



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2006 00080**

(22) Data de depozit: **13.02.2006**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.03.2011** BOPI nr. 3/2011

(41) Data publicării cererii:  
**30.08.2007** BOPI nr. 8/2007

(73) Titular:  
• **REGIA AUTONOMĂ PENTRU ACTIVITĂȚI  
NUCLEARE-SUCURSALA CERCETĂRI  
NUCLEARE PITEȘTI, STR. CÂMPULUI  
NR. 1, OP 1, CP 78, PITEȘTI-MIOVENI, AG,  
RO**

(72) Inventatori:  
• **CĂRLAN PAULA,**  
BD. NICOLAE BĂLCESCU NR. 3, BL. L5,  
SC. A, ET. 3, AP. 13, PITEȘTI, AG, RO;  
• **PĂRVU GABRIELA,**  
STR. DR. PANAIT IATROPOL NR. 18,  
SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
**WO 9613038 (A1)**

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A ȚINTELOR DE IRADIERE  
PENTRU PRODUCEREA DE Mo DE FISIUNE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a țintelor de iradiere pentru obținerea Mo de fisiune, constând în realizarea de depuneri succesive de UO<sub>2</sub>, folosind un electrolit cu pH acid, cuprinzând 0,4 M oxalat de amoniu, 0,4 M EDTA, 0,005 M sulfat de amoniu, 8 g/lazotat de uraniu și acid sulfuric adăugat până la

atingerea unui pH de 1,5, intercalate cu etape de tratament termic, în atmosferă de hidrogen și la o temperatură de 500°C.

Revendicări: 1  
Figuri: 4



# RO 123222 B1

1 Inventția se referă un procedeu de obținere a țintelor de iradiere pentru producerea  
Mo de fisiune, sub forma unor tuburi de inox cu dimensiunile de  $l = 30$  mm și  $d_j = 20$  mm,  
3 având la interior un strat de  $UO_2$  depus electrochimic, fig. 1.

Acest procedeu este cunoscut prin realizarea țintelor de iradiere de tip Chintichem -  
5 prin depunerea  $UO_2$  din electroliți oxalici, la pH neutru, în celulă electrolitică în care anodul  
este reprezentat de un fir de platină, iar catodul de tubul în interiorul căruia se face depune-  
7 rea, la densități de curent de aproximativ  $200$  mA/cm<sup>2</sup>.

Din descrierea cererii internaționale **WO 9613038**, care se referă la o țintă folosită  
9 pentru obținerea de Mo-99, este cunoscut procedeu de obținere a țintei care reprezintă  
obiectul invenției, acesta constând în electrodepunerea uraniului, folosind o baie conținând  
11  $0,042$  M azotat de uranil și  $0,125$  M oxalat de amoniu, și al cărei pH este ajustat la  $7,2$  cu  
hidroxid de amoniu, acesta desfășurându-se la  $0,9$  A,  $1,5$  volți și o temperatură situată în  
13 jurul valorii de  $93^\circ\text{C}$ .

Problema tehnică pe care își propune să o rezolve prezenta invenție constă în evita-  
15 rea fenomenul de hidroliză și de polimerizare a  $UO_2$ .

Soluția problemei tehnice anterior enunțate constă în realizarea de depuneri succe-  
17 sive de  $UO_2$ , folosind un electrolit cu pH acid, cuprinzând  $0,4$  M oxalat de amoniu,  $0,4$  M  
EDTA,  $0,005$  M sulfat de amoniu,  $8$  g/l azotat de uranil și acid sulfuric adăugat până la atin-  
19 gerea unui pH de  $1,5$ , intercalate cu etape de tratament termic în atmosferă de hidrogen și  
la o temperatură de  $500^\circ\text{C}$ .

21 Procedeu conform invenției asigură următoarele avantaje:

- 23 - prin adăugarea în compoziția electrolitului de EDTA (acid etilen diaminotraacetic)  
ca agent complexand al  $UO_2$ , se evită fenomenul de hidroliză și polimerizare a acestuia;
- 25 - creșterea cantității de  $UO_2$  depus în interiorul tuburilor metalice;
- 27 - împiedicarea degradării soluțiilor de electrolit prin folosirea EDTA ca agent com-  
plexant al  $UO_2$ ;
- 29 - pierderi minime de  $UO_2$ , atât datorită degradării soluțiilor de electrolit, cât și epuizării  
soluției, factor important în cazul lucrului cu soluții de uraniu îmbogățit;
- necesită reactivi simpli în limita unor consumuri scăzute.

Invenția va fi prezentată în continuare, în mod detaliat.

31 Procedeu conform invenției permite realizarea unui strat de  $UO_2$  mai compact, prin  
folosirea unui electrolit oxalic acid și mărirea cantității depuse de  $UO_2$  prin depuneri multiple,  
33 intercalate cu tratamente termice de consolidare, în atmosferă de hidrogen.

35 Instalația pentru depunerea electrochimică a oxidului de uraniu prin procedeu con-  
form invenției este compusă în principal din: sursă de alimentare cu curent continuu, agitator  
magnetic și cuvă de depunere electrochimică. În cuvă se află un dispozitiv de așezare a  
37 catodului (tubul metalic) din polietilenă. Dispozitivul este prevăzut cu două știfturi găurite prin  
care trece anodul (fir de platină cu  $d = 0,2$  mm).

39 După pregătirea tuburilor pentru depunere, acestea se montează în dispozitiv, se  
trece firul de platină prin centrul tubului și se fixează la capete. Soluția de electrolit are urmă-  
41 toarea compoziție:

- 43 - oxalat de amoniu . . . . .  $0,4$  M;
- sulfat de amoniu . . . . .  $0,4$  M;
- 45 - EDTA . . . . .  $0,005$  M;
- azotat de uranil . . . . .  $8$  g/l
- 47 - acid sulfuric . . . . . până la atingerea unui pH de  $1,5$ .

Se introduce dispozitivul cu tubul de depunere în soluția de electrolit și se conectează  
la sursa de curent continuu, tubul la catod, iar firul de platină la anod.

# RO 123222 B1

Intensitatea curentului se fixează astfel încât să se atingă o densitate de curent optimă, de aproximativ  $300 \text{ mA/cm}^2$ , fig. 2. Agitatorul magnetic se fixează la o turație de 500 rot/min. După depunere, tubul se spală cu apă distilată, se usucă și se supune unui tratament termic în atmosferă de hidrogen la o temperatură de  $500^\circ\text{C}$ . Procesul de depunere se reia.

Grosimea stratului de  $\text{UO}_2$  depus, la o densitate de curent de  $300 \text{ mA/cm}^2$ , determinată prin microscopie optică, este de aproximativ  $35 \mu\text{m}$ , fig. 3, rezultat care este în concordanță cu cel găsit prin dozarea fluorimetrică a ionului uraniu din soluția rezultată la dizolvarea stratului depus -  $5,3 \text{ m}_E\text{U}$ . Densitatea stratului de  $\text{UO}_2$  depus este de  $5,5 \text{ g/cm}^3$ , ceea ce asigură o rezistență suficientă procesării în continuare.

Pentru aceste determinări se consideră o eroare de  $\pm 5\%$ , în ceea ce privește cantitatea de uraniu depusă, datorită oxizilor superiori rezultați uneori la depunere (apar culori de la galben deschis, verde oliv, roșu, brun). După tratamentul termic în hidrogen, culoarea depunerilor este gri închis - negru, specifică  $\text{UO}_2$ . Pentru tuburile cu depuneri multiple de oxid, creșterea cantității depuse este prezentată în fig. 4. La prima depunere s-au realizat  $5,1 \text{ m}_E\text{U}$ , la depunerile 2 și 3, cantitatea de  $\text{UO}_2$  scade la  $2,1$  și, respectiv,  $1 \text{ m}_E\text{U}$ . În final, după trei etape de depunere, pe tub se regăsesc  $8,1 \text{ mEU}$ , adică aproximativ  $26 \text{ mg/cm}^2$ .

Cantitatea de uraniu care rămâne în soluție, determinată prin dozare fluorimetrică, este de  $300 \text{ mg/l}$ .

# RO 123222 B1

1

## Revendicare

3

Procedeu de obținere a țintelor de iradiere pentru producerea Mo de fisiune, sub forma unor tuburi de inox având un strat interior de  $UO_2$  depus electrochimic, **caracterizat prin aceea că** se realizează depuneri succesive de  $UO_2$ , folosind un electrolit cu  $pH$  acid, cuprinzând 0,4 M oxalat de amoniu, 0,4 M EDTA, 0,005 M sulfat de amoniu, 8 g/l azotat de uranil și acid sulfuric adăugat până la atingerea unui  $pH$  de 1,5, intercalate cu etape de tratament termic în atmosferă de hidrogen și la o temperatură de  $500^\circ C$ .

5

7

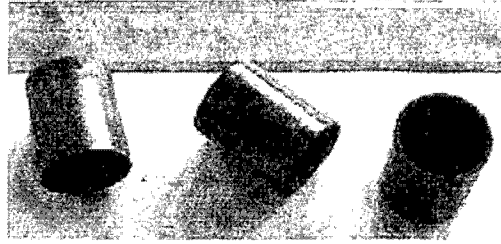


Fig. 1

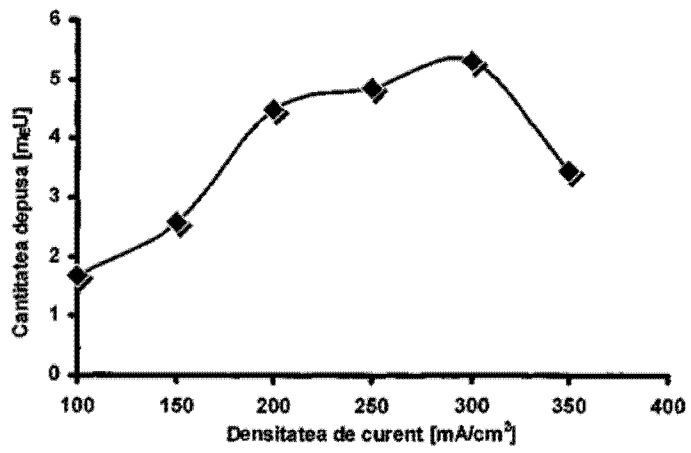


Fig. 2

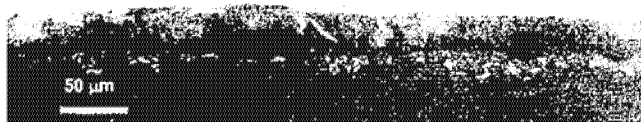


Fig. 3

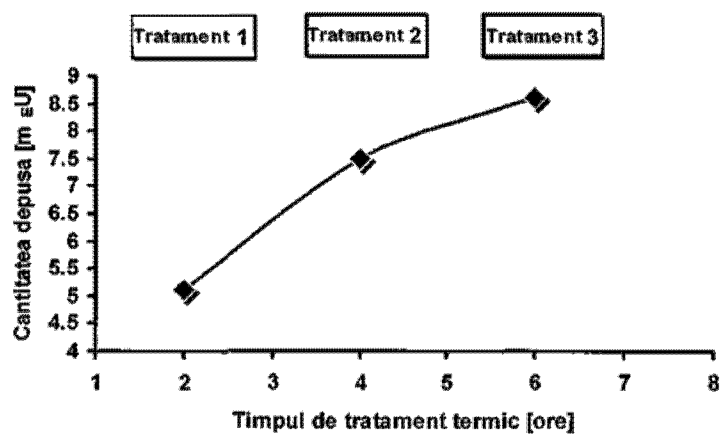


Fig. 4

