

**DETERMINAÇÃO ESPECTROQUÍMICA DOS ELEMENTOS LANTANÍDICOS
EM COMPOSTOS DE URÂNIO, APÓS SEPARAÇÃO CROMATOGRÁFICA
EM COLUNA DE ALUMINA-ÁCIDO FLUORÍDRICO**

Antonio Roberto Lordello e Alcídio Abrão

**PUBLICAÇÃO IPEN 6
IPEN - Pub - 6**

NOVEMBRO/1979

CONSELHO DELIBERATIVO

MEMBROS

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

CONSELHEIROS

Dr. Hécio Modesto da Costa
Dr. Ivano Humbert Marchesi
Dr. Admar Cervellini
Dr. Waldyr Muniz Olive

REFRESENTANTES

Dr. Jacob Charcot Pereira Rios
Dr. Paolo Enrico Maria Zaghen

SUPERINTENDENTE

Hernani Augusto Lopes de Amorim

**DETERMINAÇÃO ESPECTROQUÍMICA DOS ELEMENTOS LANTANÍDICOS
EM COMPOSTOS DE URÂNIO, APÓS SEPARAÇÃO CROMATOGRAFICA
EM COLUNA DE ALUMINA-ÁCIDO FLUORÍDRICO**

Antonio Roberto Lordello e Alcídio Abrão

**CENTRO DE ENGENHARIA QUÍMICA
CEQ - AUT 77**

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

Série PUBLICAÇÃO IPEN

INIS Categories and Descriptors

B11

Rare earths

Uranium compounds

Emission spectroscopy

DETERMINAÇÃO ESPECTROQUÍMICA DOS ELEMENTOS LANTANÍDICOS EM COMPOSTOS DE URÂNIO, APÓS SEPARAÇÃO CROMATOGRÁFICA EM COLUNA DE ALUMINA-ÁCIDO FLUORÍDRICO

Antonio Roberto Lordello e Alcídio Abrão

RESUMO

Apresenta-se um método espectrográfico para a determinação de quatorze elementos lantanídicos em compostos de urânio de alta pureza. Os elementos lantanídicos são separados do urânio por cromatografia em coluna de alumina em meio fluorídrico e precipitados usando-se lantânio como coletor e, também, como padrão interno. Faz-se a excitação da amostra, até consumo total, em arco de corrente contínua de 17 ampéres. As escalas de concentração variam aproximadamente de 0,005 a 0,5 $\mu\text{g/g}$ urânio. Os elementos Pr, Ho, Dy, Er, Tm, Lu, Gd e Tb apresentaram um coeficiente de variação de aproximadamente 10%.

I -- INTRODUÇÃO

A contaminação dos materiais combustíveis nucleares pelos elementos das terras raras constitui um fato de importância relevante. Tais elementos possuem altas seções de choque de absorção de nêutrons térmicos, motivo pelo qual a purificação de qualquer combustível nuclear exige um controle rigoroso quanto ao nível de contaminação pelos elementos lantanídicos. O gadólnio possui a mais alta seção de choque entre todos os elementos naturais, enquanto o samário, o európio e o disprósio são também fortes absorvedores. Os elementos lantanídicos são encontrados mais como um grupo coexistente que separadamente e as determinações de alguns membros mais importantes da série servem como indicação da presença de outros.

Devido às grandes semelhanças existentes nas propriedades químicas entre os diversos elementos lantanídicos, torna-se bem mais difícil a determinação daqueles elementos por métodos químicos usuais de análise que a aplicação de métodos baseados nas propriedades físicas dos elementos, como espectro de absorção, espectro de emissão de raios-X e espectro de massa. A análise por ativação também tem sido bastante estudada.

1.1 -- Objetivo

O trabalho desenvolvido visou ao estabelecimento de um método espectrográfico para a determinação dos elementos das terras raras, na escala de frações de $\mu\text{g/g}$, em amostras de diuranatos de amônio, provenientes da Usina Piloto de Purificação de Urânio do Centro de Engenharia Química do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, e em compostos de urânio, de uma maneira geral.

O método aqui apresentado poderá ser usado rotineiramente no controle de pureza das referidas amostras de diuranatos, principalmente em relação àqueles elementos das terras raras que possuem altas seções de choque de absorção de nêutrons térmicos.

Aprovada para publicação em Agosto/1979.

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

1.2 - Métodos

As impurezas em escalas de $\mu\text{g/g}$ ou frações de $\mu\text{g/g}$ tem sido determinadas em compostos de urânio de pureza nuclear por métodos ópticos de emissão desde o início da era atômica moderna, por volta de 1940.

O urânio possui um espectro muito complexo devido à multiplicidade das configurações eletrônicas de seus átomos neutros e ionizados, podendo interferir sobre os espectros de outros elementos químicos também presentes. A determinação dos elementos lantanídicos diretamente em óxido de urânio é, pois, muito limitada pela presença do espectro desse elemento, que causa um fundo espectral intenso e muitas interferências. Consequentemente, poucos são os trabalhos, citados na literatura que fazem o uso desta técnica.

Em 1967, Pepper⁽²²⁾ apresentou os resultados de análises de elementos correntes em urânio pelo método da excitação direta na região catódica, ressaltando as características da destilação fracionada do método, sem contudo fazer uso do carreador. Avni e Boukobza⁽⁴⁾ fizeram aplicação desta técnica, desenvolvendo um método para a determinação dos elementos lantanídicos, ítrio e escândio em óxidos de urânio, tório e zircônio. Estes autores conseguiram um aumento da volatilização dos elementos considerados pela adição de 4% dos fluoretos das próprias matrizes. Verificaram, também, que a intensidade do espectro da matriz na região catódica (0,2 mm abaixo do cátodo) diminui muito, enquanto há um aumento da intensidade espectral das impurezas. Entretanto, a sensibilidade alcançada não é boa, variando desde 1 $\mu\text{g/g}$ para itérbio até 100 $\mu\text{g/g}$ para praseodímio, em matriz de U_3O_8 , limitando, portanto, a aplicabilidade do método.

Estes fatos conduzem a uma solução indireta do problema, por meio de uma separação prévia dos elementos lantanídicos da matriz de urânio que, além de eliminar a interferência do espectro deste elemento, efetua uma concentração das terras raras e, conseqüentemente, amplia os limites de detecção do método. Deve-se lembrar, também, que a maior parte dos elementos lantanídicos possui um espectro relativamente pouco intenso.

Em um esquema geral, os métodos mais comuns e largamente utilizados para a separação dos elementos das terras raras em matrizes de urânio são:

- Precipitação
- Extração por solventes
- Troca iônica

Vogel⁽³¹⁾ faz a extração do urânio com fosfato de tri-n-butila (TBP). As terras raras são precipitadas com hidróxido de amônio. O urânio residual é removido por meio de uma segunda precipitação com NH_4OH na presença do ácido etilenodiaminotetraacético (EDTA), o qual forma um complexo solúvel com as terras raras. Estas são precipitadas na forma de oxalato e, então, calcinadas. Um trabalho da National Lead Company of Ohio⁽²¹⁾ menciona o uso do mesmo agente extraente para o urânio e, em fase posterior, a solução aquosa contendo as terras raras é extraída com uma solução de 8-hidroxiquinolina em clorofórmio. Roca⁽²⁴⁾ utiliza uma mistura de TBP e hexano para extrair o urânio, repetindo a operação diversas vezes. Em seguida, os elementos lantanídicos, presentes na fase aquosa, são complexados com EDTA que com eles forma complexos solúveis e evita sua precipitação. Outros autores também fazem uso do TBP na extração do urânio^(3,29).

Outro agente extraente utilizado para a remoção do urânio é o éter. Serin e Franklin⁽²⁵⁾, após a remoção do urânio por meio de uma extração com éter, precipitam as terras raras na forma de oxalato, utilizando o cálcio como carregador. Short e Dutton⁽²⁶⁾ também fazem a extração com éter e precipitam os elementos das terras raras na forma de fluoretos. Procedimento idêntico ao anterior é descrito por Hirt e Nachtrieb⁽¹⁴⁾ e Nakazima⁽²⁰⁾. O urânio é também extraído com solução de pentaéter e ácido nítrico⁽²⁾.

O urânio pode ser extraído com tri-iso-octilamina (TIOA) 0,3 – 0,4 M diluída em xileno. A solução contendo as terras raras pode conter outros elementos não extraídos com a TIOA e que podem interferir na análise. Quando necessário faz-se uma outra separação, por exemplo, usando-se resina aniônica. Em solução sulfúrica 0,1 N o urânio e o tório formam complexos aniônicos que se fixam na resina, ao passo que as terras raras não são adsorvidas. A TIOA foi utilizada por Guest⁽¹³⁾ em meio concentrado de ácido clorídrico.

Os fluoretos dos elementos das terras raras são insolúveis e os óxidos de berílio, urânio-VI, Zr e Ti são solúveis em excesso de ácido fluorídrico. Na prática, todavia, os fluoretos dos elementos lantanídicos não são recuperados quantitativamente nas condições criadas pela presença de grandes quantidades de fluoretos de Be, U, Zr ou Ti. Lerner e Pinto⁽¹⁹⁾ resolveram o problema da precipitação quantitativa dos elementos das terras raras empregando tório como carregador e fluoreto de amônio como agente precipitante, havendo formação do precipitado $\text{NH}_4\text{ThF}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$, que coleta quantitativamente os lantanídios. O tório é removido posteriormente por extração com 8-quinolinol. Wood e Turner⁽³²⁾ recomendam o uso do fluoreto de amônio como agente coprecipitante. O tório, precipitado como fluoreto, por meio de uma coprecipitação com os fluoretos de cálcio e magnésio, coleta quantitativamente os fluoretos de Eu, Dy, Gd e Sm, mesmo na presença de grandes quantidades de U, Be, Ti ou Zr⁽¹⁶⁾.

Vários ácidos orgânicos formam complexos com urânio-VI, podendo ser usados para eluir o íon UO_2^{+2} de resina catiônica ou para fixar o urânio em resina aniônica. Soluções de urânio na presença de EDTA, percoladas em resina catiônica, permitem a separação entre o urânio e os elementos das terras raras, porque o íon uranilo não forma complexos com o EDTA em meio levemente ácido ou neutro. A separação U-Th-terras raras é conseguida retendo todos estes elementos em resina catiônica e eluindo primeiro o urânio com HCl 0,5 M. O tório e as terras raras ficam firmemente retidas na coluna e poderão ser eluídas com ácido clorídrico de maior concentração. Em meio clorídrico, a formação de espécies aniônicas complexas do íon uranilo, UO_2Cl_3^- e $\text{UO}_2\text{Cl}_4^{2-}$ fortemente retidas em resinas aniônicas, e a não formação de ânions das terras raras, possibilita a separação entre o urânio e aqueles elementos. Birks⁽⁵⁾, Kumar Das⁽¹⁸⁾, Kaminski⁽¹⁷⁾, Draganik⁽⁹⁾, Braier⁽⁷⁾, Blank⁽⁶⁾ e Brody⁽⁸⁾ apresentam trabalhos de separação entre o urânio e os elementos lantanídicos com o uso de resina de troca iônica.

As terras raras também podem ser separadas do urânio passando-se soluções de nitrato de uranilo, em mistura com éter e ácido nítrico, através de uma coluna de celulose ativada^(10,11,15,27,30). Mais recentemente Frits e Kennedy⁽¹²⁾ apresentam um método para separação do urânio das terras raras em colunas que contenham um suporte sólido impregnado com sulfóxido de dioctila em 1,2-dicloroetano.

Tanto os métodos de precipitação, como extração por solventes ou troca iônica apresentam suas vantagens e desvantagens. Em geral, os elementos das terras raras são precipitados após a separação e, então, calcinados. O termo "concentrado de terras raras", mencionado em várias partes do presente trabalho, se refere a este produto final da calcinação.

1.3 – Técnicas de Excitação

Existem pequenas variações entre as diversas técnicas utilizadas para a determinação espectrográfica dos elementos das terras raras em urânio mas, basicamente, temos dois tipos de excitação:

- Excitação por um arco de corrente contínua.
- Excitação por uma centelha de alta tensão.

O arco de corrente contínua produz, em geral, uma maior sensibilidade que a centelha, conquanto esta seja mais reprodutível.

A técnica mais comum e que conduz a melhores resultados, em termos de sensibilidade, é a de se excitar a amostra, em forma de pó e colocada em um eletrodo de grafita, com um arco de corrente contínua^(21,24,31). Neste caso a amostra é, geralmente, misturada com pó de grafita, que melhora a estabilidade do arco, podendo se efetuar uma combustão total ou parcial da mistura. Alguns autores introduziram uma pequena modificação, transformando a amostra em uma pastilha e fazendo a excitação das mesmas, em eletrodos de cobre, com um arco de corrente contínua⁽³⁰⁾. Short e Dutton⁽²⁶⁾ fazem a excitação da amostra diretamente em um eletrodo de cobre, usando um arco de corrente contínua. A utilização do arco de corrente contínua e eletrodos metálicos, como o cobre, elimina a presença das bandas de cianogênio, todavia, há uma diminuição considerável da sensibilidade.

Hirt e Nachtrieb⁽¹⁴⁾ fazem a determinação dos lantanídeos pela aplicação do método da centelha em eletrodos de cobre. Feldman e Ellenby⁽¹¹⁾ fazem a evaporação da solução, contendo os elementos das terras raras, sobre barras de grafita e excitam a amostra por meio de uma centelha condensada de alta tensão.

Radwan⁽²³⁾ faz a determinação espectrográfica de terras raras em urânio pela técnica da destilação fracionada, após a fase de separação química dos elementos lantanídicos. A solução é evaporada sobre pó de grafita, após a secagem adicionam-se 2% de CaF (carreador) e excita-se a amostra em um arco de corrente contínua. Joshi e Patel⁽¹⁵⁾ utilizam técnica semelhante, empregando uma mistura de fluoreto de lítio e cloreto de prata como carreador.

Quase todos os métodos apresentados pela literatura, que fazem a excitação por meio de um arco de corrente contínua e utilizam eletrodos de grafita como suporte da amostra, empregam uma atmosfera inerte, em geral 20% de oxigênio e 80% de argônio. Os eletrodos devem ser colocados dentro de uma câmara, especialmente construída para esta finalidade, através da qual se faz circular aquela mistura. O uso desta técnica permite eliminar, ou diminuir muito, as bandas de cianogênio, ao mesmo tempo que diminui a intensidade do fundo espectral e produz um aumento de sensibilidade das linhas.

1.4 – Escolha do Método de Separação e Técnica de Excitação Utilizada

Abrão⁽¹⁾ apresenta uma técnica de separação entre o urânio e os elementos das terras raras por cromatografia em coluna de alumina em meio fluorídrico. A escolha deste método para aplicação no presente trabalho baseia-se: 1) na sua simplicidade, 2) capacidade elevada de retenção em relação ao pequeno volume da coluna, 3) número reduzido de etapas de trabalho desde a percolação da solução de urânio pela coluna até a precipitação do concentrado de terras raras, diminuindo, portanto, o tempo gasto na análise e, ainda, 4) vem a constituir um novo método de separação entre o urânio e os elementos das terras raras para aplicação em análise espectrográfica.

Para a excitação da amostra foi utilizada a técnica da combustão total ou queima total. Uma parcela do concentrado de terras raras é colocada na cratera de um eletrodo de grafita e a massa é queimada até consumo total, por meio de um arco de corrente contínua de 17 ampères.

O método é recomendado para determinação de elementos lantanídicos em sais de urânio, na escala de concentrações de frações de $\mu\text{g/g}$ de urânio.

II – PARTE EXPERIMENTAL

II.1 – Separação dos Elementos Lantanídicos do Urânio

Como já foi mencionado em 1.4., efetuou-se a separação dos elementos lantanídicos do urânio por meio de cromatografia em coluna de alumina em meio fluorídrico⁽¹⁾. Este método se baseia na adsorção dos elementos das terras raras e tório quando se percola uma solução ácida de nitrato, cloreto

ou sulfato de urânio, contendo HF 0,3M, através de uma coluna de alumina (Al_2O_3). O íon urânio não é retido enquanto o tório e as terras raras são adsorvidas pela alumina. Este método é aplicado à separação e concentração de quantidades extremamente baixas de elementos lantanídicos e tório presentes em sais de urânio, permitindo a determinação de tais elementos em concentrações de frações de $\mu\text{g/g}$ no urânio e seus compostos.

Abrão⁽¹⁾ apresenta os resultados de retenção dos elementos em função da molaridade do ácido fluorídrico e da concentração do urânio, além da capacidade de retenção da alumina através de percolações sucessivas de soluções de nitrato de urânio pela mesma.

O mecanismo de adsorção de cátions em alumina não é ainda bem conhecido, sendo que a literatura apresenta um maior número de trabalhos referentes à fixação de ânions. De qualquer forma, considera-se a adsorção em meio ácido como consequência de um mecanismo de troca iônica, tanto para cátions como para ânions.

O referido autor demonstrou que a retenção do tório e lantanídios na coluna de alumina, em meio ácido, é insignificante para nitrato, cloreto e sulfato de urânio a partir de 5 e até 250 g/l em U_3O_8 . Todavia, quando se adiciona ácido fluorídrico a estas soluções, a retenção dos referidos elementos aumenta a partir de HF 0,01 M e alcança um máximo de 0,2 a 0,6M. Estas concentrações de HF não se referem ao ácido livre pois sabe-se que o íon UO_2^{++} forma complexos relativamente fortes com o íon fluoreto.

A literatura não faz menção da existência de complexos de fluoretos aniônicos dos elementos das terras raras; todavia, conhecem-se fluór-complexos para o Al^{3+} e UO_2^{++} .

Exclui-se a possibilidade de precipitação de ThF_4 e dos fluoretos das terras raras em solução contendo íons urânio, mesmo porque o HF adicionado não é suficiente para a precipitação. Sabe-se também que o íon UO_2^{++} exerce um efeito de solubilização sobre os fluoretos de terras raras. Quando se precipitam alguns microgramas de fluoretos de terras raras, na presença de 10 ou 20 gramas do íon UO_2^{++} , ocorre um efeito de solubilização que não permite a recuperação desta pequena quantidade de terras raras, a qual poderia ser quantitativa em solução aquosa e em ausência de urânio⁽¹⁾.

Usando-se um excesso de ácido fluorídrico 0,3M e percolando-se esta solução através de uma coluna de Al_2O_3 , Abrão⁽¹⁾ determinou a capacidade como sendo ao redor de 0,55 g de HF/ml de alumina.

A fixação das terras raras e do tório pode ser explicada razoavelmente por um mecanismo de troca iônica, havendo formação das espécies aniônicas AlF_4^- , AlF_5^{2-} e AlF_6^{3-} e das espécies catiônicas $(TR)F^{++}$ e ThF^{+++} .

II.1.1 – Procedimento para a Separação dos Elementos Lantanídicos do Urânio

Os experimentos foram realizados a partir de soluções de nitrato de urânio contendo 117,9 g de U_3O_8 (= 100 g de U) por litro de solução. A estas soluções adiciona-se HF em quantidade para se ter uma molaridade igual a 0,3. A solução é então percolada através de uma coluna contendo 3 ml de alumina, após o que segue-se a etapa de lavagem com solução de ácido fluorídrico a 1%, a fim de eliminar completamente o urânio ainda presente na coluna. A retenção dos elementos lantanídicos é superior a 98%.

A lixiviação é feita com HNO_3 1M a quente até um volume de 60 ml de eluído, aproximadamente. A fim de se manter o ácido nítrico aquecido durante a percolação, a coluna é mantida próxima a uma lâmpada de raios infravermelhos.

A solução resultante, contendo os elementos das terras raras, se acha pronta para a fase posterior de adição do padrão interno, precipitação e calcinação (II.2 e II.3).

A quantidade de grão usaria (100 g) foi estabelecida levando-se em conta a quantidade aproximada de terras raras presentes nas amostras de diuranato de amônio procedentes da Usina Piloto já mencionada e nas sensibilidades conseguidas pela aplicação do método espectrográfico aqui estudado.

11.2 – Preparação dos Padrões

Preparam-se os padrões a partir de óxidos de pureza espectrográfica fabricados pela Johnson Matthey Chem. Ltd., London.

O lantânio tem sido muito utilizado como coletor em precipitações de terras raras. No presente trabalho optou-se também pelo uso deste elemento não apenas como coletor, mas como padrão interno.

Os óxidos de terras raras são previamente aquecidos em uma estufa a 120° , durante uma hora, para remover qualquer traço de umidade presente.

Preparam-se, inicialmente, soluções padrões concentradas ($5000 \mu\text{g/ml}$) pela dissolução, com HCl a quente, de quantidades pré-estabelecidas de cada um dos óxidos de terras raras (La_2O_3 , Nd_2O_3 , Pr_6O_{11} , Tb_4O_7 , CeO_2 , Ho_2O_3 , Yb_2O_3 , Eu_2O_3 , Gd_2O_3 , Dy_2O_3 , Er_2O_3 , Sm_2O_3 , Tm_2O_3 , Lu_2O_3 e Y_2O_3). Por diluições sucessivas preparam-se, também, soluções padrões nas concentrações 1000, 100 e $10 \mu\text{g/ml}$.

Os padrões propriamente ditos, contendo as diversas terras raras em matriz de La_2O_3 , são elaborados da seguinte maneira:

- 1) Pesa-se uma quantidade pré-estabelecida de La_2O_3 .
- 2) Dissolve-se com HCl concentrado, a quente.
- 3) Adicionam-se, à solução de lantânio, alíquotas calculadas de cada uma das soluções padrões das outras terras raras.
- 4) Elimina-se o excesso de ácido por aquecimento. O pH final da solução deve ser 3, aproximadamente (caso necessário, utilizar 2 gotas de solução de metilorange).
- 5) Precipitar a quente com solução saturada de ácido oxálico (15%).
- 6) Deixar em digestão por 4 horas.
- 7) Adicionar mais algumas gotas da solução de ácido oxálico e observar se a precipitação foi completa.
- 8) Filtrar e transferir o precipitado, juntamente com o papel filtro, para um cadinho de porcelana.
- 9) Secar sob lâmpada de raios infravermelhos e, em seguida, queimar na chama de bico de gás.
- 10) Calcinar a 900°C , durante 1 hora.

Desta maneira, preparam-se padrões contendo terras raras nas concentrações 20000, 10000, 5000, 2000, 500, 200, 100 e $20 \mu\text{g/g}$ La_2O_3 .

Mistura-se cada um dos padrões, assim obtidos, com igual massa de grafita em pó (National Carbon Company, grau SP-2).

11.3 - Preparação das Amostras

Inicialmente, segue-se o procedimento descrito no item 11.1.1., a fim de separar qualquer terra rara que possa estar presente na amostra de urânio a ser analisada.

A solução resultante (líquido) adiciona-se 1 ml da solução padrão concentrada de Lantânio (15000 µg/ml).

Em seguida, procede-se de maneira idêntica às etapas 4 a 10, descritas no item 11.2.

Igualmente aos padrões, mistura-se o óxido resultante com grafita, na proporção 1:1.

11.4 – Equipamentos e Acessórios

Espectrôgrafo de Emissão

Montagem Ebert, da Jarrell-Ash Co., de 3,4 m, equipado com retículo de difração de 15000 linhas por polegada, produzindo uma dispersão linear recíproca de 2,47 Å/mm, aproximadamente na segunda ordem do espectro.

Fonte de Excitação

Modelo Jarrell-Ash Standard Varisource.

Microfotômetro

Microfotômetro comparador da Jarrell-Ash, sem registrador.

Fotoprocessador

Modelo da Jarrell-Ash, com controle termostático.

Setor Logarítmico

Utilizado para calibração da emulsão fotográfica. Modelo da Jarrell-Ash, construído para uma relação de intensidades $I_0/I = 2$, em sete degraus e velocidade máxima de 260 rpm.

Filtro Óptico

Modelo 16-830, da Jarrell-Ash, com sete escalões de transmitância (100, 62,3, 42,1, 27,7, 18,1, 11,9 e 7,5%).

Eletrodos

Utilizaram-se eletrodos de grafita, grau AGKSP, de elevada cristalinidade e condutividade térmica, procedentes da National Carbon Company. Os tipos usados foram:

Anodo: AGKSP 4031

Catodo: SPK L-4236

Suporte: AGKSP L-3919

A Figura 1 apresenta a geometria e dimensões do ânodo utilizado.

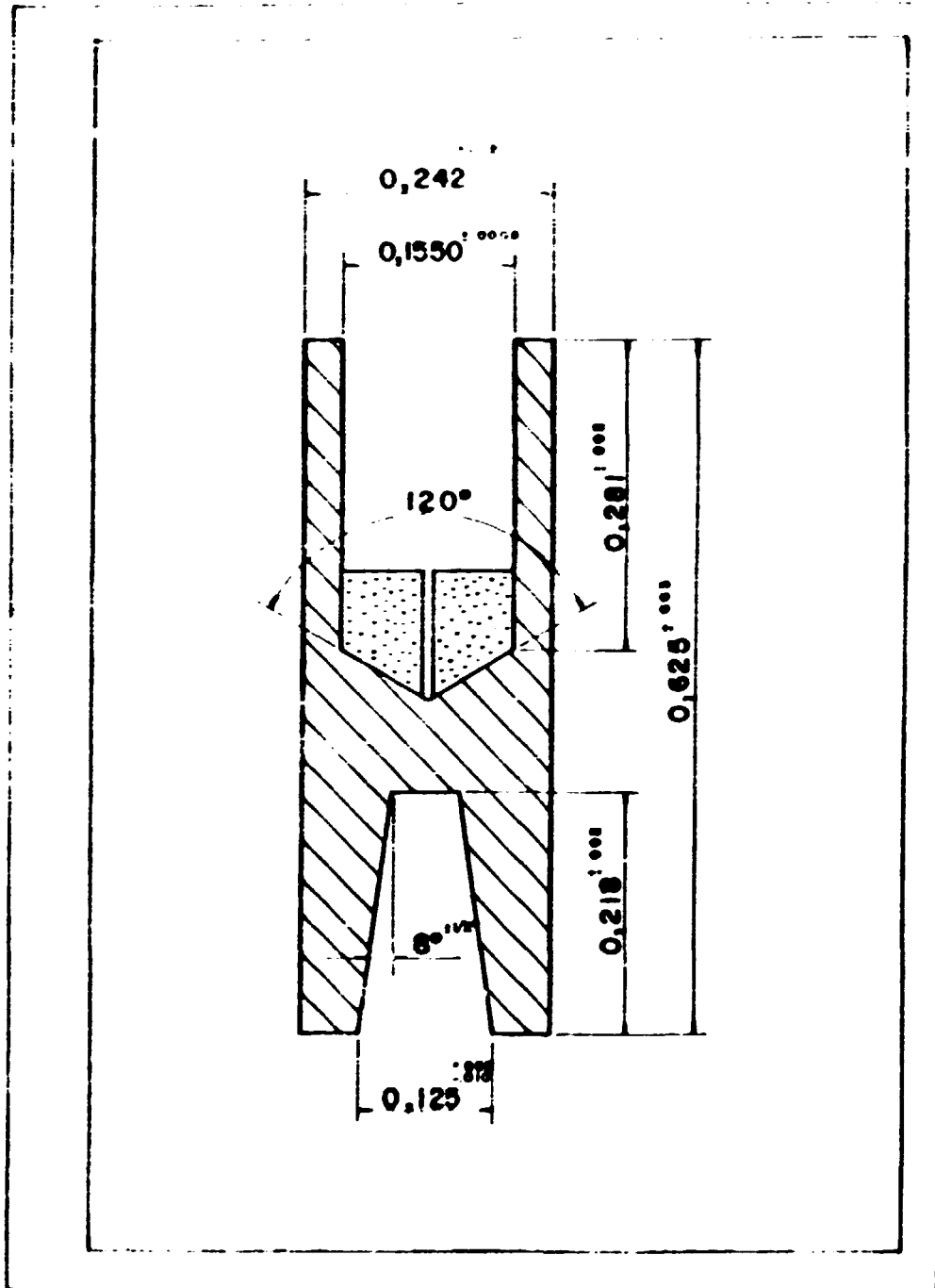


Figura 1 Geometria do Aço de Grafita utilizado (Dimensões em Polegadas)

11.5 – Condições Experimentais

Rede de Difração

Com 15000 linhas por polegada, com máscara de 3 cm de abertura, colocada sobre a rede.

Ângulo da Rede de Difração

Ângulo 1000, abrangendo a escala de comprimento de onda de 3100 a 4350 Å

Tempo de Pré-Exposição

Nenhum.

Tempo de Exposição

Sessenta segundos.

Corrente

Dezessete ampères, arco de corrente contínua, estabilizada para 230 volts.

Carga no Anodo

10 mg da mistura terras raras/grafita (1.1).

Atmosfera Controlada

Fluxo de 3 litros/minuto da mistura composta de 20% de oxigênio e 80% argônio, fornecida pela Oxigênio do Brasil.

Distância entre o catodo e o anodo ("Gap")

4 mm.

Distância entre os eletrodos e a fenda do espectrógrafo

47 cm, com lente condensadora.

Filtro Óptico

100 e 18,1 % de transmitância

Fenda do Espectrógrafo

10 μ de largura.

Placas Fotográficas

Kodak Spectrum Analysis nº 1 (SA-1).

Revelação

3 minutos, 18°C, revelador D-19 da Eastman Kodak Co.

Fenda do Microfotômetro

5 μ de largura

0,7 mm de altura.

11.6 – Curvas Analíticas

Construíram-se as curvas analíticas a partir dos resultados obtidos pela queima de quatro amostras completas de padrões.

Selecionaram-se as linhas espectrais de padrão interno (lantânio) levando-se em conta sua natureza (atômica e iônica) e a região espectral estudada, ou seja, as diferenças de comprimento de onda entre as linhas analíticas e as do padrão interno. Em um caso ideal estas diferenças devem ser tão mínimas quanto possíveis embora se consiga boa precisão quando se faz corretamente a calibração da emissão fotográfica, considerando-se, inclusive, calibrações em regiões espectrais de diferentes comprimentos de onda. Em alguns casos, no presente trabalho, não foi possível escolher linhas espectrais do padrão interno (La) muito próximas das linhas analíticas.

As curvas analíticas se encontram ilustradas nas Figuras 2, 3, 4 e 5 e relacionam razões de intensidades (Intensidade da linha analítica/Intensidade da linha de padrão interno) com as concentrações. Fez-se a correção do fundo espectral por meio da diferença entre a intensidade da linha e a intensidade do fundo medida nas proximidades. Quando necessário, fez-se, também, correções de teores residuais dos elementos lantanídicos presentes na matriz de La_2O_3 .

As curvas analíticas relacionam as concentrações das diversas terras raras em matriz de La_2O_3 . A correlação destas concentrações com o urânio pode ser calculada facilmente. Esta opção se deve ao fato de que, algumas vezes, não é possível dispor de exatamente 100 g U (117,9 g U_3O_8), utilizados normalmente no procedimento de enriquecimento prévio sugerido.

A Tabela I apresenta os elementos lantanídicos determinados, os comprimentos de onda das linhas espectrais utilizadas e o padrão interno correspondente, o uso ou não de filtro óptico (18,1 % T) e a escala de concentrações, subdividida em % lantanídeo/ La_2O_3 e μg lantanídeo/g U (para um enriquecimento prévio realizado a partir de 100 g U).

11.7 – Precisão e Exatidão das Análises

Não foi possível determinar a exatidão das análises por comparação dos resultados com outros métodos. Todavia, o estudo feito e descrito a seguir, nos dá uma idéia da exatidão e precisão do método e da viabilidade para sua aplicação.

Preparam-se 10 amostras idênticas, sendo que, em cada caso, adicionaram-se 10 μg de cada terra rara à uma solução de nitrato de urânio-ácido fluorídrico 0,3 M, previamente descontaminada das terras raras pela técnica já descrita, isto é, percolando-se a solução $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2\text{-HF}$ 0,3M através de uma coluna de alumina. Após a adição dos lantanídios, a solução foi percolada novamente pela coluna de alumina. Em seguida, efetuou-se a eluição, precipitação e calcinação do concentrado, da maneira já descrita em 11.1.1 e 11.2. Desta forma, prepararam-se 10 amostras idênticas, contendo nominalmente, cada concentrado, 10 μg de cada terra rara.

Calculou-se a precisão por meio dos coeficientes de variação. Os resultados destes estudos podem ser interpretados por meio da Tabela II.

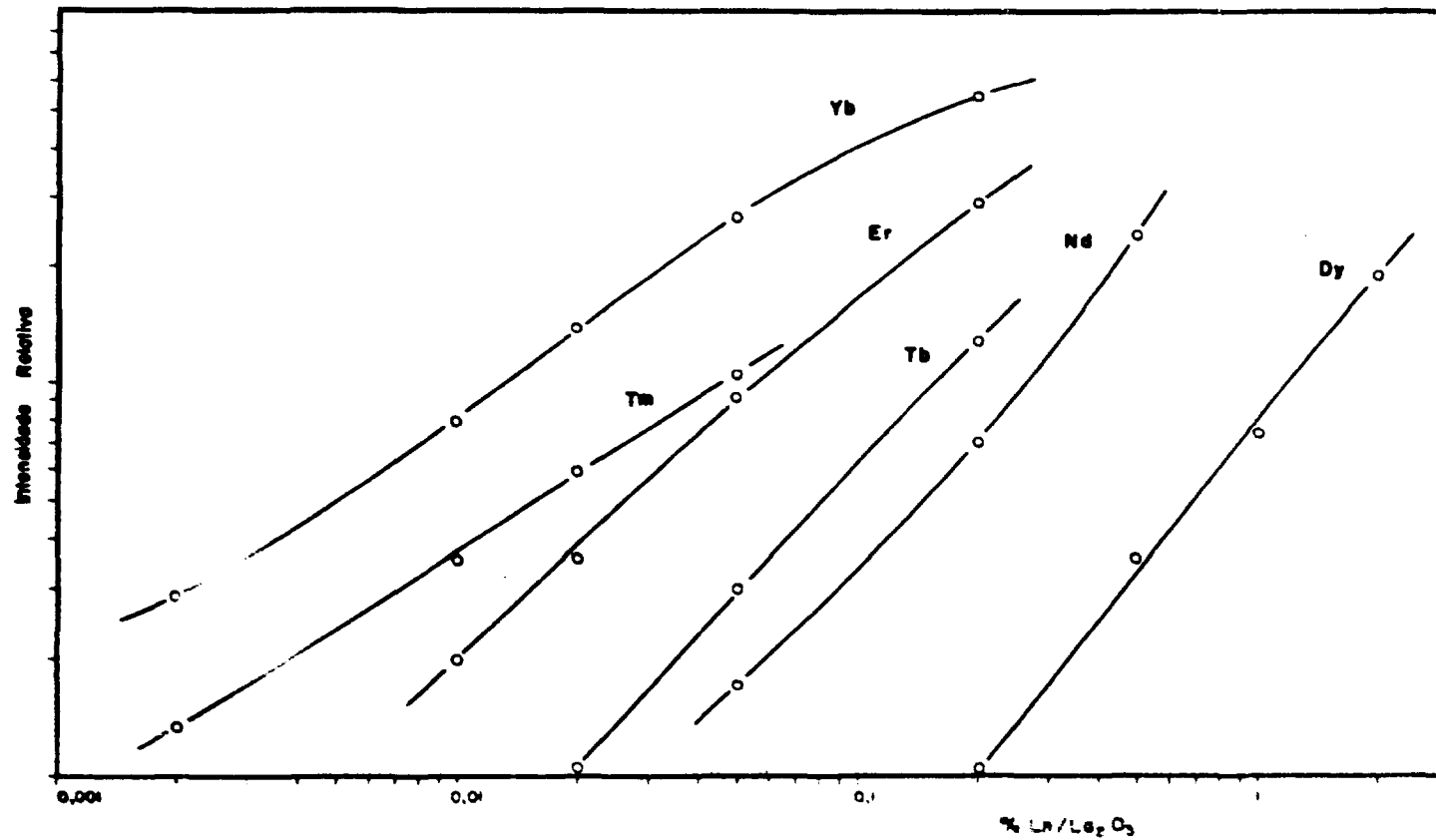


Figure 2 - Curvas Analíticas: Yb 3464,36 Å/La 3672,02 Å, sem Filtro Óptico; Tm 3362,62 Å/La 3701,81 Å, sem Filtro; Er 3692,64 Å/La 3701,81 Å, sem Filtro; Tb 3324,40 Å/La 3701,81 Å, sem Filtro; Nd 4012,25 Å/La 4036,59 Å, sem Filtro; Dy 4000,48 Å/La 4036,59 Å, com Filtro

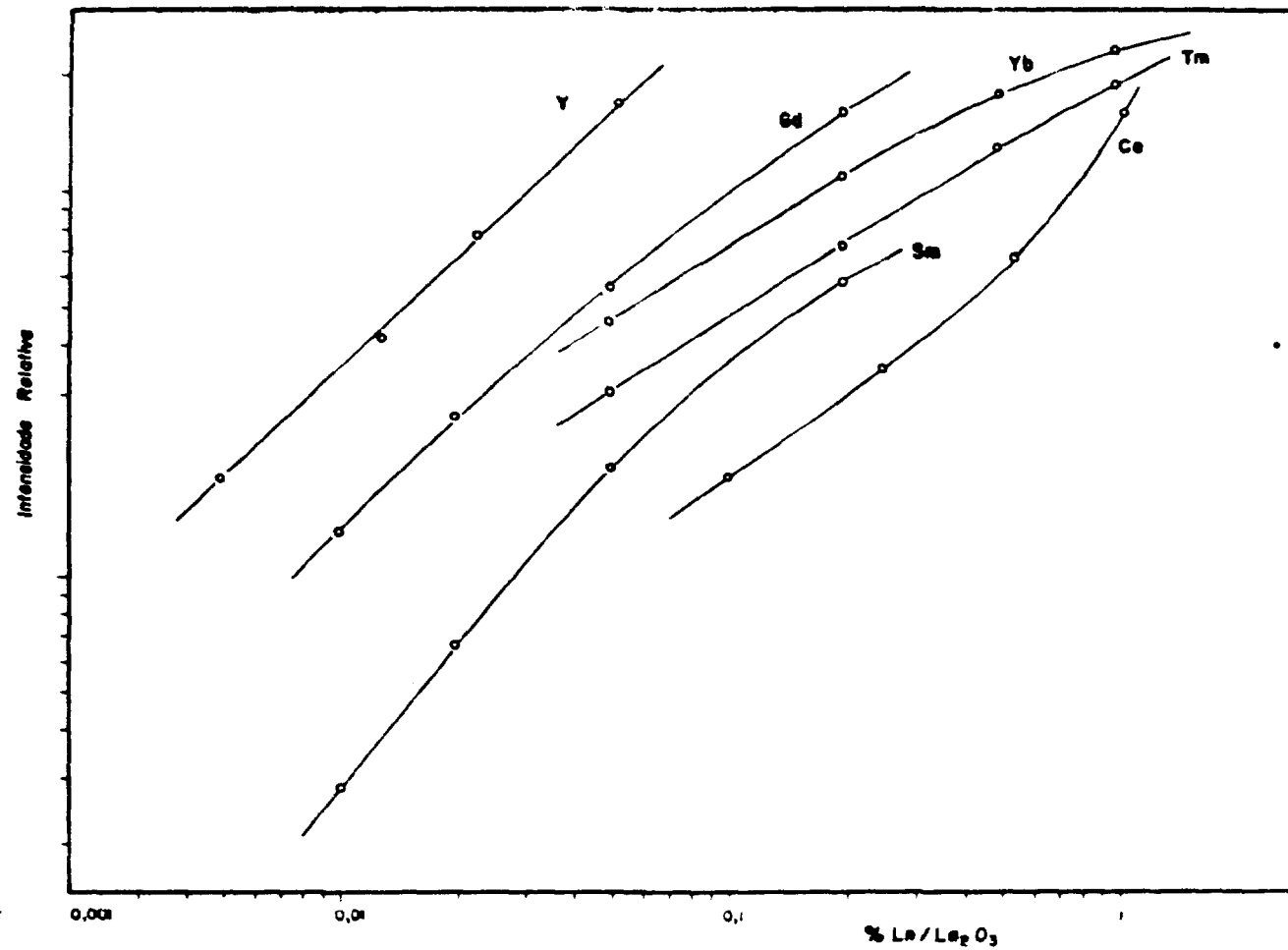


Figura 3 – Curvas Analíticas: Y 3327,89 Å/La 3701,81 Å, sem Filtro Óptico; Gd 3350,52 Å/La 3701,81 Å, sem Filtro; Yb 3464,36 Å/La 3672,02 Å, com Filtro; Tm 3362,62 Å/La 3701,81 Å, com Filtro; Sm 3885,29 Å/La 3701,81 Å, sem Filtro; Ce 3999,24 Å/La 4036,59 Å, sem Filtro

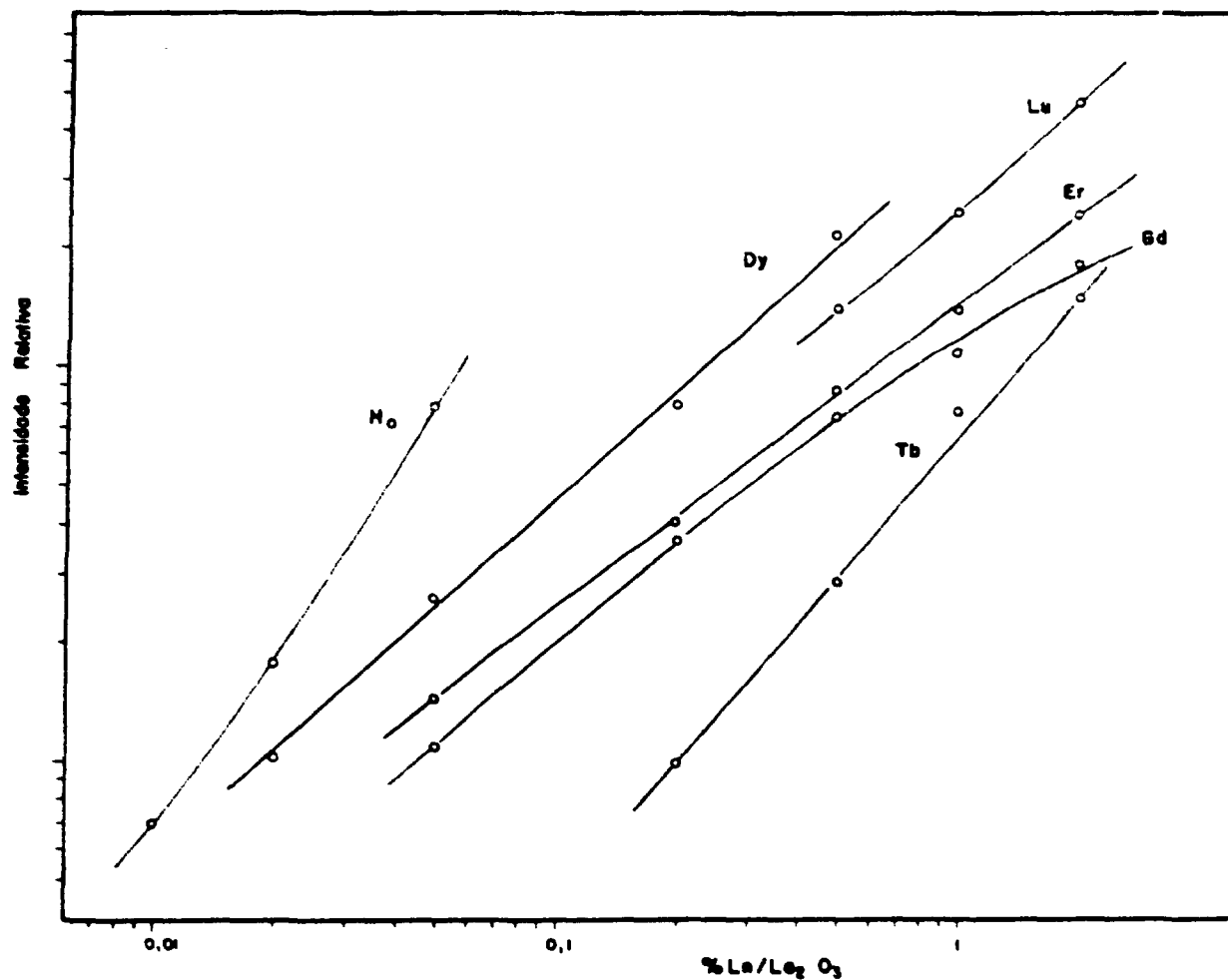


Figura 4 - Curvas Analíticas: Ho 3484,84 Å/La 3701,81 Å, sem Filtro Óptico; Dy 4000,48 Å/La 4036,59 Å, sem Filtro; Lu 3312,11 Å/La 3672,02 Å, com Filtro; Er 3692,64 Å/La 3701,81 Å, com Filtro; Gd 3350,52 Å/La 3701,81 Å, com Filtro; Tb 3676,35 Å/La 3701,81 Å, com Filtro

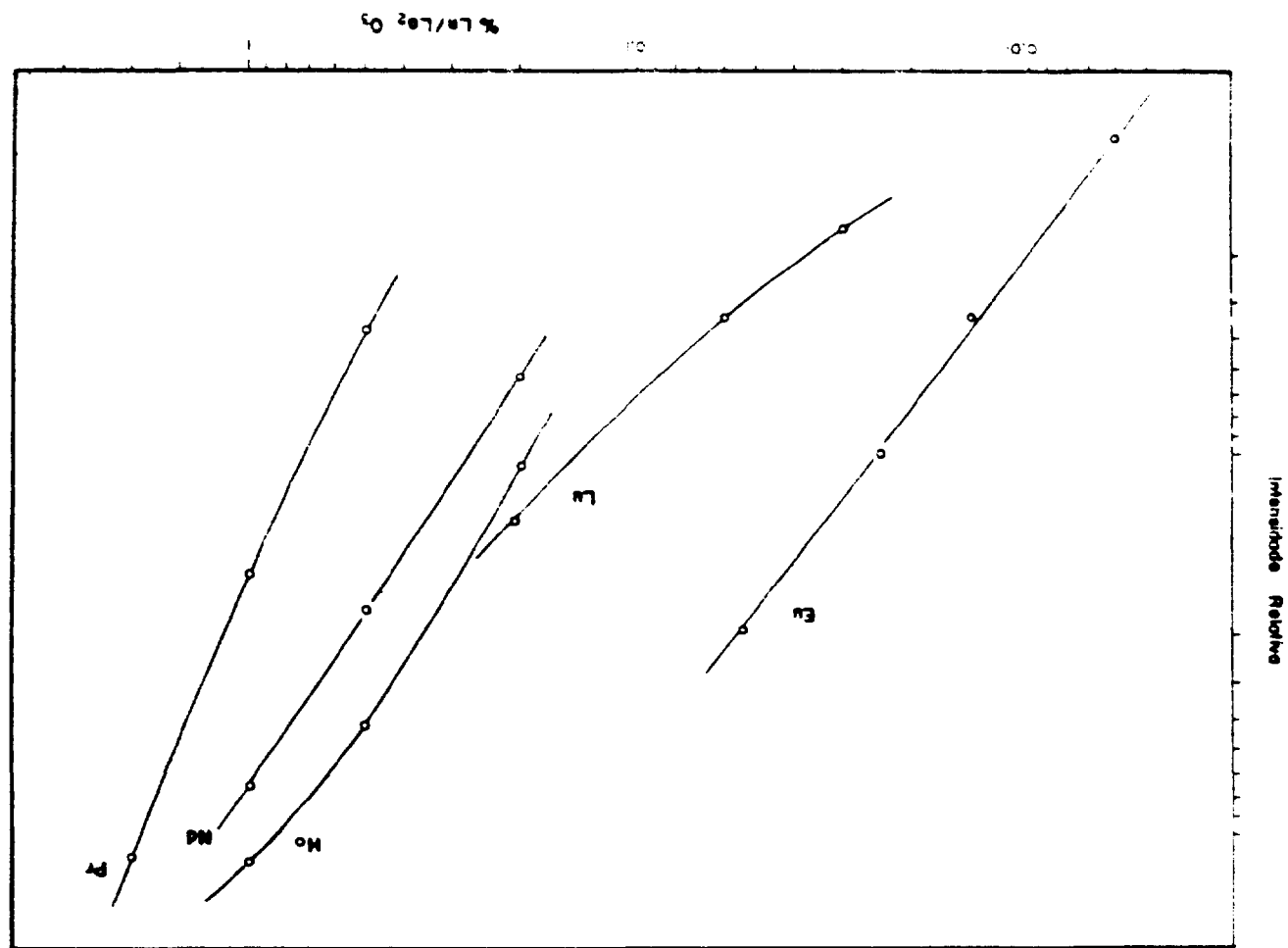


Figura 5 — Curvas Analíticas: Eu 3907,10 Å/La 4036,59 Å, sem Filtro Óptico; Lu 3312,11 Å/La 3672,02 Å, sem Filtro; Ho 4103,84 Å/La 4104,88 Å, com Filtro; Nd 4061,09 Å/La 4036,59 Å, sem Filtro; Pr 4179,42 Å/La 4036,59 Å, sem Filtro

Tabela I

Elementos Lantanídicos Determinados, Comprimentos de Onda das Linhas Espectrais Utilizadas e o Padrão Interno Correspondente, Filtro Óptico e Escala de Concentrações Subdividida em % Lantanídeo/La₂O₃ e µg Lantanídeo/g U (para um Enriquecimento Prévio Realizado a Partir de 100 g U)

Elemento	Comprimento de onda (Å)	Comprimento de onda (Å) do padrão interno (La)	Filtro Óptico (18,1%T)	Escala de Concentrações	
				% Ln/La ₂ O ₃	µg Ln/g U
Ce	3999,24	4036,59	Não	0,1 - 1	0,05 - 0,5
Pr	4179,42	4036,59	Não	0,5 - 2	0,25 - 1
Nd	4012,25	4036,59	Não	0,05 - 0,5	0,025 - 0,25
Nd	4061,09	4036,59	Não	0,2 - 1	0,1 - 0,5
Sm	3885,29	3701,81	Não	0,01 - 0,2	0,005 - 0,1
Eu	3907,10	4036,59	Não	0,006 - 0,05	0,003 - 0,025
Gd	3350,52	3701,81	Não	0,01 - 0,2	0,005 - 0,1
Gd	3350,52	3701,81	Sim	0,05 - 2	0,025 - 1
Tb	3324,40	3701,81	Não	0,02 - 0,2	0,01 - 0,1
Tb	3676,35	3701,81	Sim	0,2 - 2	0,1 - 1
Dy	4000,48	4036,59	Não	0,02 - 0,5	0,01 - 0,25
Dy	4000,48	4036,59	Sim	0,2 - 2	0,1 - 1
Ho	3484,84	3701,81	Não	0,01 - 0,05	0,005 - 0,025
Ho	4103,84	4104,88	Sim	0,2 - 1	0,1 - 0,5
Er	3692,64	3701,81	Não	0,01 - 0,2	0,005 - 0,1
Er	3692,64	3701,81	Sim	0,05 - 2	0,025 - 1
Tm	3362,62	3701,81	Não	0,002 - 0,05	0,001 - 0,025
Tm	3362,62	3701,81	Sim	0,05 - 1	0,025 - 0,5
Yb	3464,36	3672,02	Não	0,002 - 0,2	0,001 - 0,1
Yb	3464,36	3672,02	Sim	0,05 - 1	0,025 - 0,5
Lu	3312,11	3672,02	Não	0,03 - 0,2	0,015 - 0,1
Lu	3312,11	3672,02	Sim	0,5 - 2	0,25 - 1
Y	3327,89	3701,81	Não	0,005 - 0,05	0,0025 - 0,025

Tabela II

Precisão do Método Estudado. Valores Indicados Representam a Média Aritmética de 10 Experimentos, sendo que, em Cada Caso, Adicionaram-se 10 µg de Cada Terra Rara a uma Solução de Nitrato de Urânio Contendo 100 g U

Elemento	Adicionada (µg/g U)	Encontrada (µg/g U)	Coefficiente de Variação (%)
Dy	0,10	0,10 ± 0,01	10,0
Ce	0,10	0,12 ± 0,03	25,0
Nd	0,10	0,11 ± 0,03	27,3
Ho	0,10	0,097 ± 0,01	10,3
Tb	0,10	0,089 ± 0,01	11,2
Er	0,10	0,10 ± 0,008	8,0
Sm	0,10	0,090 ± 0,03	33,3
Pr	0,10	0,10 ± 0,008	8,0
Tm	0,10	0,11 ± 0,009	8,2
Lu	0,10	0,11 ± 0,01	9,1
Gd	0,10	0,098 ± 0,009	9,2
Yb	0,10	0,10 ± 0,02	20,0

II.8 – Descrição Geral do Método

Dissolvem-se 117,9 g de U_3O_8 com ácido nítrico 1M, em pequeno excesso. A solução de nitrato de urânio obtida é concentrada a quente para eliminar o excesso de ácido. Completa-se o volume com água até 1 litro, adicionando-se também HF para se obter uma solução final 0,3M.

Em seguida, monta-se uma pequena coluna contendo cerca de 3 ml de alumina, da qual se tenha extraído, previamente, os finos. Embora a concentração de ácido fluorídrico seja baixa, o material empregado deve ser preferencialmente de polietileno. Neste trabalho utilizou-se uma montagem muito simples, que pode ser vista na Figura 6; o depósito superior que contém a solução $UO_2(NO_3)_2 \cdot HF$ 0,3M é de polietileno, com o volume de 1 litro; o depósito inferior que recebe o efluente também é de polietileno. A coluna consiste de um tubo de plástico, dos utilizados normalmente em medidas radiométricas, cujas dimensões estão indicadas na Figura 6.

Após a solução de nitrato de urânio ter sido completamente percolada através da coluna, faz-se a lavagem da alumina com solução de HF a 1%.

A eluição das terras raras é feita com HNO_3 1M, a quente, até um volume de 60 ml de eluído, aproximadamente. A fim de manter o ácido nítrico aquecido durante a percolação, mantém-se uma lâmpada de raios infravermelhos próxima à coluna.

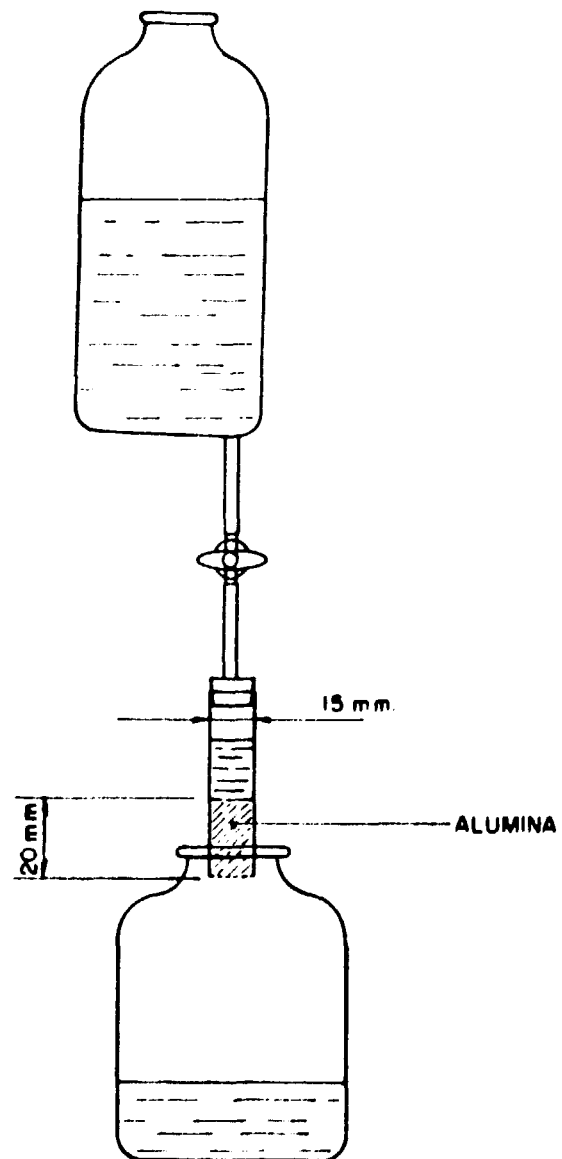


Figura 6 – Montagem Utilizada na Separação Lantanídios-Urânio

A solução resultante (eluído) adiciona-se 1 ml da solução de lantânio (5000 µg/ml). Elimina-se o excesso de ácido por aquecimento até um pH 3, aproximadamente. Precipitam-se os oxalatos das terras raras, a quente, com uma solução saturada de ácido oxálico (15%). Mantém-se o precipitado em digestão por um período de quatro horas. Filtra-se e transfere-se o precipitado, juntamente com o papel de filtro, para um cadinho de porcelana. Seca-se sob uma lâmpada de raios infravermelhos e, em seguida, queima-se na chama de um bico de gás. Os oxalatos são calcinados a óxidos a 900°C, durante 1 hora.

Mistura-se o concentrado, assim obtido, com igual massa de grafita em pó e excita-se segundo as condições mencionadas no item 11.5.

III - DISCUSSÃO E CONCLUSÕES

III.1 – Separação de Lantanídeos-Urânio

O método de separação posto em prática apresenta algumas vantagens, quando comparado com outros métodos citados na literatura, principalmente em relação aos processos de extração por solventes e precipitação. A utilização de solventes exige, normalmente, várias extrações até que praticamente todo o urânio seja separado; além disso, os métodos de extração separam o componente principal (urânio). Por outro lado, as resinas de troca iônica oferecem algumas facilidades; em muitos casos uma simples calcinação do material trocador de íons produz resíduos que podem ser queimados diretamente em um arco elétrico.

A cromatografia em coluna de Al_2O_3 -HF separa o elemento traço e não a matriz, o que constitui uma simplificação analítica. A técnica é bastante simples e demonstrou ser eficiente, principalmente em relação à alta retenção e recuperação dos elementos das terras raras.

III.1.1 – Limitação do Método

A presença do ácido fluorídrico inicia a precipitação dos fluoretos, após 20-30 minutos da adição do HF, quando as terras raras se encontram em concentrações acima de 20 µg/ml nas soluções de nitrato de urânio contendo 100-200 g U_3O_8 /l. O mesmo fato se verifica com o tório. Mas mesmo nestas condições a precipitação dos fluoretos das terras raras não é completa. Para baixas concentrações de terras raras no urânio praticamente não há limitação do método, bastando percolar um volume suficientemente grande de solução para reter a massa desejada de lantanídeos.

III.2 – O Método Espectrográfico

A determinação das terras raras foi feita em matriz de óxido de lantânio, usado como coletor. A determinação de lantânio, quando necessária, pode ser feita em matriz de óxido de tório. A escolha do lantânio, usado como coletor das outras terras raras, preferencialmente ao tório, se deve ao fato de que foram conseguidas melhores sensibilidades quando da utilização daquele primeiro elemento.

O tório também se encontra presente nos compostos de urânio e pode constituir uma fonte de interferência sobre os espectros dos elementos das terras raras. Deve-se lembrar que o método cromatográfico empregado separa tanto as terras raras como o tório. Todavia, o emprego da técnica de combustão total permite certa variação da composição da amostra sem que ocorram grandes variações da precisão e da exatidão da análise. Além disso, as linhas analíticas das terras raras foram cuidadosamente selecionadas, eliminando, em grande parte, possíveis interferências do espectro de tório.

III.3 – Precisão e Exatidão

Quando expressamos a precisão (reprodutibilidade) de um método químico, os cálculos estatísticos se baseiam na suposição de que as observações feitas obedecem uma distribuição normal. Para fins práticos uma precisão é considerada boa quando apresenta um coeficiente de variação de 15-20% ou menos. Todavia, quando se trabalha em concentrações muito baixas é importante lembrar que um erro de até 100% pode ser admissível, dependendo da finalidade da análise.

A Tabela II apresenta os coeficientes de variação para os diversos elementos das terras raras, pela aplicação do método estudado. Apenas o Ce, o Nd e o Sm apresentaram coeficientes de variação mais elevados. Observe-se que os cálculos de precisão se referem a amostras preparadas segundo o procedimento de separação proposto, de maneira idêntica à uma amostra qualquer a ser analisada.

Embora não tenha sido possível determinar a exatidão das análises por comparação dos resultados com outros métodos, os dados apresentados na Tabela II indicam uma boa recuperação das terras raras.

II.4 -- Aplicação do Método

O presente método tem sido aplicado na determinação dos elementos lantanídicos, principalmente em amostras de diuranatos de amônio e UO_2 provenientes da Usina Piloto de Purificação de Urânio (CEQ-IPEN) e do Centro de Metalurgia Nuclear (CMN-IPEN), respectivamente. A aplicação do método se estende aos compostos de urânio que podem ser transformados em U_3O_8 ou nitrato de urânio, como UO_3 , UO_2 , nitrato de urânio, etc.

Os limites de determinação, conseguidos pela aplicação da técnica espectrográfica proposta e correlacionados com a manipulação de 100 g U, satisfazem às exigências para o controle analítico de terras raras em compostos de urânio de pureza nuclear.

ABSTRACT

A method is presented for the determination of fourteen rare earth elements in high-purity uranium compounds by emission spectrography. The rare earths are chromatographically separated from uranium by using alumina-hydrofluoric acid. Lanthanum is used both as collector and internal standard. The technique of excitation involves a total consumption of the sample in a 17 ampere direct current arc. The range of determination is about 0.005 to 0.5 $\mu\text{g/g}$ uranium. The coefficient of variation for Pr, Ho, Dy, Er, Tm, Lu, Gd and Tb amounts to 10%.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

1. ABRÃO, A. *Chromatographic separation and concentration of thorium and rare earths from uranium using alumina-hydrofluoric acid. Preparation of carrier-free radio-thorium and contribution to the fission rare earths.* São Paulo, Instituto de Energia Atômica, jun. 1970. (IEA-Pub-217).
2. ATWELL, M. G.; PEPPER, C. E.; STUNKENBROEKER, G. L. *Analysis of rare earths in uranium materials.* In: SIMMONS, J. W., editor. *Summary technical report for the period October 1, 1955 to December 31, 1955.* Cincinnati, Ohio, National Lead Company of Ohio, 1956. (NLCO 601).

(*) As referências bibliográficas relativas a documentos localizados pelo IPEN foram revistas e enquadradas na NB 36 da ABNT.

3. ATWELL, M. G.; PEPPER, C. E.; STUNKENBROEKER, G. L. The determination of individual rare earths in product uranium. In: SUSANO, C. D.; HOUSE, H. P.; MARLER, M. A., editores. *Analytical chemistry in nuclear reactor technology: second conference. Gatlinburg, Tenn., September 29 October 1, 1958. Part 1. Specific applications of diverse methods of chemical analysis.* Oak Ridge National Lab., Apr. 1959. p.243-52. (TID 7568(Pt.1)).
4. AVNI, R. & BOUKOBZA, A. Direct method (cathode region) for the spectrochemical determination of rare earths in uranium, thorium and zirconium matrices. *Spectrochim. Acta*, 24B:515-31, 1969.
5. BIRKS, F. T.; WELDRICK, G. J.; THOMAS, A. M. The emission spectrographic determination of impurities in uranium-233 dioxide after pre-concentration of the rare earth elements by ion exchange. *Analyst (London)*, 89:36-41, 1964.
6. BLANK, G. R.; TWITTY, B. L.; DINGELDEIN, W. H. The chemical separation of rare earths from uranium -- a radioactive tracer evaluation. In: MARSHALL, S. *Summary technical report for the period October 1, 1964 to December 31, 1964.* Cincinnati, Ohio, National Lead Company of Ohio, Feb. 1965. p.5.1-5.9 (NLCO 940).
7. BRAIER, H. A. Separation of traces of rare earth in uranium by ionic exchange. Buenos Aires. Comisión Nacional de Energía Atómica, sem data. (A/CONF.15/P/1568 (Rev.1)) apud *Nucl. Sci. Abstr.*, 13:6378, 1959.
8. BRODY, J. K.; FARIS, J. P.; BUCHANAN, R. F. Ion exchange spectrographic method for determination of impurities in uranium and plutonium. *Analyt. Chem.*, 30:1909-12, 1958.
9. DRAGANIK, I. G.; DRAGANIK, Z. D.; DIZDAR, Z. I. On the use of ion exchangers for the determination of trace impurities in uranium. *Bull. Inst. Nuclear Sci. "Boris Kidrich" (Belgrado)*, 4:37-44, 1954 apud *Nucl. Sci. Abstr.*, 9:884, 1955.
10. EWING, R. A. & BEARSE, A. E. *Determination of rare earths in refined uranium.* Columbus, Ohio, Battelle Memorial Institute, 1953. (BMI-270).
1. FELDMAN, C. & ELLENBURG, J. Y. Certain rare earths in purified thorium and uranium preparations. Chemical isolation and spectrographic determination. *Analyt. Chem.*, 30:418-22, 1958.
2. FRITZ, J. S. & KENNEDY, D. C. Extraction chromatography of uranium with dioctyl sulphoxide. *Talanta*, 17:837-43, 1970.
3. GUEST, R. J. *The determination of total rare earths in high grade uranium products.* Mines Branch, Canada. Dept. of Mines and Technical Surveys, 1960 apud *Nucl. Sci. Abstr.*, 15:10837, 1961.
4. HIRT, R. C. & NACHTRIEB, N. H. Spectrographic determination of rare earth elements in uranium compounds. *Analyt. Chem.*, 20:1077-8, 1948.
5. JOSHI, B. D. & PATEL, B. M. *Chemical separations and spectrographic determination of trace amounts of rare earth elements in uranium.* Bombay, Bhabha Atomic Research Centre, 1970. (BARC-517).
6. KALLMANN, S.; OBERTHIN, H. K.; HIBBITS, J. O. Ion exchange separation and spectrographic determination of some rare earths in beryllium, uranium, zirconium, and titanium metals, alloys, and oxides. *Analyt. Chem.*, 32:1278-81, 1960.
7. KAMINSKI JR., E. E. *Anion exchange separations of metal ions in thiocyanate media.* sem local, editor, Oct. 1970 (US 1 177) apud *Nucl. Sci. Abstr.*, 25:4137, 1971.

18. KUMAR, DAS, A.; CHANDRA PAL, J.; BANERJEE, S. Separation of rare earths from other elements by selective cation exchange. *Analytica Chim. Acta*, 47:162-6, 1969.
19. LERNER, M. W. & PINTO, L. J. Separation of rare earths from beryllium, magnesium, zirconium, titanium, uranium, and stainless steel. *Analyt. Chem.*, 31:549-51, 1959.
20. NAKAZIMA, T.; TAKAHASHI, M.; KAWAGUCHI, H. Determination of rare earth elements in uranium compounds. *Nippon Kinzoku Gakkaishi*, 22:564-8, 1958 apud *Nucl. Sci. Abstr.*, 13:16848, 1959.
21. NATIONAL LEAD COMPANY OF OHIO. *Analytical Chemistry Manual of the Feed Materials Production Center*, v.2. Cincinnati, Ohio, Dec. 1964. (TID 7022 (v.2)).
22. PEPPER, C. E. *A review of spectrochemical emission methods and associated problems for the determination of impurities in nuclear grade uranium*. Cincinnati, Ohio, National Lead Company of Ohio, 1967. (NLCO-999).
23. RADWAN, Z.; STRZYZEWSKA, B.; MINCZEWSKI, J. Spectrographic determination of trace amounts of rare earths. II. Analysis of lanthanum, yttrium, europium, praseodymium, neodymium, and samarium by the carrier distillation method. *Appl. Spectrosc.*, 17:60-2, 1963.
24. ROCA, M. *Relatório interno. Junta de Energia Nuclear, División de Química Analítica, Sección de Espectroscopia*. Madrid, Junta de Energia Nuclear, sem data. (ES-0405/1-2).
25. SERIN, P. A. & FRANKLIN, R. *The determination of rare earths in uranium metal*. Risley, United Kingdom Atomic Energy Authority, 1959. (SCS-R-77).
26. SHORT, H. G. & DUTTON, W. L. Determination of rare earth elements and yttrium in uranium compounds. *Analyt. Chem.*, 20:1073-6, 1948.
27. SMITH, D. L. G. & SMITH, K. E. *The determination of rare earths in uranium dioxide*. Kent, England, U. K. Atomic Energy Authority, Research Group, Chemistry Division, 1960 apud *Nucl. Sci. Abstr.*, 15:1341, 1961.
28. STRZYZEWSKA, B.; RADWAN, Z.; MINCZEWSKI, J. Spectrographic determination of trace amounts of rare earths. III. Determination of all rare earth elements by the carrier distillation method. *Appl. Spectrosc.*, 20:236-40, 1966.
29. TENG, P. Microdetermination of rare earths in uranium compounds by a spectrographic method. *Yuan Tzu Neng*, (2):97-108, 1965 apud *Nucl. Sci. Abstr.*, 20:29129, 1966.
30. UNITED KINGDOM ATOMIC ENERGY AUTHORITY. *The spectrographic determination of rare earths in uranium metal*. Springfields, Lancs, England, 1958. (IGO-AM/S-126).
31. VOGEL, R. S.; DUBOWSKI, T. F.; NELMS, J. R.; SHELLER, A. L. *A spectrochemical method for the determination of individual rare earth elements in uranium ore concentrates and high-purity uranium compounds*. Weldon Spring, Mo., Mallinckrodt Chemical Works, 1960. (MCW-1498).
32. WOOD, D. F. & TURNER, M. The determination of traces of rare earths in zirconium and its alloys. *Analyst (London)*, 84:725, 1959.

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