

REPUBLICA ARGENTINA
COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

=

INFORME N.º 136

Determinación del Aluminio en Soluciones de
Reprocesamiento de los Elementos Combustibles
de un Reactor Tipo RA-1

por

Jaime Casabé

=

BUENOS AIRES

1965

DETERMINACION DEL ALUMINIO EN SOLUCIONES DE
REPROCESAMIENTO DE LOS ELEMENTOS
COMBUSTIBLES DE UN REACTOR TIPO RA-1

Jaime Casabé

RESUMEN

En el presente trabajo se exponen los ensayos que llevaron a establecer un método para la determinación de aluminio en soluciones provenientes de la disolución de elementos combustibles de un reactor tipo RA-1.

El método debía adaptarse al trabajo a distancia, lo que impuso la condición de que sólo utilizara operaciones sencillas.

En el método que se propone, el aluminio se separa del uranio (VI) y del hierro (III) por medio de una resina intercambiadora aniónica y se lo valora por titulación con EDTA, retorno con solución de zinc y determinación potenciométrica del punto final.

INTRODUCCION

El método que se estudia se refiere a la determinación del aluminio en las soluciones que resultan del ataque para reprocesamiento de los elementos combustibles de un reactor tipo RA-1.

Estas soluciones están constituidas principalmente por uranio y aluminio, conteniendo además otros elementos en el orden de trazas, tales como hierro (su contenido podría estar aumentado como resultado de corrosión y contaminación, y en lo que sigue se considerará que se encuentra como máximo en el orden del 5% respecto del uranio), manganeso, molibdeno, cromo, níquel, magnesio y los productos de fisión formados en el transcurso del funcionamiento del reactor.

Dada la actividad de las muestras, y por lo tanto, la necesidad de efectuar las operaciones de manipulación y análisis a distancia, fueron desechados los procedimientos cuya aplicación resultara dificultosa o inconveniente de realizar bajo

esas condiciones; tales aquellos procedimientos que involucren precipitaciones (separación del aluminio con carbonato de amonio (1), precipitación como oxinato (2)(3), etc.), filtraciones, calcinaciones y pesadas. Por ello nuestra atención se dirigió principalmente hacia la utilización de resinas de intercambio iónico para la separación del aluminio de uranio y hierro, mientras que en lo que hace a la determinación del aluminio se trató de obtener un método volumétrico que permitiera una identificación instrumental del punto final.

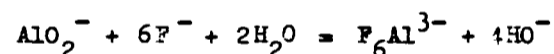
Como antecedente para la separación, en el U.K.A:E.A. (4), se utiliza la resina aniónica "Deacidite FF" trabajando en medio de ácido clorhídrico aproximadamente 8M. Horton, A.D. y col (5) realizan la separación de trazas de aluminio de uranio, hierro y otros elementos utilizando la resina aniónica "Dowex 1-X-8" en medio de ácido clorhídrico 9M.

En nuestro caso, se dispuso para la separación de resina "Dowex 1-X-8", aniónica fuerte. Su grupo reactivo es $-R_4N^+$, capaz de salificarse por un anión. Tanto el uranio (VI) como el hierro (III) forman complejos aniónicos en medio de ácido clorhídrico.

Nuestro estudio se dirigió a obtener las condiciones más favorables de fijación de uranio y hierro (volumen de fijación, concentración ácida, etc.) y de recuperación cuantitativa del aluminio.

Como métodos volumétricos para la determinación del aluminio, existen dos posibilidades, una basada en un proceso acidimétrico y otra, más importante, basada en la quelatometría.

El primero de ellos, propuesto por Hays, S.H. (6) consiste en la determinación acidimétrica del aluminio utilizando fluoruro de potasio a $pH = 10$, empleando la reacción:



y titulando la base liberada con solución valorada de ácido hasta $pH = 10$.

Con respecto a la quelatometría, el uso de EDTA (sal disódica del ácido etilendiamino tetraacético) ha sido propuesto por varios autores. Con este reactivo el aluminio forma un complejo estable, particularmente en solución "bufferizada" a $pH = 5$ con acetato de amonio. Debido a que el equilibrio de la reacción es lento, se procede complejando el aluminio con un exceso de reactivo, determinando luego este exceso.

Pribil, R. y col. (7, 8), realizan la determinación del exceso de reactivo potenciométricamente a pH = 5, utilizando solución de hierro (III).

Wänninen, E. y col. (10), determinan el exceso de reactivo con solución de zinc, utilizando un medio hidroalcohólico y ditionona como indicador. Un procedimiento similar se utiliza en el U.K.A.E.A. (4) para el análisis de aleaciones uranio-aluminio. Flaschka, H.A. (11), utiliza igualmente solución de zinc para determinar el exceso de reactivo, pero la determinación del punto final es realizada utilizando una solución ferri-ferrrocianuro-bencidina.

En los métodos esquematizados anteriormente, salvo el de Pribil (7, 8), se realiza la determinación del punto final por medio de un indicador visual. Por lo expresado en un comienzo, esta forma no es considerada conveniente para su aplicación al trabajo a distancia, por lo que se optó por la adaptación del sistema que utiliza Flaschka (11), de forma de obtener instrumentalmente el punto final. Nuestros ensayos con el método de Pribil han sido totalmente negativos, no obteniendo salto potenciométrico alguno, pero sí precipitación de hidróxido férrico. Cabe aclarar que el trabajo original no pudo ser obtenido, y que se trabajó sobre el esquema descripto por Welcher (9).

PARTE EXPERIMENTAL

Estudio de la Separación del Aluminio de Uranio y Hierro.

La fijación de uranio y hierro se ensayó sobre diferentes cantidades de resina ("Dowex 1-X-8") y a diferentes concentraciones clorhídricas. Se procedió pasando por la resina un volumen determinado de solución clorhídrica de la molaridad deseada, conteniendo cantidades conocidas del elemento cuya fijación se estudiaba. A continuación la resina fué lavada con porciones de ácido clorhídrico de la misma molaridad hasta completar 100 ml de lavado.

Tanto la fracción sobrante de la fijación como cada lavado fueron recogidos separadamente, determinándose en ellos la presencia de uranio y/o hierro por métodos colorimétricos (dibenzoilmetano en el caso del uranio (12) y 2-2' dipiridilo en el del hierro (13)).

Los resultados obtenidos para los ensayos de fijación se presentan en la Tabla I. Los datos de análisis por uranio y hierro para el exp. 7 sobre las diferentes fracciones se encuentran en la Tabla II.

T A B L A I

Fijación de Uranio y Hierro sobre Resina "Dowex 1-X-8"

Exp	Resina (g)	Concentrac. ác. Clorhid.	Vol.Sol. de Fijación (ml)	Uranio (mg)	Hierro (mg)	Observaciones
1	5	8M	5	700	—	No se fijan. La resina tiende a flotar.
2	5	8M	10	460	—	No se fijan totalmente.
3	5	10M	10	460	—	Se fijan.
4	5	10M	10	920	—	No se fijan totalmente.
5	10	10M	20	920	—	Se fijan.
6	10	10M	20	—	56	Se fijan.
7	10	10M	20	920	56	Se fijan.

T A B L A I I

Análisis por Uranio y Hierro en las Distintas Fracciones Recogidas (de Fijación y Lavado) (Exp. 7)

Fracción	Ac. Clorhídrico 10M (ml)	Uranio (µg)	Hierro (µg)
Fijación	20	2,0	7,5
1er. Lavado	10	5,5	8,8
2do. Lavado	10	2,6	3,5
3er. Lavado	10	2,0	2,3
4to. Lavado	10	1,7	3,5
5to. Lavado	20	1,7	2,3
6to. Lavado	20	1,7	4,3
7to. Lavado	20	2,0	3,5
	120	19,2	35,7

De los resultados obtenidos se concluye que, utilizando una columna que contiene 10 g de resina y trabajando con solución de ácido clorhídrico 10M, pueden ser fijados hasta 920 mg de uranio y por lo menos 56 mg de hierro.

El siguiente paso, que decidió la adopción de estas condiciones de trabajo, fué la comprobación de que el aluminio se recupera cuantitativamente. A este efecto, se procedió como anteriormente, pasando por la columna 20 ml de solución de ácido clorhídrico 10 M con una cantidad conocida de aluminio, efectuándose luego lavados con porciones de ácido clorhídrico 10 M hasta totalizar 100 ml de lavado. Sobre cada fracción separadamente se determinó aluminio. Los resultados, que se presentan en la Tabla III, indican que bastan 30 ml de lavado con ácido clorhídrico 10 M para recuperar el aluminio cuantitativamente.

T A B L A I I I

Recuperación del Aluminio Luego de Pasaje por Columna de 10 g de resina "Dowex 1-X-8"

Fracción	Ac. Clorhídrico 10 M	% de Aluminio Recuperado
Fijación	20 ml	54,7
1er. Lavado	10 ml	33,6
2do. Lavado	10 ml	11,7
3er. Lavado	10 ml	menor de 0,1
		100,0

Estudio de la Determinación del Aluminio.

En el mencionado método de Flaschka (11), el aluminio en solución ácida es adicionado de un exceso de solución valorada de EDTA; la solución resultante es neutralizada (fenolftaleína) con solución de hidróxido de sodio y adicionada de "buffer" pH = 5,0. Para acelerar y completar la reacción, la solución es calentada a ebullición durante 2 minutos. Luego de enfriar y diluir aproximadamente a 200 ml, el exceso de reactivo es titulado con solución valorada de zinc en presencia del sistema ferri-ferrocianuro-bencidina.

El potencial redox (E) del sistema ferricianuro-ferrocianuro está dado por la ecuación de Nernst en la forma:

$$E = E_0 + 0,0591 \log \frac{(\text{ferricianuro})}{(\text{ferrocianuro})} \quad (\text{a } 25^{\circ}\text{C})$$

donde E_0 es el potencial formal del sistema.

Sobre un amplio rango de pH el potencial es independiente de la acidez de la solución y a pH = 5 la bencidina no es oxidada por el ferricianuro en presencia de una pequeña concentración de ferrocianuro. Al agregar la solución de zinc, el ferrocianuro precipitará como ferrocianuro de zinc muy poco soluble y el potencial de la solución aumentará, en razón de la disminución de la concentración de los iones ferrocianuro. Como consecuencia la bencidina es oxidada a su forma coloreada azul.

Aprovechando este principio, se decidió ensayar la determinación utilizando como indicador el sistema ferricianuro-ferrocianuro, midiendo la variación del potencial de la solución por agregados de solución de zinc.

Se comenzó por realizar titulaciones de EDTA con solución de zinc en presencia de ferri-ferrocianuro. Se comprobó que se obtiene un muy buen salto potenciométrico (del orden de 480 mV) que permite su aplicación para la determinación del punto final (figura 1).

A continuación se ensayó el complejamiento del aluminio con EDTA y la posterior titulación del exceso de reactivo. Para el complejamiento se procedió en la forma indicada al comienzo. Los resultados obtenidos fueron satisfactorios, obteniéndose un buen salto potenciométrico, similar al obtenido en la titulación de solución de EDTA (figura 2).

Al efectuar la determinación del aluminio en las mismas condiciones en que este se encuentra luego de haber efectuado la separación por resina intercambiadora, se comprobó que la presencia de cloruro de sodio interfiere con la titulación del EDTA. A partir de una cierta concentración, esta sal provoca disminución, distorsión y aparición de doble salto en la curva potenciométrica. Las curvas experimentales obtenidas titulando soluciones de EDTA que contienen concentraciones variables de cloruro de sodio, con solución de zinc, se representan en la figura 3 (A a D).

Para explicar esta interferencia, se efectuaron los siguientes ensayos cualitativos:

ENSAYO	OBSERVACIONES
a) 20ml H ₂ O + 0,1 ml ferri-ferrocianuro + 0,2 ml sol. Zn 0,1 M	pp ferrocianuro de zinc.
b) 20ml H ₂ O + 2g ClNa + 0,1ml ferri-ferrocianuro + 0,2ml sol. Zn 0,1 M	no pp.
c) 5 ml H ₂ O + 5 ml metanol + 0,1 ml ferri-ferrocianuro + 0,2 ml sol. Zn 0,1 M	pp ferrocianuro de zinc.
d) 5ml sol. sat. ClNa + 5ml metanol. Solución decantada + 0,1 ml ferri-ferrocianuro + 0,2ml sol. Zn 0,1 M	pp ferrocianuro de zinc.

Estos ensayos indicarían que la interferencia es debida a que el cloruro de sodio impide la precipitación del ferrocianuro de zinc, y que por lo tanto, al no variar la concentración de iones ferrocianuro, no se producirá variación del potencial de la solución.

En vista de esta interferencia, se ensayó efectuar la separación en otro medio, de forma de no tener una concentración alta de cloruro de sodio en el momento de la titulación.

Dado que el uranio puede ser fijado sobre resina aniónica en medio sulfúrico a acidez baja, se ensayó este procedimiento con respecto al uranio y al hierro, y la posible interferencia del sulfato en la titulación del EDTA.

Respecto de la fijación, se utilizó la misma resina que anteriormente ("Dowex 1-X-8"). El elemento en estudio contenido en 20 ml de solución de ácido sulfúrico 0,1M se pasó por la resina, efectuándose lavados con porciones de ácido sulfúrico 0,1M hasta totalizar 100 ml de lavado, sobre cada fracción se investigó la presencia de uranio y hierro como anteriormente.

Los resultados fueron satisfactorios para el caso de la fijación del uranio, pero no así para el hierro, el cual se fija sólo debilmente en ese medio.

Por otra parte, la interferencia del sulfato de sodio en la titulación de EDTA resulta aún más intensa que la del cloruro de sodio. Las curvas experimentales correspondientes a la titulación de soluciones de EDTA que contienen cantidades variables de sulfato de sodio, con solución de zinc, se representan en la figura 4 (A a E).

Se estudiaron igualmente las interferencias de cloruro de potasio, cloruro de amonio y sulfato de amonio. Estas resultan ser del mismo orden que las mencionadas para cloruro de sodio y sulfato de sodio respectivamente.

Korkisch y col. (14) realizan la fijación del uranio sobre resina "Dowex 1-X-8" utilizando un medio clorhídrico-alcohólico. En base a este trabajo y utilizando una columna con 10 g de resina, se ensayó la fijación del uranio y del hierro de soluciones de ácido clorhídrico 4M-alcohol etílico 96° (1+4) y de soluciones de ácido clorhídrico 8M-alcohol etílico 96° (1+4). En ambos casos la fijación del uranio es eficiente; pero deficiente la del hierro (reacción positiva fuerte luego de 30 y 40 ml de lavado con la solución correspondiente, en cada caso).

Siendo entonces necesario el empleo de un medio de ácido clorhídrico 10M para realizar convenientemente la separación, resultan como posibles soluciones para eliminar la interferencia debida al cloruro de sodio en la titulación:

- a) concentrar la solución clorhídrica de aluminio que se obtiene luego de separar el uranio y el hierro, de forma que en el momento de la titulación la concentración en cloruro de sodio sea menor de 0,9 M; o
- b) insolubilizar el cloruro de sodio que se forma al condicionar el medio, por el agregado de solventes miscibles con agua.

Dado que la solución a), si bien es inmediata, no resulta completamente práctica para trabajos en recintos blindados tales como deberán ser utilizados para el análisis de muestras activas, se ensayó la insolubilización del cloruro de sodio por agregados de metanol, etanol y acetona.

En esos tres medios se ensayó la titulación del EDTA con solución de zinc, comprobándose que, en general, la adición de cualquiera de estos solventes produce una exaltación del salto potenciométrico (menor solubilidad del ferrocianuro de zinc).

Sin embargo, la interferencia del cloruro de sodio no se salva por la adición de estos solventes, ya que no se logra una insolubilización suficiente de la sal.

Por otra parte, titulando el exceso de EDTA luego de complejar el aluminio en los medios mencionados, no se obtuvieron puntos finales definidos. La lectura del potencial de la solución llega a un máximo en el que no se estabiliza, para disminuir inmediatamente, lo que indicaría un probable desplazamiento del aluminio por el zinc en el complejo EDTA-aluminio.

Concluyendo, la sola solución efectiva es entonces efectuar una concentración de la solución clorhídrica del aluminio tal como se propone en a).

Con respecto a la proporcionalidad entre el contenido de aluminio y el consumo de solución de EDTA con el método estudiado, esta fué comprobada para diferentes cantidades de aluminio, estimándose los errores correspondientes. En la Tabla IV se indican los errores de determinación para determinados ámbitos de concentración.

T A B L A I V
Errores de Determinación Correspondientes a Diferentes
Cantidades de Aluminio

Aluminio		Error %
(meq)	(mg)	
0,2	5,4	5
0,5	13,5	2
1,0	27,0	1
2,0	54,0	0,5

CONCLUSIONES

De los ensayos realizados se desprende que el aluminio puede ser separado de uranio y hierro utilizando una columna de resina aniónica del tipo "Dowex 1-X-8".

Trabajando con solución de ácido clorhídrico 10M se ha comprobado la fijación de hasta 1g de uranio y por lo menos de 56 mg de hierro, sobre columna de 10 g de resina.

Bajo esas condiciones, el aluminio no es retenido y bastan 30 ml de lavado con ácido clorhídrico 10M para recuperarlo cuantitativamente.

Respecto de la determinación del aluminio, se eligió el procedimiento de titulación potenciométrica ya que, tanto como la separación anterior, no ofrece dificultades para su adaptación al trabajo a distancia.

Se utilizó EDTA como complejante del aluminio, titulando potenciométricamente el exceso de reactivo con solución de zinc, en presencia del sistema ferri-ferrocianuro.

Se comprobó la interferencia del cloruro de sodio en esta determinación y fueron ensayadas distintas maneras de solucionarla: insolubilización del cloruro de sodio por el agregado de solventes miscibles con el agua, fijación de uranio y hierro en medio sulfúrico, y en medio clorhídrico-alcohólicos; sin resultados satisfactorios.

Por lo tanto, se mantuvo la separación en medio de ácido clorhídrico 10M, efectuándose una concentración de la solución ácida de aluminio previa a la etapa de complejamiento, de modo que, en el momento de la titulación, la solución tenga una concentración en cloruro de sodio inferior a 0,9 M.

Bajo estas condiciones, se comprueba la proporcionalidad entre el contenido de aluminio y el gasto de reactivo, siendo la exactitud del método propuesto de aproximadamente 5% para cantidades del orden de 5 mg de aluminio y de aproximadamente 0,5% para cantidades del orden de 50 mg.

METODO PROPUESTO

El presente método permite la determinación de aluminio de soluciones que contienen uranio y hierro, pudiéndose determinar entre 0,2 y 2,0 miliequivalentes (aproximadamente 5-50mg) de aluminio en presencia de hasta 1 g de uranio y 56 mg de hierro.

El método se basa en la separación del uranio y hierro por fijación en medio de ácido clorhídrico 10M sobre resina aniónica, complejamiento del aluminio con EDTA y titulación del exceso de reactivo con solución valorada de zinc, en presencia de ferri-ferrocianuro con determinación potenciométrica del punto final.

Reactivos.

1. Resina "Dowex 1-X-8" malla 50-100
2. Solución de ácido clorhídrico ca. 10 M: diluir 834 ml de ácido clorhídrico ($d = 1,19$) a 1 litro con agua destilada.
3. Acido nítrico ($d = 1,4$) p.a.
4. Solución 0,1 M de zinc: colocar aproximadamente 10 g de zinc p.a. en granallas en un vaso de precipitación de 100 ml y agregar 20 ml de ácido clorhídrico 1 + 4 para disolver la capa de óxido. Decantar y lavar con agua destilada por decantación. Lavar varias veces con etanol y finalmente con acetona. Secar. Pesar aproximadamente 6,5 g con precisión de ± 5 mg y disolver en 25 ml de ácido clorhídrico ($d = 1,19$). Enfriar y diluir a 1 litro con agua destilada en matraz volumétrico. Calcular la molaridad exacta: $M_{Zn} = \frac{\text{pesada}}{6,538} \cdot 0,1$
5. Solución 0,1 M de EDTA: pesar 37,29 g de EDTA p.a. y disolver en 500-800 ml de agua destilada. Diluir a 1 litro en matraz volumétrico. Valorar contra solución 0,1 M de zinc (v.i.).
6. Solución de hidróxido de sodio 50% p/v.
7. Solución 0,1% de fenolftaleína en etanol.
8. "Buffer" acético-acetato (pH = 5,0): diluir 70 ml de ácido acético glacial p.a. a 800 ml con agua destilada. Disolver de a porciones acetato de amonio p.a. hasta pH = 5,0 (electrodo de vidrio). Diluir a 1 litro con agua destilada.
9. Solución de ferricianuro de potasio 10% p/v en agua destilada: esta solución se preparará en el día de su utilización.
10. Solución de ferrocianuro de potasio 1% p/v en agua destilada.
11. Solución indicador ferri-ferrocianuro: a 5 ml de la solución de ferricianuro, agregar 1 ml de solución de ferrocianuro y diluir a 20 ml con agua destilada. Esta solución se preparará en el momento de su utilización.

Aparatos.

Columna de vidrio con nivel automático (ver figura 5). Potenciométrico provisto de electrodo de platino y de calomel saturado. Placa calefactora. Agitador magnético.

Procedimiento.

Tomar una alícuota que contenga entre 5 y 50 mg de aluminio y no más de 1 g de uranio y colocar en un vaso de 100 ml. Evaporar sobre placa calefactora hasta consistencia siruposa (nota 1).

Tomar con 5 ml de ácido clorhídrico ($\delta = 1,19$) y evaporar hasta consistencia siruposa. Repetir el tratamiento 2-3 veces.

Tomar el residuo con 20 ml de ácido clorhídrico 10M, disolver, calentando suavemente si es necesario. Enfriar y pasar por la columna de resina, recogiendo la solución en un vaso de precipitación de 400 ml.

Lavar el vaso en el que se preparó la muestra con 10 ml de ácido clorhídrico 10M y pasar por la resina. Repetir este lavado tres veces más, uniendo las soluciones.

Evaporar la solución recogida hasta obtener un volumen menor de 20 ml pero sin llegar a seco. Enfriar.

Agregar 25,0 ml de solución 0,1M de EDTA, 1 gota de solución 0,1% de fenolftaleína y neutralizar gota a gota con la solución 50% de hidróxido de sodio, agregar 15 ml de la solución "buffer" pH = 5,0, cubrir con vidrio de reloj y llevar a ebullición durante 2 minutos. Enfriar.

Diluir aproximadamente a 200 ml con agua destilada y agregar 1 ml de la solución indicador ferri-ferrocianuro. Colocar sobre agitador magnético, introducir los electrodos, efectuar las conexiones necesarias y titular por agregados de solución 0,1M de zinc, registrando luego de cada agregado la lectura correspondiente del potencial de la solución.

Con los resultados obtenidos, trazar la curva, potencial en función de los mililitros de solución 0,1M de zinc agregados. Determinar su punto de inflexión y de allí los mililitros de solución de zinc gastados en la titulación del exceso de solución de EDTA.

Cálculos.

$$\text{Aluminio g\% ml} = \frac{[(\text{ml EDTA} \times M_{\text{EDTA}}) - (\text{ml Zn} \times M_{\text{Zn}})] \times 2,697}{\text{alícuota (ml)}}$$

donde:

ml EDTA = mililitros de solución de EDTA agregados.

M_{EDTA} = Molaridad de la solución de EDTA.

ml Zn = mililitros de solución de Zn.

M_{Zn} = Molaridad de la solución de Zn.

Valoración de la Solución 0,1 M de EDTA.

Medir 25,0 ml de la solución de EDTA, colocarlos en un vaso de 400 ml, agregar una gota de solución 0,1% de fenolftaleína y neutralizar con solución de hidróxido de sodio 50%. Agregar 15 ml de solución "buffer" pH = 5,0 y llevar a ebullición durante 2 minutos. Enfriar.

Diluir aproximadamente a 200 ml, agregar 1 ml de la solución ferri-ferrocianuro y titular con solución 0,1 M de zinc en la forma indicada para aluminio.

$$M_{EDTA} = \frac{\text{ml Zn} \times M_{Zn}}{25,0 \text{ ml}}$$

Preparación de la Columna de Resina.

Pesar 10 g de resina seca "Dowex 1-X-8" malla 50-100 y colocar en un vaso de precipitación de 100 ml. Agregar 50-60 ml de agua destilada y suspender en ella la resina. Decantar, repetir el tratamiento 2-3 veces.

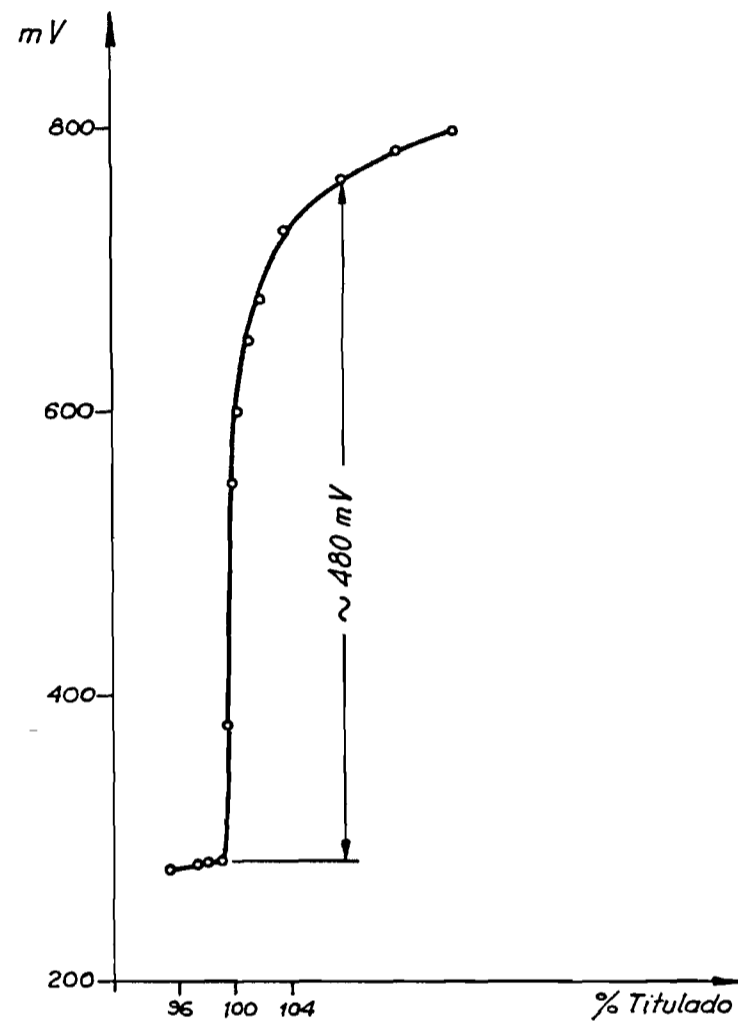
Colocar en el fondo de la columna de vidrio un tapón de lana de vidrio, llenar la columna con agua destilada y agregar la resina suspendida de a porciones, dejando decantar. Terminado el agregado de resina y la decantación, dejar pasar el agua hasta que el nivel quede a unos 5 mm por encima de la columna de resina. Agregar 50 ml de ácido clorhídrico 10M y escurrir como anteriormente. La resina está ahora convenientemente preparada para su utilización.

Renovación de la Resina.

La columna de resina puede ser utilizada nuevamente, regenerándola en la forma que sigue: pasar por la columna tres fracciones de 50 ml cada una de ácido clorhídrico 1%, dejando que estas escurran hasta uno 5 mm por encima de la resina. Tratar luego con 50 ml de ácido clorhídrico 10 M.

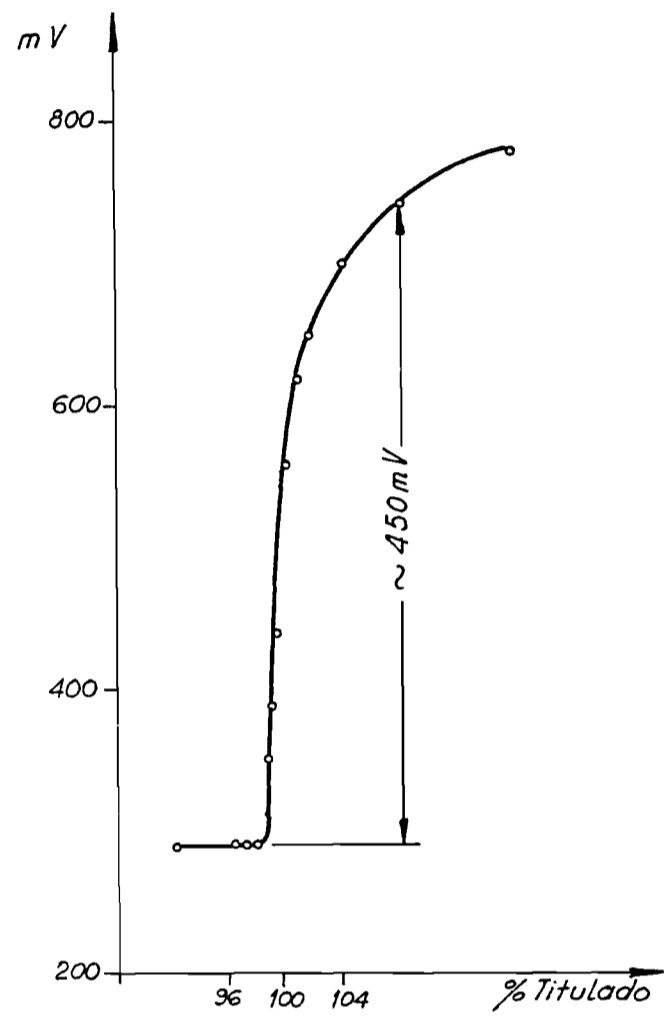
Notas.

1) Si es necesario, oxidar en este paso el uranio y el hierro a sus valencias VI y III respectivamente, agregando unos mililitros de ácido nítrico ($\delta = 1,4$) p.a. Llevar a consistencia siruposa. Agregar 5 ml de ácido clorhídrico ($\delta = 1,19$) y evaporar nuevamente. Repetir el tratamiento 2-3 veces para asegurar la completa eliminación del ácido nítrico.



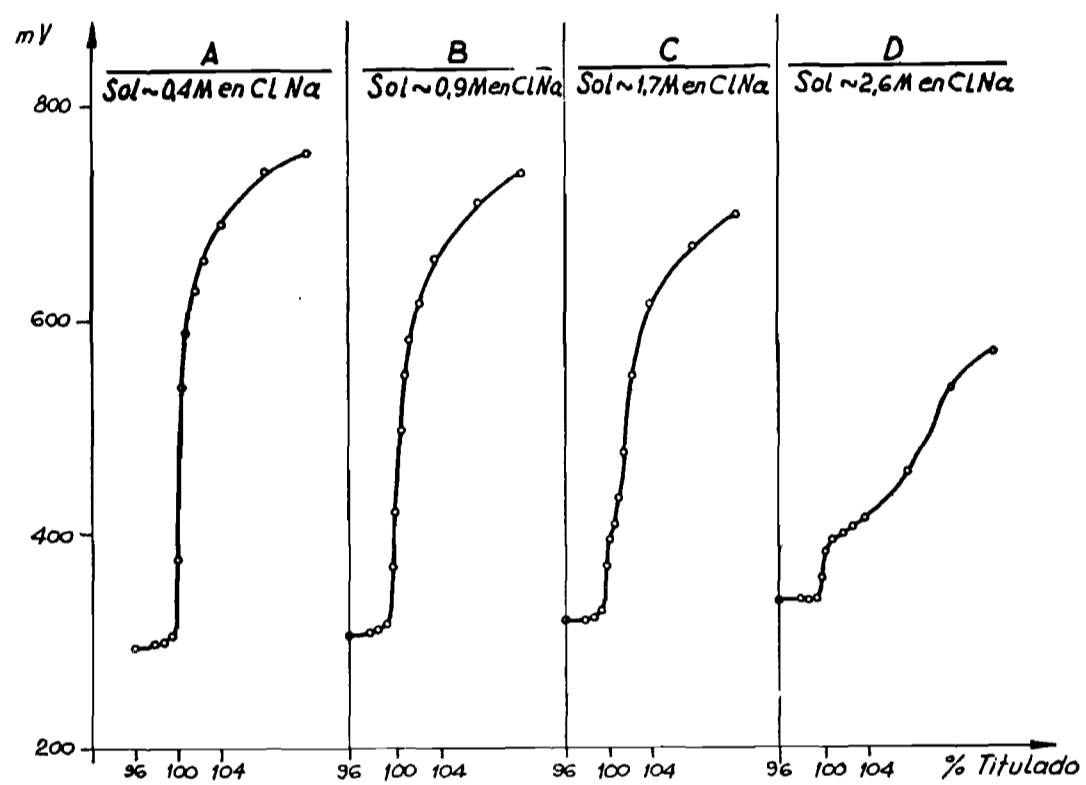
Titulación de solución de EDTA 0,1 M
con solución de Zn 0,1 M

Figura 1



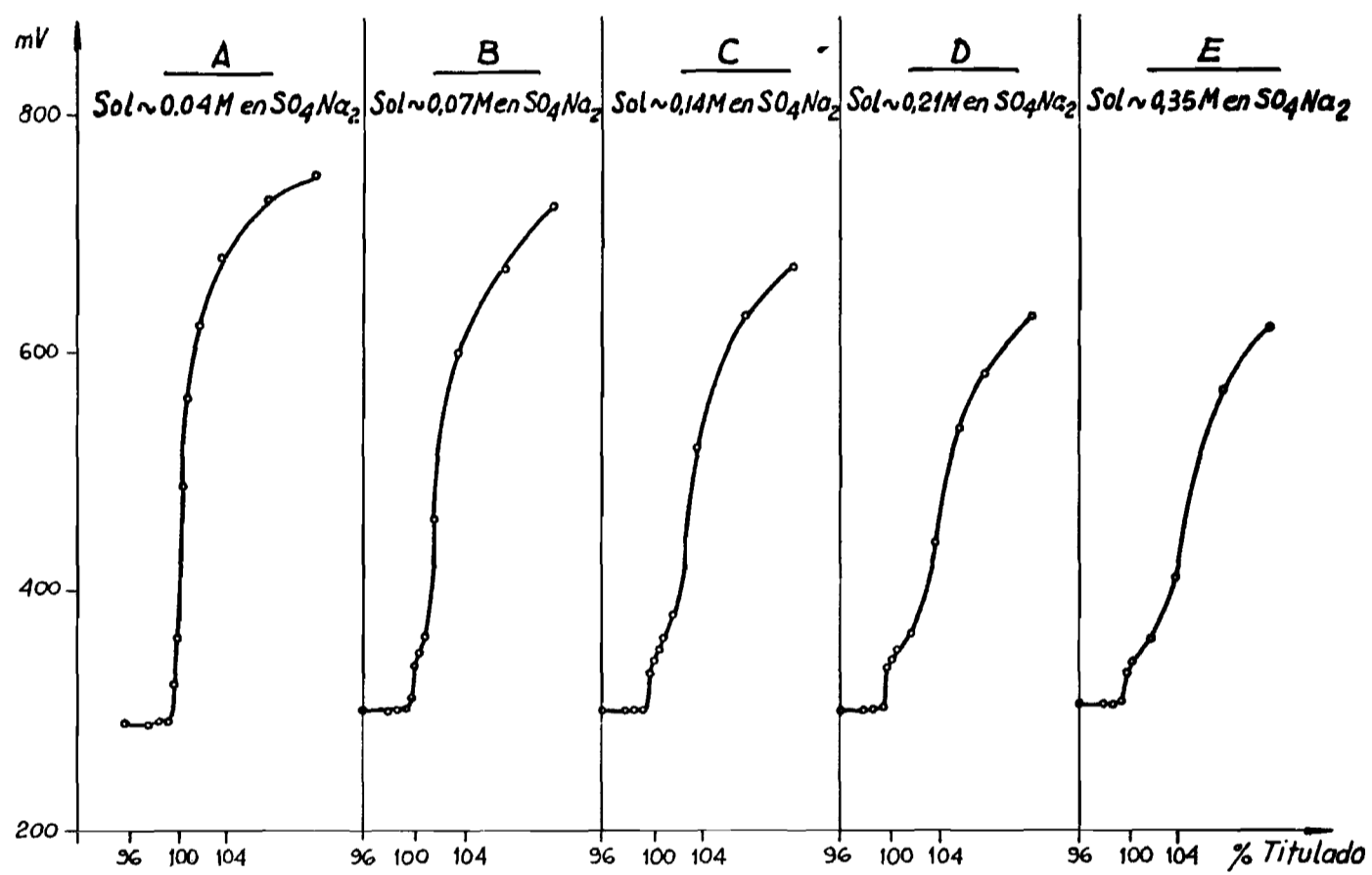
Titulación del exceso de solución de
EDTA 0,1M con solución de Zn 0,1 M

Figura 2



Titulación de soluciones de EDTA 0,1 M que contienen concentraciones variables de ClNa (volumen final 200 ml)

Figura 3



Titulación de soluciones de EDTA 0,1 M que contienen concentraciones variables de SO_4Na_2 (Volumen final 200 ml)

Figura 4

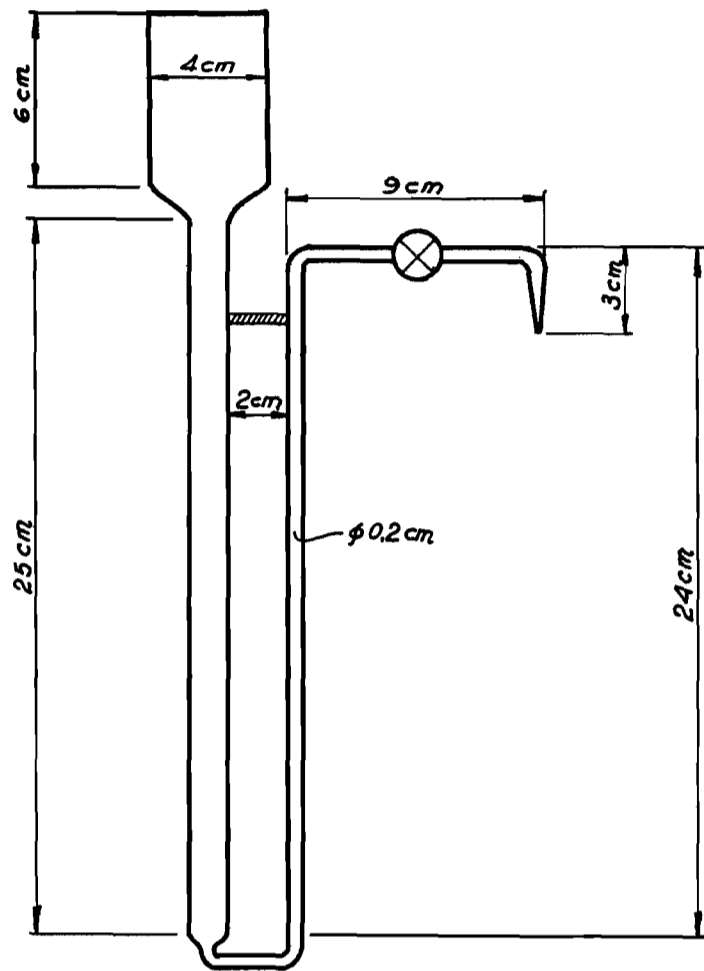


Figura 5

BIBLIOGRAFIA

1. Análisis de aleaciones uranio aluminio; Report BLG-14.
 2. BANKS, CH. - Análisis de ciertas aleaciones de uranio. U. S.A.E.C. Report M-3056.
 3. LUNDELL and KNOWLES - Bur. Standards J. Research, 3, 91-6 (1929).
 4. The volumetric determination of aluminium in uranium-aluminium alloys U.K.A.E.A. Report IGO-Am/S - 159.
 5. HORTON, A.D.; THOMASON, P.F. - Anal. Chem., 28, 1326 (1956).
 6. HAYS, S.H. - The acidimetric determination of aluminium with Fluoride at pH = 10-11. U.S.A.E.C. Report HW-18178.
 7. PRIBIL, R.; KOUDELA, Z.; MATYSKA, B. - Chem. Listy, 44, 222-4 (1950).
 8. PRIBIL, R.; KOUDELA, Z.; MATYSKA, B. - Collection Czechoslov. Chem. Comuns., 16, 80-5 (1951).
 9. WELCHER, F.J. - The analytical uses of ethylenediamine tetra-acetic acid, pag. 169 (D. Van Nostrand Company, Inc.) (edición 1958).
 10. WANNINEN, E.; RINGBONN, A. - Anal. Chim. Acta, 12, 308 (1955).
 11. FLASCHKA, H.A.- EDTA titrations, pag. 84-7 (Pergamon Press Ltd.). (Edición 1959).
 12. D'ALESSIO, A.S.W. de; CAPACCIOLI, J.H. - Publicación interna C.N.E.A. (1962).
 13. Método interno C.N.E.A.
 14. KORKISCH, J.; ANTAL P.; HECHT, F. - Determinación de microgramos uranio en muestras sólidas (Instituto de Química Analítica de la Universidad de Viena).
-