

J. E. N. 246

Obtención de depósitos de uranio para  
fabricación de cámaras de fisión

por  
EMILIO ARTACHO SAVIRON

JUNTA DE ENERGIA NUCLEAR

MADRID, 1972

Toda correspondencia en relación con este trabajo debe dirigirse al Servicio de Documentación Biblioteca y Publicaciones, Junta de Energía Nuclear, Ciudad Universitaria, Madrid-3, ESPAÑA.

Las solicitudes de ejemplares deben dirigirse a este mismo Servicio.

Se autoriza la reproducción de los resúmenes analíticos que aparecen en esta publicación.

Este trabajo se ha recibido para su impresión en Julio de 1.972.

## 1. INTRODUCCION

Una cámara de fisión es un contador que trabaja en la zona de cámara de ionización y cuya finalidad es detectar neutrones para lo que se sirve de una película de material fisiónable depositada sobre uno ó los dos electrodos.

Uno de los problemas fundamentales que se presentan en la construcción de estas cámaras es la obtención de un depósito adecuado de materia fisiónable, ya que esto puede tener gran influencia en el correcto funcionamiento de los detectores.

Las propiedades principales que deben reunir estos depósitos son las siguientes:

- a. Gran adherencia.
- b. Buena homogeneidad.
- c. Espesor bien determinado.
- d. Ausencia de materias extrañas.

Téngase en cuenta sin embargo que estas exigencias no son tan rigurosas como en el caso de preparación de muestras para análisis isotópicos y otros usos delicados.

El primer problema que se presenta es la elección del procedimiento que se va a seguir.

Para la obtención de los depósitos se suelen utilizar corrientemente la pintura, la electrolisis, la evaporación al vacío y alguno especial como la pulverización catódica (Guery M. y Tachon J.; 1957).

Teniendo en cuenta las propiedades que debe tener el depósito se comprende sin más disgresión que el método elegido fuera del electroquímico y más aún si se considera que la electrodeposición del uranio ha sido extensamente estudiada, especialmente en su aspecto empírico y se obtienen muy buenos resultados con ella.

Dentro del método electroquímico existen varios procedimientos que se diferencian entre sí en la composición del baño (Gaeta R. y Manero F.; 1963).

Al principio se ensayó en medio fluorhídrico, procedimiento que en los laboratorios de la JEN ha dado muy buenos resultados, pero que en este caso, tal vez debido al espesor de uranio requerido o a la geometría, no dió buen resultado pasándose por ello al procedimiento del oxalato (Mc Auliffe C.A.; 1957) con el que los resultados han sido completamente satisfactorios y siendo por tanto éste el adoptado.

El depósito así obtenido se calcina posteriormente para transformarlo en  $U_3O_8$  y aumentar su adherencia. Por razones de pureza, interesa utilizar oxalato amónico pues si hay coprecipitación (Pierle C.A.; 1919) el amonio se elimina fácilmente al calentarlo, no sucediendo así con los cationes metálicos.

## 2. MECANISMO DE LA ELECTROLISIS

Aunque no es bien conocido, parece ser el siguiente: El ión uranilo forma con el oxalato un complejo catiónico y al realizarse la electrolisis el uranio hexavalente va al cátodo donde sufre una reducción a uranio pentavalente, que a su vez desproporciona dando hexavalente y tetravalente, formando este último con los iones oxalato un compuesto insoluble y estable como depósito sobre el cátodo.

Parece ser que el que el uranilo se encuentre formando complejos catiónicos favorece la adherencia de los depósitos así como también es fundamental para ello el que la velocidad de difusión del ión que insolubiliza al uranio (el oxalato) sea mayor que la de éste (Cohen B. y Hull D.E.).

## 3. TECNICA DE LA ELECTROLISIS

El procedimiento que se detalla a continuación es el adoptado como definitivo.

### 3.1. Características del electrodo a recubrir. Cátodo

Por exigencias de la cámara de fisión el electrodo tenía que ser un cilindro de 3 mm de diámetro y 30 mm de altura y recubierto con una capa de uranio de aproximadamente de 1 mg/cm<sup>2</sup> de espesor. En total son necesarios unos 3 mg de uranio.

El electrodo debe ser de níquel o monel que como se ha observado son los materiales que mejor se comportan.

### 3.2. Preparación de la superficie del electrodo

Solamente es necesario un pulido mecánico y un desengrasado, en tetracloruro de carbono, de unos 15 min de duración.

### 3.3. Composición y volumen del electrolito

Ha de tener un volumen total de 5 cm<sup>3</sup> de los cuales 4 cm<sup>3</sup> son de solución de oxalato amónico con una concentración de 26,625 g/l; y 1 cm<sup>3</sup> de solución de nitrato de uranilo de 6,4 g/l.

### 3.4. Célula electrolítica

El volumen total del baño y las dimensiones del cátodo condicionan el

tamaño y la forma de la célula. La solución adoptada se muestra en la fig. 1 (N° 1). Para su construcción se empleó el fondo de un tubo de ensayo.

### 3.5. Naturaleza y forma del ánodo

Se recomienda que el ánodo sea de platino, mejor aún de malla de platino y, como se muestra en la (fig. 1) (N° 2), se halla arrollado y apoyado en las paredes de la célula, rodeando así el cátodo que está en el centro.

### 3.6. Colocación del cátodo y agitación

El cátodo se halla sujeto por una pieza de acero inoxidable (fig. 1) (N° 3) a un motorcito (N° 4) cuyo giro produce la agitación del baño. Se debe ajustar a unos 500 revoluciones/min. ya que se ha observado es la agitación óptima.

### 3.7. Temperatura del baño

Debe ser de  $80 \pm 5$  °C lo que se consigue manteniendo la célula sumergida en un agua que debe estar aproximadamente a 10 °C por encima de la deseada en el electrolito. El controlar la temperatura exterior es debido a que por la angostura de la célula, agitación etc ... no se puede introducir un termómetro en el interior de la misma. Los 10 °C de diferencia se determinaron experimentalmente.

### 3.8. pH

El pH no tiene márgenes muy precisos pues puede variar entre 2 y 9 y suele emplearse el propio del electrolito.

### 3.9. Condiciones eléctricas

La densidad de corriente debe ser de 125 miliamperios/cm<sup>2</sup> y en este caso se debe mantener durante la electrolisis una intensidad de corriente de 375 mA., lo que se regula con la tensión que oscilará entre 3 y 4,5 V aproximadamente.

### 3.10. Duración de la electrolisis

Debe durar unos 50 min ya que transcurridos los cuales el agotamiento del uranio en la solución es prácticamente total.

### 3.11. Cuidados posteriores

Al terminar la electrolisis se debe sacar rapidamente el electrodo recubierto, pues si bien Mc Auliffe (loc. cit) no ha observado la redisolucion que se les producía a Cohen y Hull (loc. cit) al cortar el paso de corriente y dejar el depósito expuesto al baño, conviene por precaución hacerlo así.

Una vez extraído el electrodo se debe lavar con metanol.

### 3.12. Calcinación

Esta calcinación cuyo objeto, como ya dijimos es transformar el depósito en  $U_3O_8$ , debe realizarse a 425-525 °C durante 15 minutos.

## 4. EXPERIENCIAS REALIZADAS

Se realizaron experiencias con uranio natural y electrodos de acero inoxidable y monel. Con el primer material los resultados fueron negativos por lo que solo se relatarán los ensayos efectuados con el segundo.

Se verificaron una serie de electrolisis y por valoración del uranio que quedaba en el electrolito se determinó el rendimiento de las mismas. El análisis se efectuó por método espectrofotométrico y por contaje de partículas alfa en el residuo resultante de la evaporación a sequedad del electrolito, previa una calibración actividad-concentración.

En la solución vino a quedar por término medio una concentración de uranio del orden de 1 mg/l que en los 4 cm<sup>3</sup> del baño es de 5 microgramos, lo que da un rendimiento del 99,8% que es más que suficiente para el uso que se les destina.

Terminado el proceso los electrodos presentan un aspecto muy homogéneo, como si estuviesen pavonados, y la adherencia del depósito es francamente buena.

## 5. CONCLUSIONES

El método electroquímico en medio oxálico descrito en la sección 3, permite la obtención de depósitos de uranio muy adherentes, homogéneos y de espesor controlable desde el punto de vista de su empleo en construcción de cámaras de fisión. No se ensayó su comportamiento para otros usos más delicados que el mencionado.

El espesor de depósito obtenido es de  $1 \text{ mg/cm}^2$  y no se hicieron ensayos para tratar de aumentarlo por no ser necesario. De todas formas Groves y Froman, aseguran que con este procedimiento se puede llegar a  $2 \text{ mg/cm}^2$ .

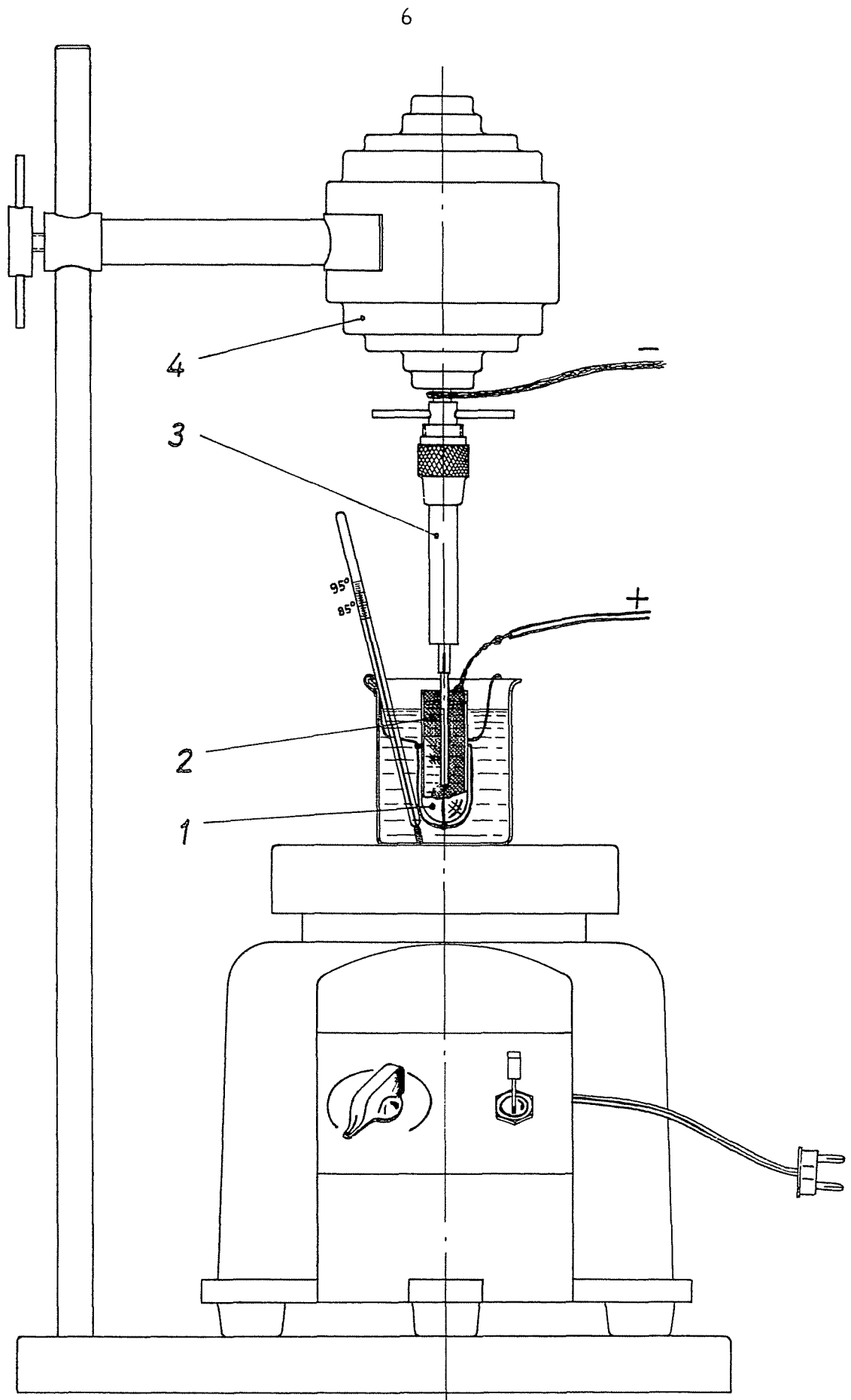


Fig. 1



BIBLIOGRAFIA

- Guery M. y Tachon J., "Etude de chambres a fission miniatures", (1957).
- Gaeta R. y Manero F., "Electrodeposición cuantitativa de uranio en medio fluohídrico", (1963).
- Mc Auliffe C.A., "Quantitative Electroplating of Uranium for Isotopic Analysis using Nickel and Monel as Base Metals", (1946).
- Pierle C.A., "The Electrochemistry of Uranium and the Single Potential of some Oxides of Uranium", J. Phys. Chem., 23, (1919) 517-533.
- Groves A. y Froman D., "Miscellaneous Physical and Chemical Techniques of the Los Alamos Project", Vol V-3.
- Cohen B. y Hull D.E., A-1235.



J. E. N. 246

Junta de Energía Nuclear, División de Física, Madrid.

"Obtención de depósitos de uranio para fabricación de cámaras de fisión".

ARTACHO SAVIRON, E. (1972) 7 pp. 1 figs. 6 refs.

La preparación de depósitos de uranio de buena calidad para cámaras de fisión de pequeño tamaño y forma cilíndrica presenta algunas dificultades. Se han obtenido depósitos con características satisfactorias de uniformidad, reproducibilidad y adherencia por el método de electrodeposición aquí descrito.

J. E. N. 246

Junta de Energía Nuclear, División de Física, Madrid.

"Obtención de depósitos de uranio para fabricación de cámaras de fisión".

ARTACHO SAVIRON, E. (1972) 7 pp. 1 figs. 6 refs.

La preparación de depósitos de uranio de buena calidad para cámaras de fisión de pequeño tamaño y forma cilíndrica presenta algunas dificultades. Se han obtenido depósitos con características satisfactorias de uniformidad, reproducibilidad y adherencia por el método de electrodeposición aquí descrito.

J. E. N. 246

Junta de Energía Nuclear, División de Física, Madrid.

"Obtención de depósitos de uranio para fabricación de cámaras de fisión".

ARTACHO SAVIRON, E. (1972) 7 pp. 1 figs. 6 refs.

La preparación de depósitos de uranio de buena calidad para cámaras de fisión de pequeño tamaño y forma cilíndrica presenta algunas dificultades. Se han obtenido depósitos con características satisfactorias de uniformidad, reproducibilidad y adherencia por el método de electrodeposición aquí descrito.

J. E. N. 246

Junta de Energía Nuclear, División de Física, Madrid.

"Obtención de depósitos de uranio para fabricación de cámaras de fisión".

ARTACHO SAVIRON, E. (1972) 7 pp. 1 figs. 6 refs.

La preparación de depósitos de uranio de buena calidad para cámaras de fisión de pequeño tamaño y forma cilíndrica presenta algunas dificultades. Se han obtenido depósitos con características satisfactorias de uniformidad, reproducibilidad y adherencia por el método de electrodeposición aquí descrito.



J. E. N. 246

Junta de Energía Nuclear, División de Física, Madrid.

"Uranium deposits obtention for fission chambers"

ARTACHO SAVIRON, L. (1972) 7 pp. 1 figs. 6 refs.

The obtention of uranium deposits of the required quality for small cylindrical fission chambers presents some difficulties. With the method of electroplating here described the uniformity, reproducibility and adherence of the obtained deposits were satisfactory.

J. E. N. 246

Junta de Energía Nuclear, División de Física, Madrid.

"Uranium deposits obtention for fission chambers"

ARTACHO SAVIRON, L. (1972) 7 pp. 1 figs. 6 refs.

The obtention of uranium deposits of the required quality for small cylindrical fission chambers presents some difficulties. With the method of electroplating here described the uniformity, reproducibility and adherence of the obtained deposits were satisfactory.

J. E. N. 246

Junta de Energía Nuclear, División de Física, Madrid.

"Uranium deposits obtention for fission chambers"

ARTACHO SAVIRON, L. (1972) 7 pp. 1 figs. 6 refs.

The obtention of uranium deposits of the required quality for small cylindrical fission chambers presents some difficulties. With the method of electroplating here described the uniformity, reproducibility and adherence of the obtained deposits were satisfactory.

J. E. N. 246

Junta de Energía Nuclear, División de Física, Madrid.

"Uranium deposits obtention for fission chambers"

ARTACHO SAVIRON, L. (1972) 7 pp. 1 figs. 6 refs.

The obtention of uranium deposits of the required quality for small cylindrical fission chambers presents some difficulties. With the method of electroplating here described the uniformity, reproducibility and adherence of the obtained deposits were satisfactory.

