

BR 220 1047



**PROJETO E CONSTRUÇÃO DE UMA COLUNA DE LEITO MÓVEL  
PARA TRABALHOS COM RESINAS TROCADORAS DE ÍONS.**

J. Monteiro França Jr.

**Aplicação na Preparação de Tricarbonato de Amônio e  
Uranilo de Pureza Nuclear.**

J. Monteiro França Jr. e Alcídio Abrão

**PUBLICAÇÃO IEA 459  
CEQ 70**

**DEZEMBRO/1976**

**PROJETO E CONSTRUÇÃO DE UMA COLUNA DE LEITO MÓVEL  
PARA TRABALHOS COM RESINAS TROCADORAS DE ÍONS.**

**J. Monteiro França Jr.**

**Aplicação na Preparação de Tricarbonato de Amônio e  
Uranilo de Pureza Nuclear.**

**J. Monteiro França Jr. e Alcídio Abrão**

**CENTRO DE ENGENHARIA QUÍMICA  
(CEQ)**

**INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA  
SÃO PAULO – BRASIL**

**APROVADO PARA PUBLICAÇÃO EM NOVEMBRO/1976**

**CONSELHO DELIBERATIVO**

Eng<sup>o</sup> Hécio Modesto da Costa  
Eng<sup>o</sup> Ivano Humbert Marchesi  
Prof. Admar Cervellini  
Prof. Sérgio Mascarenhas de Oliveira  
Dr. Klaus Reinach  
Dr. Roberto D'Utra Vaz

**SUPERINTENDENTE**

Prof. Dr. Rómulo Ribeiro Pieroni

**INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA**  
Caixa Postal 11.049 (Pinheiros)  
Cidade Universitária "Armando de Salles Oliveira"  
SÃO PAULO - BRASIL

---

NOTA: Este trabalho foi conferido pelo autor depois de composto e sua redação está conforme o original, sem qualquer correção ou mudança.

# PROJETO E CONSTRUÇÃO DE UMA COLUNA DE LEITO MÓVEL PARA TRABALHOS COM RESINAS TROCADORAS DE IONS.

J Monteiro França Jr.

## Aplicação na Preparação de Tricarbonato de Amônio e Urânio de Pureza Nuclear.

J Monteiro França Jr. e Alcídio Abrão

### RESUMO

A primeira parte deste trabalho relata o desenvolvimento de uma coluna de leito móvel especialmente desenhada para operar com resinas iônicas em situações especiais onde há evolução de gás – o que impede o uso de colunas convencionais estáticas, em laboratório e na indústria.

Na segunda parte relata-se o uso desta coluna na preparação do tricarbonato de amônio e urânio de pureza nuclear, partindo-se de soluções ácidas de nitrato de urânio impuro. Urânio-VI é fixado numa resina catiônica forte e depois eluído com carbonato de amônio 2M obtendo-se como produto final o TCAU de elevada pureza, cristalizado por abaixamento de temperatura ou por adição de etanol. A operação serviu para mostrar as possibilidades do novo modelo de coluna.

Descrevem-se as operações de carga, eluição e cristalização do TCAU. O trabalho apresenta fotografias e desenhos da coluna.

### INTRODUÇÃO

A finalidade deste relatório é descrever um novo tipo de coluna de leito móvel para operar com resinas trocadoras de íons, especialmente desenhada para sistemas onde há desenvolvimento de gases.

Este modelo vem resolver o problema criado com a liberação de gás carbônico em operações de troca iônica nos sistemas que incluem soluções de carbonatos e ácidos, o que é sério inconveniente nas colunas de leito fixo. Nestas, quando a resina na forma ácida é tratada com solução de carbonato ou quando está na forma carbonato e é tratada com ácidos, a formação de  $\text{CO}_2$  vai aumentando até que a pressão atinge altos valores, pondo em risco a integridade física da coluna. Pode também ocorrer a interrupção da reação pela contrapressão do  $\text{CO}_2$  que impede o trânsito normal da solução nas camadas mais profundas da resina, até total bloqueio da operação.

Conhece-se, da literatura, uma coluna convencional<sup>(7)</sup>, composta de um recipiente no interior do qual gira um agitador à hélice. Com este dispositivo, torna-se muito difícil movimentar um leito compacto de resina, como se fora uma coluna estática. O torque teria que ser muito elevado e a construção do sistema exageradamente reforçada para suportar os esforços internos exigidos.

No Processo Excer de purificação de urânio por resina iônica em leito móvel contínuo, Higgins<sup>(4)</sup> faz a movimentação da resina por meio de bombas, dispostas fora da coluna. Esta é do tipo estático, convencional.

A coluna de leito móvel aqui descrita tem um mecanismo interno em forma de um eixo

helicoidal, com um passo determinado entre suas espiras, acionado por um moto-reductor de velocidade variável montado externamente. A construção do eixo helicoidal, porém, deve obedecer certos requisitos, os quais são descritos mais adiante. O sistema mecânico permite elevar e descer a resina, em movimento harmônico, facilitando, com isso, o escape contínuo de  $\text{CO}_2$  formado na reação de troca.

O presente modelo representa ainda uma alternativa para o pesquisador, porque também pode ser usado como coluna de leito fixo, com reais vantagens sobre o modelo convencional. Outros recursos disponíveis neste modelo são camisa de aquecimento, descarga de gases pelo topo e pelo fundo da coluna e indicador de temperatura do leito de resina.

A coluna foi empregada com êxito em operações de purificação de urânio, em escalas de laboratório e bancada. Carregou-se uma resina catiônica forte com solução de nitrato de urânio. Eluiu-se o urânio com carbonato de amônio. Não houve problema com desprendimento de  $\text{CO}_2$ . Obteve-se urânio de elevada pureza, na forma de tricarbonato de amônio e urânio.

## PARTE I – PROJETO E CONSTRUÇÃO DE UMA COLUNA DE LEITO MÓVEL PARA OPERAR COM RESINAS IÔNICAS.

I.1 As colunas de leito fixo para trabalhos com resinas iônicas são de uso comum nos laboratórios e na indústria química. Entretanto, quando as operações envolvem a resina em forma tal que há evolução de gases, como nos sistemas resina catiônica na forma hidrogeniônica e soluções de carbonato ou de sulfito, ou resina aniônica na forma carbonato ou sulfito e soluções ácidas, as dificuldades aparecem. O aparecimento de gases decompõe o leito da coluna, põe em risco a integridade física das colunas de vidro, impede a alimentação das soluções na coluna. Este tipo de problema foi encontrado por Shankar e colab.<sup>(6)</sup> para eluir o urânio fixado como  $[\text{UO}_2(\text{CO}_3)_3]^{4-}$  numa resina aniônica. Aqueles autores não puderam usar ácidos como eluentes para o urânio e tiveram que optar por soluções menos convenientes, como cloretos ou nitratos<sup>(5)</sup> para contornar a evolução de  $\text{CO}_2$  ou amenizar a libertação do gás por tratamento da resina, antes da eluição, com uma solução diluída de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,1N<sup>(3)</sup>. Este expediente, em substituição ao uso de ácidos, torna a operação mais demorada, com mão de obra adicional e maior consumo de reagentes.

Para a resolução destes problemas projetou-se uma coluna de leito móvel, com dispositivo para contornar a pressão dos gases formados na reação de troca iônica.

Sabe-se que a pressão diferencial do leito suspenso não depende da velocidade de vazão, mas é igual à pressão hidrostática do líquido no qual os grãos de resina estão imersos:

$$\Delta p = H (1 - \epsilon) (\delta_1 - \delta_2), \text{ onde} \quad (1)$$

$\Delta p$  = pressão diferencial através do leito suspenso ( $\text{kg.m}^{-2}$ )

H = altura do leito de resina (metros)

$\epsilon$  = porosidade do leito (%)

$\delta_1$  = peso específico da substância sólida ( $\text{kg.m}^{-3}$ )

$\delta_2$  = peso específico do líquido ( $\text{kg.m}^{-3}$ )

Portanto, quando a pressão  $P_g$  do  $\text{CO}_2 = \Delta p$  da resina, haverá o bloqueio da reação, e quando  $P_g > \Delta p$  haverá escape do  $\text{CO}_2$  por pressão ascendente (ou eclosão).

A particularidade do novo tipo de coluna é um eixo helicoidal disposto no sentido vertical e

construído de forma a obedecer certos requisitos de ordem geométrica. Desta forma, a área da espira do helicoidal deve ser igual à área circular do anel formado pela diferença do diâmetro interno da coluna e o diâmetro do helicoidal (Figura 1) Isto permite que o volume de resina elevado pelo transportador até o fim do helicoidal retorne, por gravidade, para o fundo, seguindo também um movimento helicoidal. Com esta movimentação harmônica da resina, o eluente tem penetração fácil em profundidade, maior área de contacto com os grãos da resina e o gás formado na reação encontra continuamente caminho, para escapar pelo topo. Haverá sempre formação de gases, toda vez que o eluente penetrar a resina (resina na forma  $H^+$  e carbonato como eluente), até a saída pelo funil F. Os gases acumulados no funil F escaparão pelo tubo lateral A, deixando livre de pressão a passagem para a descarga do eluente. Algumas vezes há formação de uma coluna líquida no tubo lateral A, como resultado de condensação (operação a quente), ou pelo arraste por gases. De qualquer forma, ela será levada pela pressão do gás à parte superior C da coluna que está sempre em equilíbrio com a pressão atmosférica pelo tubo de descarga do  $CO_2$ .

A velocidade (rpm) do transportador helicoidal é regulada de acordo com as concentrações das soluções, o que se traduz por maior quantidade de  $CO_2$  libertado. Normalmente, 60 a 100 rpm são suficientes.

Neste tipo de coluna observam-se dois volumes de resina:  $V_1$  e  $V_2$  (Figura 1).  $V_1$  é o volume de resina ascendente que se eleva por ação do eixo helicoidal e  $V_2$  é o volume de resina que desce.  $V_1$  é representado pelo cilindro formado pela carga de resina ascendente e tem por valor:

$$V_1 = \left( \frac{\pi d^2}{4} h \right) - V_h \quad (2)$$

onde,

$d$  = diâmetro da rosca helicoidal.

$h$  = altura da rosca helicoidal.

$V_h$  = volume da rosca helicoidal.

O volume  $V_2$  (volume da resina que deixa o transportador) deve ser contido no espaço formado pela coroa circunscrita ao cilindro de resina ascendente. Ele é, portanto, igual à área da coroa pela altura do transportador helicoidal e é representado por:

$$V_2 = \frac{\pi}{4} (D^2 - d^2) h \quad (3)$$

sendo,

$D$  = o diâmetro interno da coluna.

O volume total de resina ( $V_t$ ) no interior da coluna será:-

$$V_t = V_1 + V_2 \quad (4)$$

## 1.2 – Descrição da Coluna

Construíram-se dois modelos de coluna, ambos com tubo de acrílico para facilitar a observação do funcionamento. O primeiro (Figuras 1 e 2) tem um comprimento total de 300 mm, diâmetro interno de 37 mm e diâmetro do transportador helicoidal de 25 mm. O eixo, de aço inox, tem diâmetro de

6,3 mm e passo de 15 mm. A camisa de aquecimento, B, só atinge a altura útil da coluna, isto é, um pouco acima do ponto onde termina o transportador. O eixo assenta sobre um anel de teflon, M, no fundo da coluna, onde se observam os canais verticais, V (detalhes na Figura 1), para escoamento do líquido. Entre o fundo e o funil F se interpõe uma tela T, que pode ser de nylon, de inox, ou qualquer outro material para reter a resina. A tela T apoia-se sobre um suporte S (chapa perfurada) e o conjunto é montado conforme o desenho, usando-se uma junta de vedação de teflon ou outro material apropriado, apertado por parafusos.

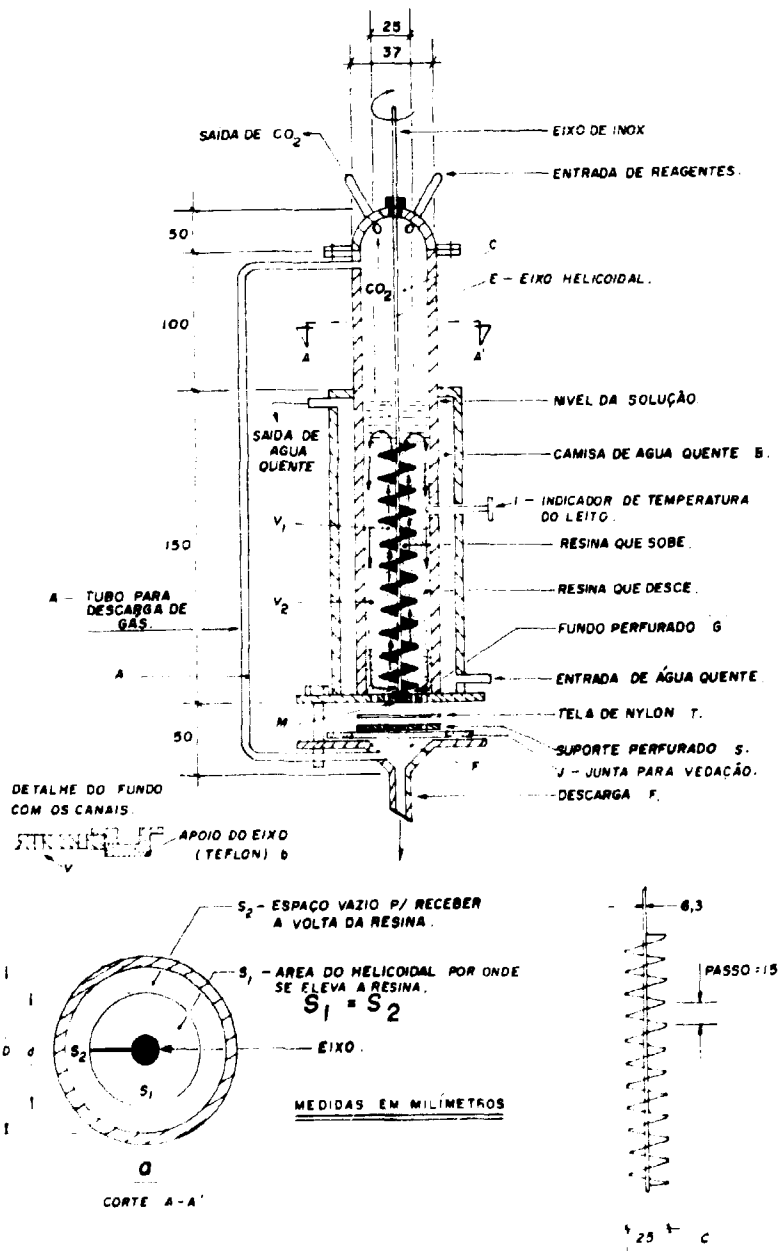


Figura 1 - Coluna de Leito Móvel para Resinas Trocadoras de Íons.



Figura 2 – Coluna Leito Móvel Nº 1 (capacidade: 140 ml de resina).

O eixo central, onde se situam as espiras helicoidais, liga-se a um conjunto moto-reductor, que pode ser de velocidade fixa ou variável. Este recurso é desejável porque, se a quantidade de gás liberado for muito grande, convém aumentar a rotação.

A segunda coluna (Figura 3), com capacidade de 2,6 litros de resina, mede 900 mm de altura, diâmetro interno de 100 mm e diâmetro do transportador helicoidal de 70 mm, com passos de 20 mm.

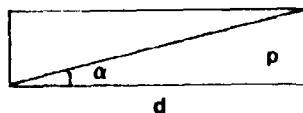


Figura 3 – Coluna Leito Móvel Nº 2 (capacidade: 2,6 kg de resina).



A resina na coluna deve estar ao nível da última espira superior do transportador. A resina deve estar coberta pelo líquido (solução de carga e eluente), mantendo-se o nível 1-2 cm acima da resina.

O funcionamento básico destas colunas é o sistema de leito móvel, mas podem também ser usadas como leito fixo durante a operação de carga. A avaliação do número de troca de volume por minuto deve ser feita assim:



$p$  = passo do transportador

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{p}{d} \quad (5)$$

$$\therefore p = d \cdot \operatorname{tg} \alpha$$

O volume  $V$  de resina transportada por uma espira em uma rotação será:

$$V = \frac{\pi d^2}{4} \cdot p \quad (6)$$

e, para  $n$  espiras:

$$V = \left( \frac{\pi d^2}{4} \cdot p \right) n \quad (7)$$

mas,  $p \cdot n = h$  (altura do eixo helicoidal), ou

$$V = \frac{\pi d^2}{4} h \quad (8)$$

Se, da eq.(8) deduzirmos  $V_h$  (volume do eixo helicoidal), tem-se o volume  $V_1$  da eq.(2), que representa o volume de resina transportada de baixo para cima por  $n$  espiras em uma rotação do eixo.

Mas o volume total  $V_t^c$  de resina no interior da coluna é a soma dos volumes  $V_1 + V_2 = V_t$  (eq.4) e a troca de um volume  $V_t$  se dará quando o transportador tiver completado  $2n$  rotações, sendo  $n$  o número de espiras.

O número de trocas  $N$  de volumes de resina, por minuto, será, então, calculado pela seguinte equação:

$$N = \frac{\text{rpm}}{V_t/2n} = \frac{2n(\text{rpm})}{V_t} = n\varphi \text{ de trocas/minuto} \quad (9)$$

onde, (rpm) é o número de rotações por minuto do eixo helicoidal.

## PARTE II – OBTENÇÃO DO TRICARBONATO DE AMÔNIO E URÂNIO (TCAU) NUCLEARMENTE PURO POR TROCA IÔNICA EM COLUNA DE LEITO MÓVEL.

11.1 Descreve-se, a seguir, o processo de purificação de urânio e obtenção do tricarbonato de amônio e urânio (TCAU), partindo-se de uma solução de nitrato de urânio impuro preparado por dissolução de

diuranato de sódio (DUS), um concentrado de urânio obtido como subproduto da industrialização da monazita. Procurou-se atingir dois objetivos: um método de obtenção do TCAU de elevada pureza por troca iônica e comprovar o comportamento do novo tipo de coluna de leito móvel em condições de formação de gás (geração de  $\text{CO}_2$  por interação de  $\text{H}^+$  e  $\text{CO}_3^{2-}$ ).

Numa série de experimentos usou-se a coluna de leito móvel com a resina carregada com solução de nitrato de urânio a pH 2,0-2,5; após a sorção, eluiu-se o urânio com  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  2M, obtendo-se o TCAU como produto final.

## 11.2 – Solução de nitrato de urânio para alimentação

Preparou-se a solução de nitrato de urânio usada como influente para carregar a resina segundo técnica já estudada anteriormente<sup>(1)</sup>. Tratou-se o DUS com  $\text{HNO}_3$  14,8M até pH 1,5, dissolvendo-se quase totalmente o urânio (~99,7%), enquanto ficam em suspensão  $\text{SiO}_2$  (30%),  $\text{P}_2\text{O}_5$  (85%), Fe (40-50%) e Th (36-40%), juntamente com outras impurezas em menor quantidade. Segue-se uma digestão durante 30 minutos a  $70^\circ$ , seguida de filtração. A solução resultante, contendo aproximadamente 300 g U/l, é diluída para 90-100 g U/l e o pH ajustado para 1,8.

### 11.2.1 – Descontaminação Prévia de Tório e Terras Raras (TR), por Precipitação com Ácido Oxálico

Esta solução de nitrato de urânio é tratada com ácido oxálico para a descontaminação de tório e terras raras<sup>(2)</sup>. Adiciona-se a solução de ácido oxálico lentamente à solução de nitrato de urânio, sob agitação. Aproximadamente três horas e meia depois de terminada a adição do ácido oxálico interrompe-se a agitação e filtra-se. Aproximadamente 93-96% de Th + TR são precipitados.

### 11.2.2 – Complexação com EDTA

A solução de nitrato de urânio, já quase isenta de tório e terras raras, é tratada com solução de sal sódico do ácido etileno-diaminotetraacético (EDTA), numa relação de 3% (massa/massa) sobre o conteúdo de urânio. Ajusta-se o pH final da solução a 2,5 com NaOH e aquece-se a  $70^\circ\text{C}$  durante 30 minutos; uma alternativa é manter a solução sob agitação, à temperatura ambiente, durante 10-12 horas. Esta complexação transforma alguns cátions metálicos em espécies aniônicas, não retidas pela resina catiônica. A solução de carga deve ser límpida, caso contrário, filtra-se.

## 11.3 – Operação da Coluna de Leito Móvel nº 1 (Escala Laboratório)

### 11.3.1 – Parâmetros Operacionais:

Solução de carga: nitrato de urânio 97 gU/l, pH 2.0-2.5.

Influente: 200 ml (19,4 g de U); vazão 140 ml/h.

Resina Catiônica Forte: tipo poliestireno-divinilbenzeno, Nalcite, HCR, malha 30. Volume: 140 ml.

Sorção do urânio: com sistema de leito móvel.

Temperatura:  $60^\circ\text{C}$  (na camisa de aquecimento da coluna).

### 11.3.2 – Operação carga. Sorpção do íon $UO_2^{++}$ na resina catiônica

A sorpção do íon urânio pela resina foi feita de modo a não atingir a saturação. Fez-se a carga de 140 ml de resina com 200 ml de nitrato de urânio (19,4g U), recolhendo-se o efluente em frações de 50 ml. Os efluentes analisados mostraram um conteúdo total de 2,77 g U, ficando 16,625 g U retidos pela resina, com um rendimento de 85,69% na sorpção. Isto corresponde a uma sorpção de 118,8 mg de U/ml de resina úmida, não se atingindo, portanto, a total saturação da resina. Contudo, é possível carregar mais a resina usando-se maiores quantidades de urânio na carga, mas com a possibilidade de efluentes contendo também mais urânio. Porém, a vantagem de se trabalhar nestas condições, com uma coluna de leito móvel, é evitar a reciclagem da solução, em concentrações sempre crescentes, o que pode ser feito no sistema de colunas em série, pelo processo convencional.

### 11.3.3 – Operação Lavagem

Após a sorpção do urânio, lavou-se a coluna com 150 ml de água desionizada, seguida de uma lavagem com 75 ml de  $HNO_3$  0,2M. As águas de lavagem, contendo muito pouco urânio, foram adicionadas aos efluentes, para a recuperação de urânio.

### 11.3.4 – Operação Eluição

Fez-se a eluição do urânio com 500 ml de solução de  $(NH_4)_2CO_3$  2M. Durante a eluição observou-se o desprendimento de grande volume de gás carbônico (a resina parcialmente na forma  $R-SO_3H$ ). A Figura 4 mostra a curva representativa, feita a  $60^\circ C$ . Terminada a eluição, a coluna é lavada com 50 ml de água, reunidos ao eluído, seguido de uma segunda lavagem, com 250 ml de água, desprezados ( $U \leq 20$  mg/l).

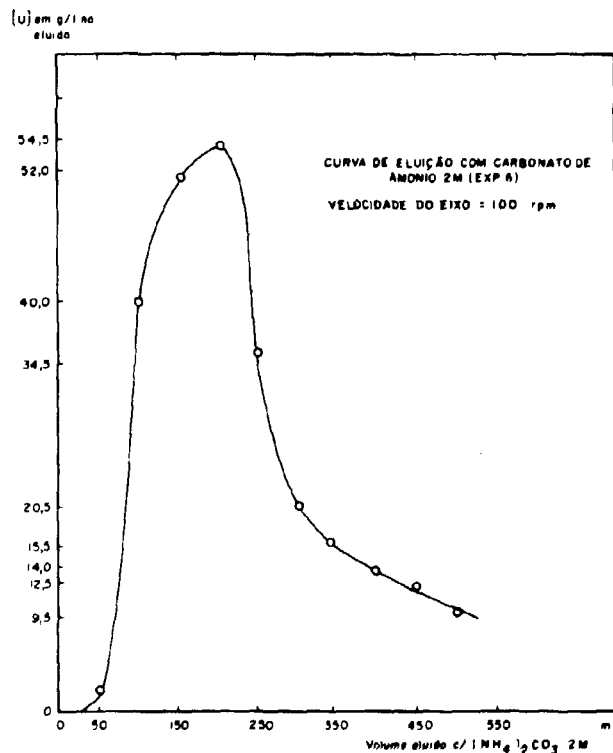


Figura 4 – Coluna de Leito Móvel – (Nº 1).

#### 11.4 – Cristalização do Tricarbonato de Amônio e Uranilo (TCAU)

Durante a eluição, o carbonato de amônio e urânio já inicia a cristalizar-se nas primeiras frações, decantando muito bem. Após os primeiros 200 ml eluídos, a solução não mais precipita. Terminada a eluição, fez-se a cristalização do TCAU por duas técnicas. A primeira, por simples resfriamento da solução contendo 30 a 60 gU/l (eluída com carbonato de amônio 2M). Faz-se o resfriamento lentamente até atingir 5°C, com agitações esporádicas. Obteve-se uma recuperação de 95% do urânio na forma de TCAU.

Uma segunda opção para a cristalização do TCAU é a adição de etanol à solução de carbonato de amônio e urânio. Em alguns experimentos fez-se a cristalização por adição de etanol, nas proporções de 1:0,25, 1:0,5, 1:1 e 1:2 (volumes de solução Carbonato de Uranilo/volume álcool). Como a reação é exotérmica, espera-se o abaixamento da temperatura até à do ambiente. Obteve-se um rendimento de aproximadamente 95% de recuperação do urânio na forma de cristais de TCAU para as primeiras relações; na última, o rendimento foi quase 100%.

#### 11.5 – Pureza do Tricarbonato de Amônio e Uranilo

Partiu-se do concentrado brasileiro de urânio, um DUS proveniente do processamento industrial de monazita obtido pela Usina Santo Amaro (NUCLEMOM, operada pela Nuclebras) em São Paulo. Este sal bruto apresenta como composição média os valores indicados na Tabela I, observando-se que as impurezas maiores são sódio, tório, terras raras, ferro, silício e fósforo.

**Tabela I**  
Composição Química do Diuranato de Sódio  
Brasileiro, fabricado pela U.S.A.M.  
(valores médios)

Elemento	%	Elemento	%
Urânio(U)-como U <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	79,5	Th(como ThO <sub>2</sub> )	3,0 *
B	0,0002	Terras Raras	0,2
Cu	0,001	Sm + Eu + Gd + Dy	0,02 max
V	0,004	Fe	0,1
Mo	0,0005	Cd	0,007
As	0,01	Pb	0,015
P (como PO <sub>4</sub> )	0,3	Ti	0,015
S (como SO <sub>4</sub> )	1,5	Si (como SiO <sub>2</sub> )	1,4
F	0,02	Na (como Na <sub>2</sub> S)	9,2
Halogênios	0,015		

(\*) Variável de 0,3 a 8%.

O produto final, obtido pela cristalização das soluções de urânio em meio carbonato de amônio, apresenta como principais impurezas os elementos indicados na Tabela II.

Note-se que a pureza está dentro dos padrões internacionais para o urânio. Com especial destaque, o tório apresenta uma elevada descontaminação.

Tabela II

Análise de Elementos Traços no Tricarbonato de Amônio e Uranilo (TCAU).

Elemento	ppm/U	Elemento	ppm/U
Fe	25	Ni	2
Si	7	Bi	4
Mn	2,5	Mo	0,4
B	< 0,2	V	3
Mg	2	Cu	1,5
Pb	2	Cd	0,15
Cr	3	Zn	< 25
Sn	5,5	Ag	0,4
Al	12	Th	1,8

### PARTE III – CONCLUSÃO

Demonstrou-se que, com o modelo de coluna aqui descrito, foi possível operar, sem dificuldades, em sistemas nos quais a interação das soluções com a resina iônica geravam gases. Aplicou-se este modelo especialmente na eluição de uma resina catiônica forte, parcialmente carregada com íons  $UO_2^{++}$  e  $H^+$ , com carbonato, com grande evolução de gás carbônico, sem quaisquer problemas, ao contrário das colunas convencionais de leito estático. A coluna comportou-se bem, tanto na operação de carga (sorção), como na eluição do urânio com solução de carbonato de amônio. Em casos de formação excessiva de  $CO_2$  controla-se o sistema aumentando-se a rotação do eixo helicoidal.

A diferença em capacidade dos dois modelos contruídos (140 ml e 2600 ml de resina), mostrou que a coluna pode ser usada em qualquer tamanho, dependendo do dimensionamento adequado da potência do motor para cada caso. O funcionamento correto, porém, está na dependência da observância dos pormenores, principalmente referente aos volumes da resina transportada pelo eixo helicoidal e o volume da coroa formada pelo espaço entre o diâmetro  $d$  do helicoidal e o diâmetro interno  $D$  da coluna, os dois volumes devendo ser iguais. Não havendo espaço suficiente para que a resina transportada pelo eixo helicoidal retorne ao fundo, o movimento harmônico será interrompido e haverá bloqueio no desprendimento de gás carbônico e a coluna não funcionará. O tubo lateral A (Figura 1) também não deve ser negligenciado. Sua função é isobárica, isto é, igualar a pressão entre a saída do gás, no funil de descarga, e a pressão atmosférica. Sem ele, a pressão do  $CO_2$  formada à saída do eluente impediria a descarga deste, bloqueando a operação. Observe-se, porém, que o tubo A precisa retornar à parte superior interna da coluna, porque deve reciclar pequenas quantidades de efluente ou eluente que são arrastadas pela pressão do gás.

A movimentação da resina no interior da coluna é facilitada pela inclinação das espiras helicoidais que, neste caso, é em torno de  $12^\circ$ . Isso facilita o torque inicial, mesmo com a resina úmida. A partida é suave, alcançando a rotação normal (60-100 rpm), logo em seguida.

Como vantagens para a coluna de leito móvel citam-se: a) possibilidade de operar em sistemas químicos onde há desenvolvimento de gases; b) oferece maior área de sorção para os grãos de resina, em vista da movimentação do leito; c) elimina a possibilidade de formar canais no interior do leito de resina; d) pode ser operada à temperatura ambiente ou com aquecimento; e) elimina o volume inerte, ( $V_m$ ), que é inaproveitado na coluna de leito fixo; o volume inerte aumenta proporcionalmente com a raiz quadrada da secção transversal A da coluna e tem por valor <sup>(7)</sup>:

$$V_m = K \sqrt{A}$$

sendo, K um coeficiente de proporcionalidade. Esta equação indica que as colunas de resina devem ser de menor diâmetro e o mais altas possíveis. A coluna de leito móvel corrige esta desvantagem das colunas de leito fixo.

Como desvantagens, mencionam-se: a) este tipo de coluna não se presta para operações de cromatografia, mesmo com o eixo helicoidal parado, porque as espiras interrompem a continuidade do leito de resina; b) a existência de um dispositivo mecânico, móvel, no interior da coluna, o qual requer manutenção. Entretanto, o acionamento elétrico do dispositivo é externo, e qualquer problema de manutenção pode ser resolvido sem intervir no interior da coluna. O mecanismo interno (eixo helicoidal) é formado por um sistema rígido, sendo remota a necessidade de manutenção.

O uso de carbonato de amônio como eluente para o íon urânio fixado na resina tem vantagens sobre o processo convencional de eluição do urânio com outros eluentes, como sulfato de amônio, p. ex.<sup>(1)</sup>. A eluição com carbonato de amônio é eficiente e já permite a obtenção do tricarbonato de amônio e urânio na forma cristalizada, por simples abaixamento de temperatura, ou por adição de álcool ao eluído. Separado o TCAU por filtração, a água mãe tem uma composição próxima de  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  0,4M e 2 a 5 g de U por litro. Este filtrado é reaproveitado pela adição de carbonato de amônio para atingir a concentração inicial (2M) e usado novamente na eluição. A pureza do produto obtido permite enquadrá-lo como de grau nuclear.

A comparação entre experimentos de eluição do urânio com carbonato de amônio, à temperatura ambiente ou a 60°C permite concluir que quase não há vantagens na operação a quente.

## ABSTRACT

The first part of this paper reports a new moving bed column specially designed to operate with ion exchange resins in such peculiar situations where there is gas evolution — where the use of conventional static columns is unsuccessful in laboratory or industrial projects

The second part reports the use of the column in the preparation of nuclear grade ammonium uranyl tricarbonate (AUTC), from crude uranyl nitrate solution. Uranium-VI is binded into a strong cationic ion exchanger and then eluted with  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ . The final product is crystallized from the eluate by simply cooling down the temperature to 5°C or by addition of ethanol.

Loading of resins with uranyl ion, its elution with ammonium carbonate and the crystallization of AUTC is described.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ABRÃO, A. & FRANÇA JR., J.M. *Preparation of clear uranyl nitrate solution by fractional dissolution of sodium diuranate*. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, nov. 1971. (IEA-250).
2. \_\_\_\_\_ & FRANÇA JR., J.M. *Usina piloto de purificação de urânio por troca iônica em funcionamento no Instituto de Energia Atômica*. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, ago. 1970. (IEA-219).
3. GRINSTEAD, R. R. et alii. *Recovery of uranium from sulfuric acid and carbonate leach liquors by anion exchange*. In: UNITED NATIONS, New York. *Proceedings of the international conference on the peaceful uses of atomic energy, held in Geneva, 8 August-20 August 1955, v.8: Production technology of the materials used for nuclear energy*. New York, 1956. p.49-53.

4. HIGGINS, I. R. & ROBERTS, J. T. A countercurrent solid-liquid contactor for continuous ion exchange. *Chem. Engng Prog. Symp. Ser.*, New York, 50(14):87-92, 1954.
5. PREUSS, A. & KUNIN, R. A general survey of types and characteristics of ion exchange resins used in uranium recovery. In: UNITED NATIONS, New York. *Proceedings of the international conference on the peaceful uses of atomic energy, held in Geneva, 8 August-20 August, 1955, v.8: Production technology of the materials used for nuclear energy.* New York, 1956. p.45-8.
6. SHANKAR, J. et alii. An ion exchange process for the recovery of uranium from carbonate leach solutions. In: UNITED NATIONS, New York. *Proceedings of the international conference on the peaceful uses of atomic energy, held in Geneva, 8 August-20 August 1955, v.8: Production technology of the materials used for nuclear energy.* New York, 1956.
7. VIAN, A. & OCON, J. *Elementos de engenharia química.* Madrid, Aguilar, 1957.

