eliminação do sulfato residual, procedendo-se, em seguida, à uma retrolavagem para evitar que, com o decorrer das experiências, o gradativo "empacotamento" da resina pudesse, de alguma forma, alterar as condições de operação e conduzir à interpretações errôneas.

Análises de controle - Foram conduzidas de modo análogo ao descrito na Parte I deste trabalho, tanto na sua execução<sup>(3)</sup>, quanto à aparelhagem utilizada.

## 9. RESULTADOS EXPERIMENTAIS

As Figuras 1 e 2 mostram os resultados obtidos no estudo das condições de complexação da solução de carga. A Fig. 1 mostra a eficiência da descontaminação em função do tempo de aquecimento e da temperatura. Observa-se que, excetuando o caso das experiências realizadas à temperatura ambiente, onde a descontaminação oscila entre 0 e 72%, dependendo do tempo de agitação, as demais apresentaram bons resultados, sendo os dados obtidos com soluções a 50°C praticamente idênticos aos obtidos a 70°C, com variação máxima de 10% causada pela variação do tempo de aquecimento, de 5 a 120 min.

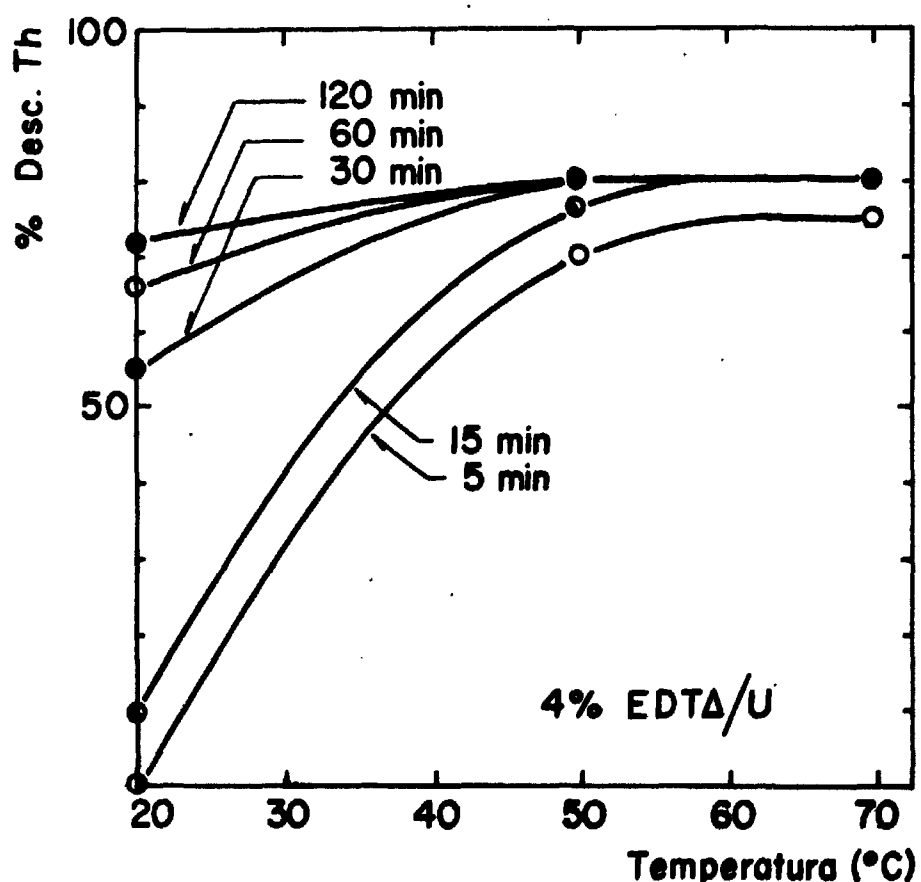


Fig.1 - Efeito da temperatura e do tempo de aquecimento na descontaminação do Tório

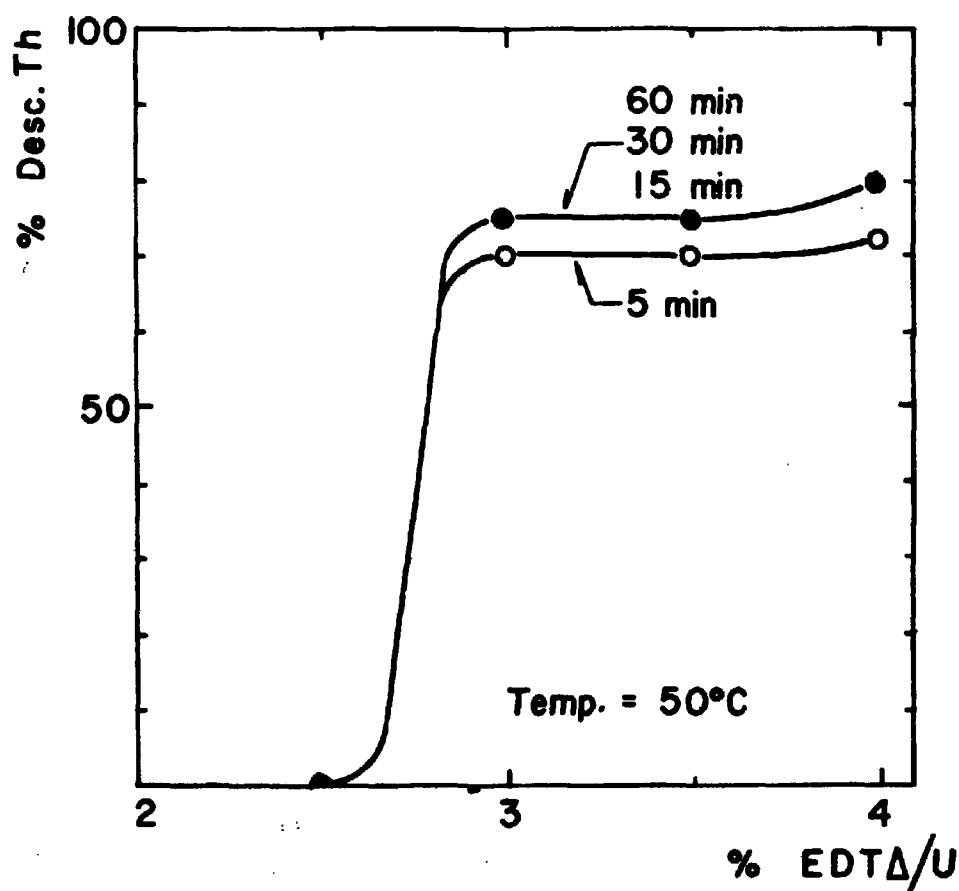


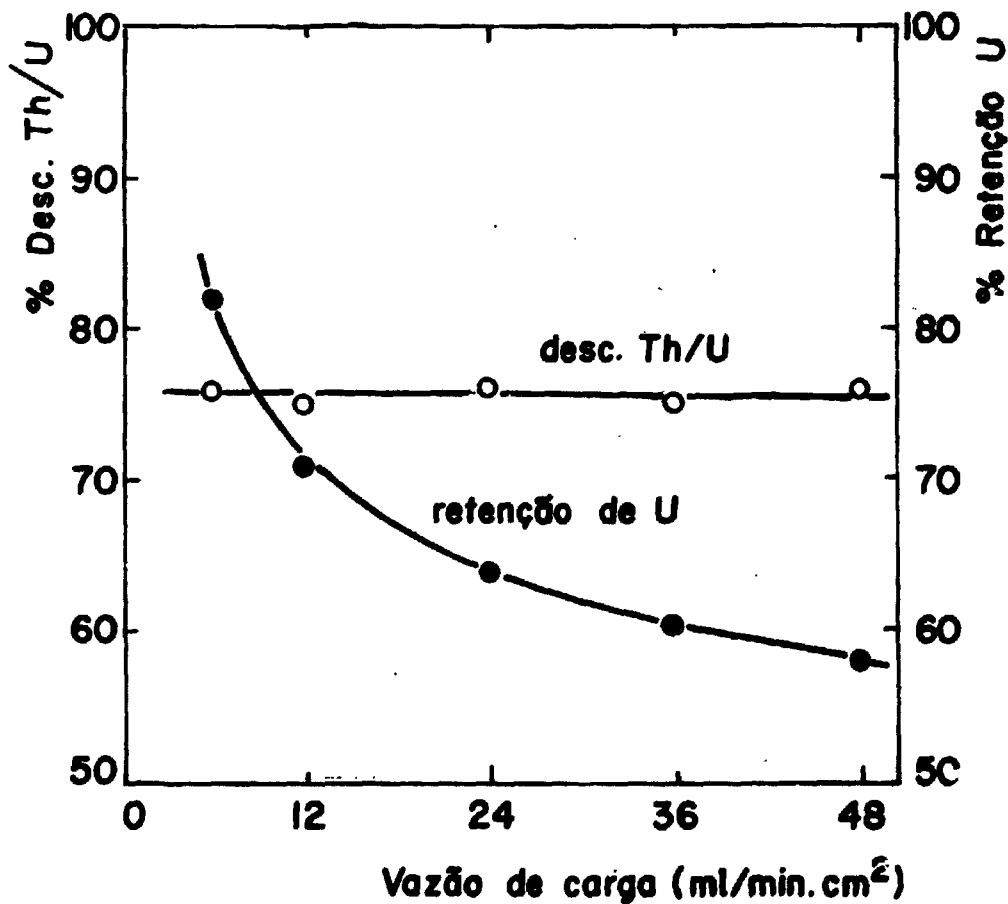
Fig.2- Efeito da % EDTA e do tempo de aquecimento na descontaminação do Tório

A Fig. 2, por sua vez, nos dá as descontaminações obtidas em função da relação EDTA/U na solução e do tempo de aquecimento. Verifica-se que, para soluções contendo 2,5%, ou menos, de EDTA em relação ao urânio, a descontaminação é nula, enquanto que para quantidades iguais ou maiores que 3% a mesma já é bastante eficiente, oscilando entre 70 e 80%, dependendo também do tempo de aquecimento.

As Figuras a seguir sintetizam os resultados obtidos quanto à descontaminação do tório em coluna, depois de as soluções te

rem sido submetidas à complexação do EDTA.

A Figura 3 mostra a influência da vazão de carga sobre a descontaminação do tório e sobre a retenção de urânio. Observa-se que a descontaminação permanece praticamente constante, em torno de 75-76%, enquanto que a retenção cai de 82 para 58% à medida que a vazão aumenta de 0,25 para 2,0 litros/hora, ou seja, de 6 para 48 ml/min.cm<sup>2</sup>.



**Fig.3 – Curvas de descontaminação Th/U e retenção de urânio em função da vazão de carga**

Da mesma maneira, verifica-se, pelo exame da Fig. 4, que a concentração de urânio na solução de carga não influe sensivelmente na descontaminação do tório que permanece constante em tórno de 76-78%, mas reduz em cêrca de 25% a retenção de urânio, quando se aumenta de 35 para 140 g/l em U a concentração da solução.

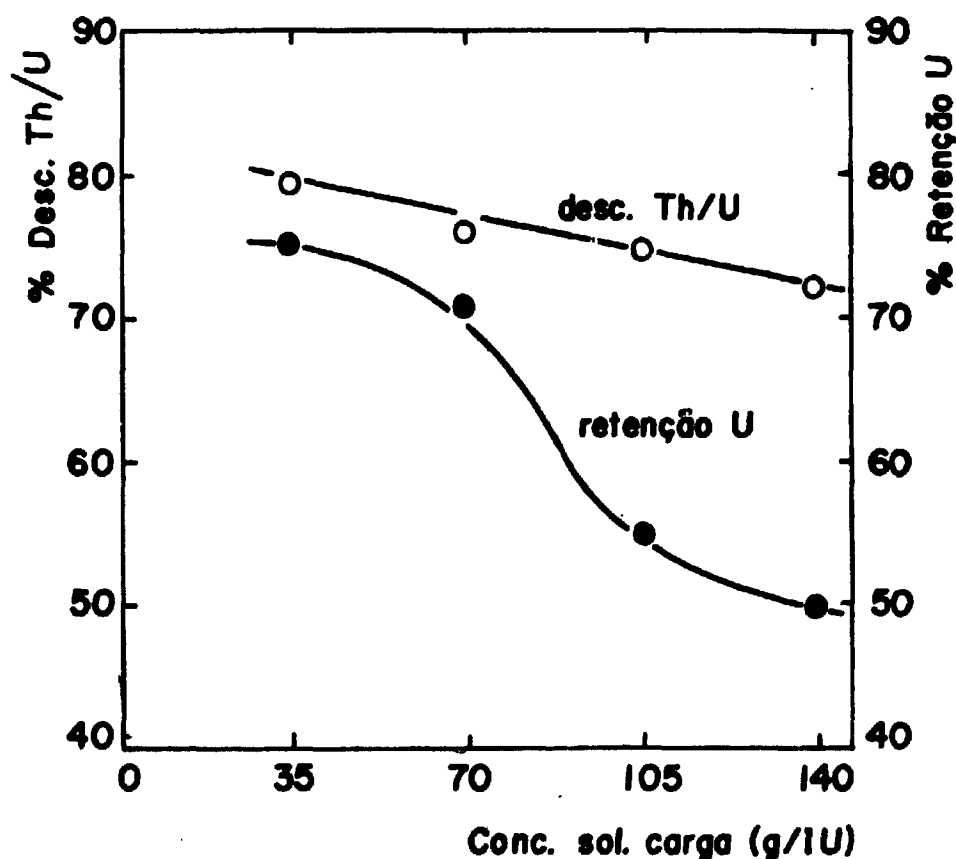


Fig.4 - Curvas de descontaminação Th/U e retenção de urânio em função da conc. da sol. de carga.

A Fig. 5 nos mostra a influência que a acidez da solução de carga exerce sobre a descontaminação do tório, com uma variação que vai de 0 a 76% quando se aumenta o pH da solução de 0 a 2,5. A prática revelou que para valores iguais ou superiores a 3, há a formação de precipitado de urânio na solução. A Fig. 5 nos dá, ainda, a curva de retenção de urânio em função da acidez da solução de carga, observando-se que, para a mesma variação de pH citada acima, a retenção não se altera, permanecendo constante, em torno de 52-54%.

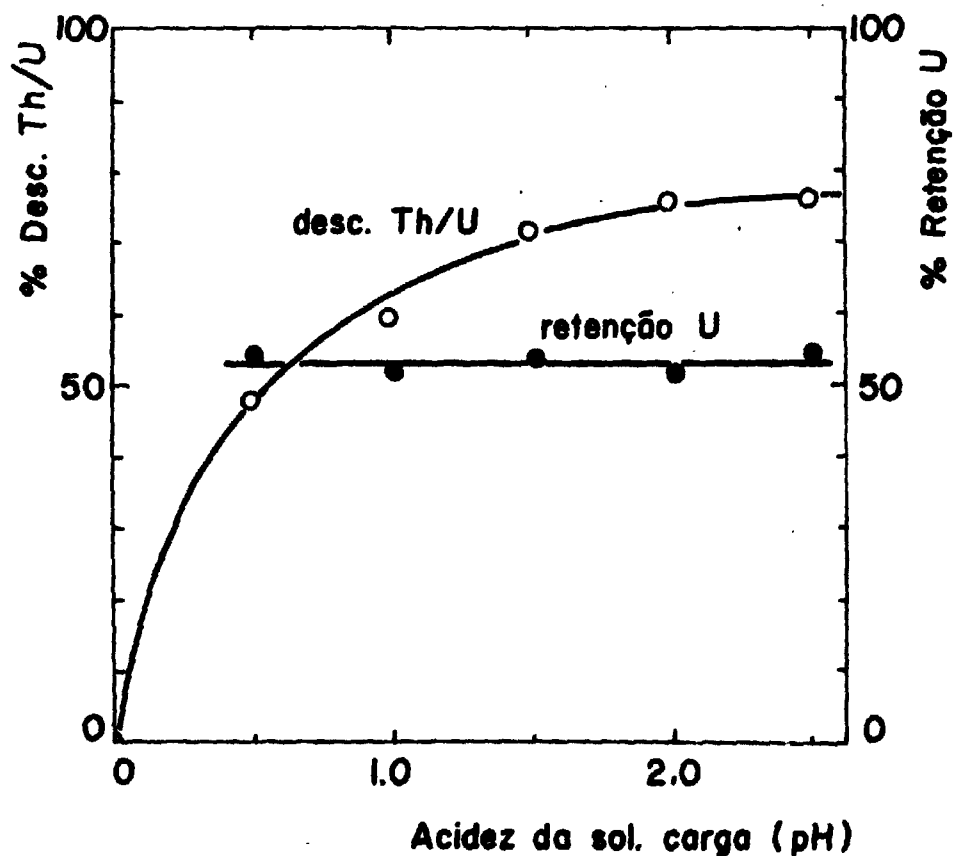


Fig.5 - Curvas de descontaminação Th/U e retenção de urânio em função da acidez da sol. carga.

Passando para o estudo das condições de eluição, a Fig.6 nos mostra a influência de vazão sôbre o volume de eluente gasto na retirada do urânio. Verifica-se que o aumento da vazão de 0,25 a 2,0 litros/hora (6 a 48 ml/min.cm<sup>2</sup>) acarreta um aumento do volume de eluição da ordem de 2,5 vezes, passando de 800 para 2000 ml de eluído, observando-se, todavia, que a concentração do mesmo diminui gradativamente em razão do aumento de volume.

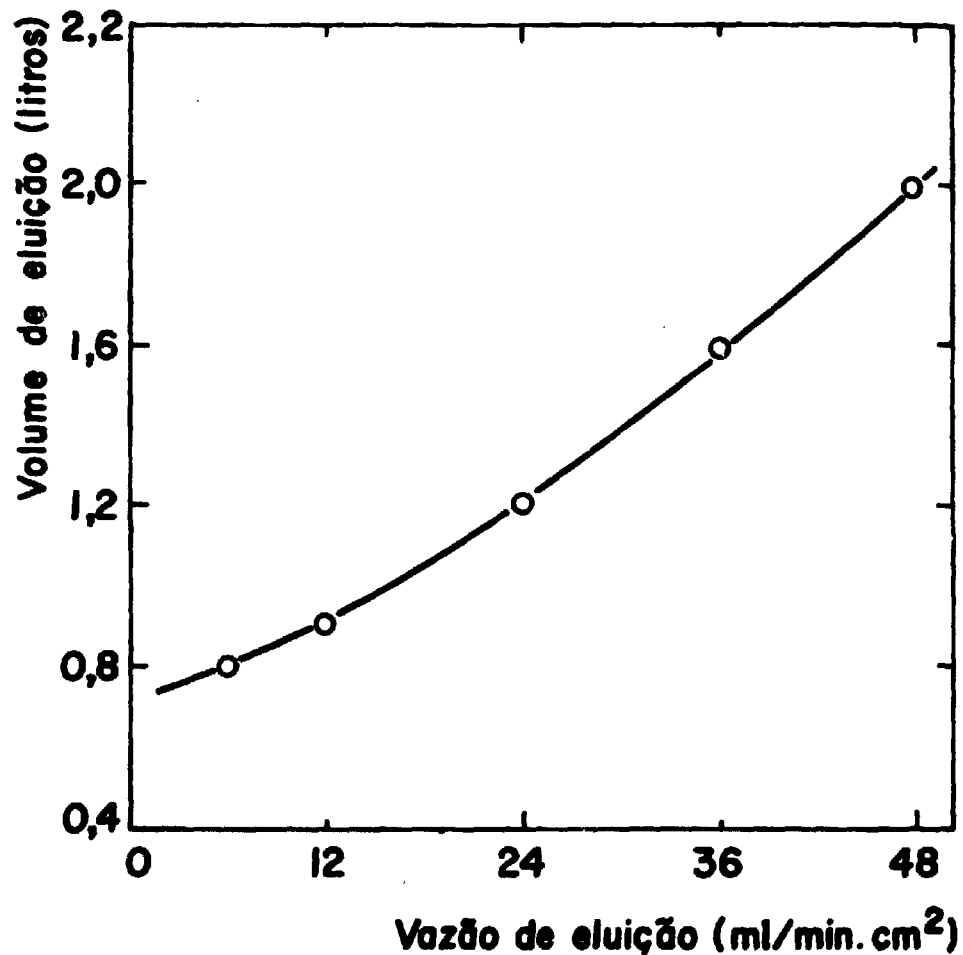


Fig. 6 - Curva do volume de eluição vs. vazão de eluição

A Fig. 7 representa a curva de eluição de urânio em função da concentração do eluente, onde se pode notar que o aumento da concentração de 0,25 para 2,0 molar ocasiona uma redução de cerca de 1/3 no volume do eluente, que passa de 1200 para 800 ml, com conseqüente aumento da concentração de urânio no eluído.

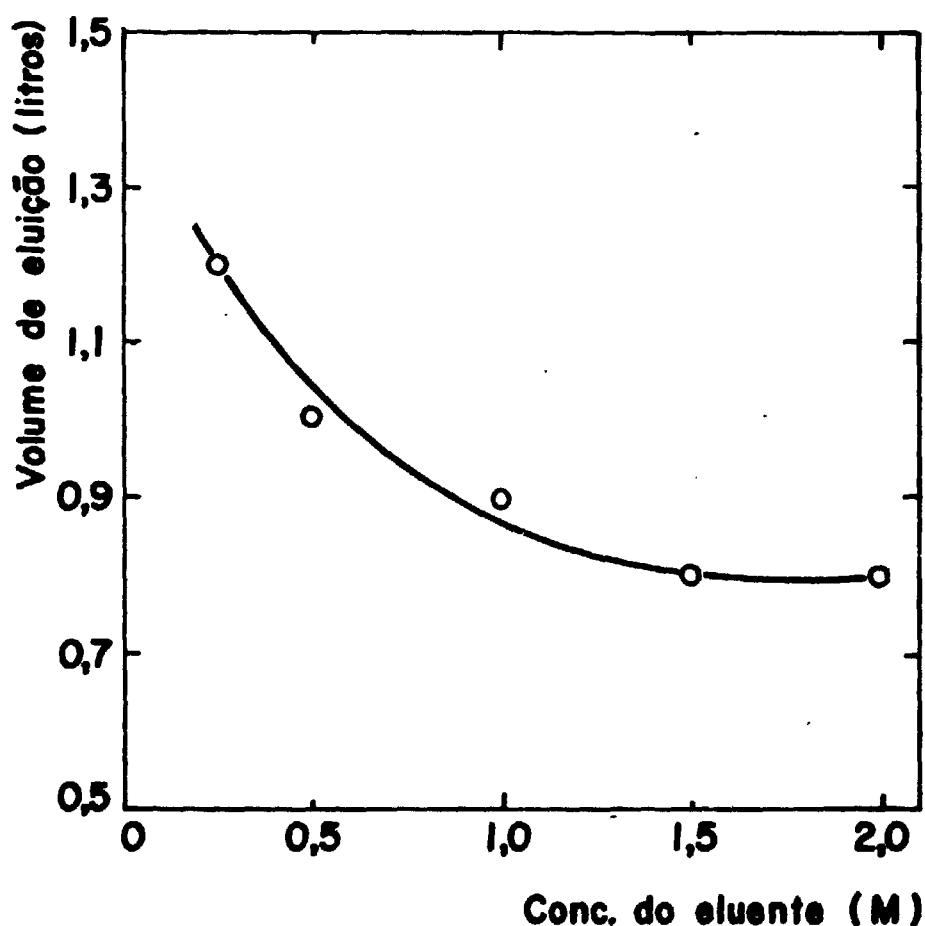


Fig. 7- Curva do volume de eluição vs. conc. da solução eluente (sulfato de amônio)

Finalmente, observou-se que o volume de eluição não é afetado pela variação de acidez do eluente, havendo apenas pequena oscilação de volume em torno de 900 ml, para uma variação de pH

de 0 até 8, observando-se também que para pH igual ou maior que 9 começa a haver formação de precipitado de urânio dentro da coluna.

## 10. DISCUSSÃO E CONCLUSÕES

Os resultados obtidos nesta série de experiências revelam, como no caso da Parte I<sup>(2)</sup>, a viabilidade de uma otimização do processo, não só sob o ponto de vista da descontaminação do tório, como também sob o aspecto da redução de volume de eluente gasto.

Com respeito ao estudo das condições de complexação da solução de carga, o exame conjunto dos dados obtidos nas experiências revelam, de uma maneira geral, que a descontaminação de tório aumenta:

1. Com o aumento da relação EDTA/U na solução de carga a partir de 2,5%, tornando-se constante dentro da faixa de 2,7 - 4,0% (limite superior estudado).
2. Com o aumento da temperatura na etapa de complexação, a partir de 20°C e tornando-se constante acima de ... 60°C.
3. Com o aumento do tempo de agitação durante a complexação (tempo de complexação).

Portanto, como tôdas as variações paramétricas introduzidas acarretam variações proporcionais nos resultados, em termos de descontaminação, verifica-se que, isoladamente, os valores ótimos são os pontos superiores das séries estudadas.

Por outro lado, comparando-se os resultados, observa-se que o efeito da temperatura sobre a descontaminação do tório é praticamente o mesmo tanto a 50 como 70°C, e que com um tempo de aquecimento de 15 minutos consegue-se o mesmo efeito que com tempos maiores.

Conclue-se, portanto, que as condições ideais de complexação são: relação EDTA/U = 0,03 com agitação de 15 minutos a 50°C.

O estudo das condições de carga revelou que o único parâmetro a influenciar a descontaminação do tório é a acidez da solução de carga, concluindo-se que a melhor acidez é a que corresponde a pH 2,5, uma vez que acima deste não é possível operar por haver formação de precipitado na solução, e abaixo há a possibilidade de ruptura do complexo EDTA-Th e consequente fixação deste último pela resina.

Ainda dentro do estudo das condições de carga observa-se que todos os parâmetros estudados exercem influência sobre a retenção de urânio pela resina, que tende a aumentar à medida que:

1. A vazão de carga diminui.
2. A concentração de urânio na solução de carga diminui.
3. O pH da solução de carga aumenta, até o limite permíssível de 2,5.

Então, tomando-se todos os dados obtidos e colocando-os sob a forma da Tabela I, tem-se a massa de urânio obtido, em gramas por litro de resina, em função da concentração e da vazão da solução de carga.

Com base nesses resultados pode-se concluir que, dentro dos limites estudados, as condições ótimas de carga são: menor vazão de carga ( $6 \text{ ml/min.cm}^2$ ), menor concentração da solução de carga (35 g U/l) e acidez correspondente a pH 2,5.

O estudo das condições de eluição mostrou que quanto menor a vazão e maior a concentração do eluente menor é o volume de eluição.

Tomando-se em consideração apenas o volume total de eluição, e uma vez demonstrado que a acidez do eluente não influi no

TABELA I

Urânio descontaminado obtido em função da vazão de carga e da conc. da solução de carga (pH 2,5)

Conc. da solução de carga	Vazão de carga (ml/min.cm <sup>2</sup> )				
	6,00	12,00	24,00	36,00	48,00
(g U/l)	gramas de urânio/litro de resina				
35,0	121,0	105,0	94,5	89,0	84,0
70,0	115,0	100,0	90,0	85,0	80,0
105,0	88,5	77,0	69,5	65,5	62,0
140,0	80,5	70,0	63,0	59,5	56,0

no mesmo, conclui-se que o ponto ideal é conseguido usando-se sulfato de amônio 1,5 M e pH 2, por exemplo, com uma vazão de 6 ml/min.cm<sup>2</sup>, conforme se verifica pelo exame da Tabela II.

Contudo, levando-se em conta a massa total de sulfato de amônio gasto para eluir a mesma quantidade de urânio, verifica-se que a concentração ideal do mesmo seria 0,25 M, mas com o inconveniente de que o uso desse eluente mais diluído acarretaria problemas de maiores volumes a serem estocados.

Consideremos agora as conclusões acima em termos de rendimento, isto é, levando em conta os tempos de operação, tal como foi feito quando do estudo da Coluna I, na 1ª. Parte deste trabalho<sup>(2)</sup>.

Com base nos dados da Tabela III, que dá o tempo, em horas, requerido para cada operação de carga pode-se organizar a Tabela IV, que dá a massa, em gramas por litro de resina por hora, de urânio descontaminado obtido em função da vazão e da concentração da solução de carga.

Conclui-se, então, pelo exame desta tabela, que o ponto ideal de carga é aquele que utiliza uma solução de nitrato de ura

TABELA II

Volumes de eluição obtidos em função da vazão e da concentração do eluente

Conc. do $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	Vazão de eluição (ml/min.cm)				
	6,00	12,00	24,00	36,00	48,00
(M)	Volume de eluição(*)				
0,25	2,136	2,400	3,192	4,272	5,238
0,50	1,780	2,000	2,660	3,560	4,440
1,00	1,600	1,800	2,400	3,200	4,000
1,50	1,424	1,600	2,128	2,848	3,552
2,00	1,424	1,600	2,128	2,848	3,552

(\*) em litros de  $\text{UO}_2\text{SO}_4$ /litro de resina

nilo com 140 gramas de U/litro e pH = 2,5, com uma vazão de 48 ml/min.cm<sup>2</sup> (2,0 l/h).

TABELA III

Tempo requerido para cada operação de carga

Conc. da solução de carga	Vazão de carga (ml/min.cm <sup>2</sup> )				
	6,00	12,00	24,00	36,00	48,00
(g U/l)	Tempo (horas)				
35,0	13,83	6,00	2,70	1,70	1,20
70,0	6,57	2,86	1,29	0,81	0,57
105,0	3,37	1,47	0,66	0,42	0,30
140,0	2,30	1,00	0,45	0,28	0,20

Finalmente, para o caso das condições de eluição, o exame da Tabela V, que dá o tempo requerido para cada operação de eluição, demonstra que o menor tempo de operação é conseguido com uma solução de sulfato de amônio 2 M, pH 2, com uma vazão de 48 ml/min.cm<sup>2</sup>.

TABELA IV

Urânio descontaminado obtido em função da vazão de carga e da concentração da solução de carga

Conc. da solução de carga	Vazão de carga (ml/min.cm <sup>2</sup> )				
	6,00	12,00	24,00	36,00	48,00
(g U/l)	gramas urânio/litro resina.hora				
35,0	8,75	17,50	35,00	52,50	70,00
70,0	17,50	35,00	70,00	105,00	140,00
105,0	26,25	52,50	105,00	157,50	210,00
140,0	35,00	70,00	140,00	210,00	280,00

TABELA V

Tempo requerido para cada operação de eluição

Conc. do (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Vazão de eluição (ml/min.cm <sup>2</sup> )				
	6,00	12,00	24,00	36,00	48,00
(M)	Tempo (horas)				
0,25	8,54	4,80	3,19	2,85	2,66
0,50	7,12	4,00	2,66	2,37	2,22
1,00	6,40	3,60	2,40	2,13	2,00
1,50	5,70	3,20	2,13	1,90	1,78
2,00	5,70	3,20	2,13	1,90	1,78

#### SUMMARY

This paper describes the studies of decontamination of thorium present as impurity in uranyl nitrate solutions, which was carried out through strong cationic resin where the thorium was partially retained. Then, the final decontamination was performed percolating the uranyl solution on a second cationic resin, after complexation of thorium (and other impurities) with EDTA.

The thorium decontamination and the uranium retention were studied as function of EDTA/U ratio, uranium concentration and acidity of the influent uranyl nitrate. The elution conditions were also studied as function of eluent flow rate, concentration and acidity.

Several tables and graphs showing the final results are included.

#### RÉSUMÉ

On a étudié la décontamination du thorium qui impurifie les solutions de nitrate d'uranile. Ces solutions avaient été déjà percolées par résine cationique où le thorium a été déjà partialement retenu. Cette fois la décontamination est faite en percolant à nouveau la solution effluente par résine cationique à laquelle on a additionné EDTA pour complexer le thorium.

La décontamination a été étudiée en fonction de la relation EDTA/U, du débit de charge, de la concentration d'uranium et de l'acidité de la solution de charge. On a étudié aussi les conditions de l'élution en fonction du débit d'élution, de la concentration et de l'acidité de l'éluent.

Ce travail présente aussi des tableaux et des graphiques qui montrent des résultats obtenus.

#### BIBLIOGRAFIA

1. Lima, F.W. e Abrão, A. "Produção de Compostos de Urânio Atômicamente Puros no Instituto de Energia Atômica". Publicação IEA nº 42, abril de 1961.
2. Ribas, A.G. e Abrão, A. "Estudos de Sorção de Urânio Contido em Soluções de Nitrato de Urânio por Resina Catiônica e sua Eluição com Sulfato de Amônio - Parte I: Fixação Seletiva de Tório". A ser publicado no IEA, maio de 1970.
3. Abrão, A. and Tamura, H. "Routine Radiometric Determination of Uranium by Gamma Ray Spectrometry. Publicação IEA nº 170, 1968.

