

COMMISSARIAT A
L'ÉNERGIE ATOMIQUE

**UTILISATION D'UNE COLONNE
ECHANGEUSE D'IONS A LIT MOBILE
POUR LA PURIFICATION DU PLUTONIUM**

par

Jean SABATIER

Rapport C E A -R 2773

CEA-R 2773 - SABATIER Jean

UTILISATION D'UNE COLONNE ECHANGEUSE D'IONS A LIT MOBILE POUR LA PURIFICATION DU PLUTONIUM

Sommaire. - Dès que l'on désire purifier sur résine échangeuse d'ions des quantités importantes de matières fissiles, le lit fixe devient difficilement exploitable par suite des dimensions maximum possibles. Le lit mobile permet une production continue pouvant s'intégrer facilement par sa capacité de traitement dans une chaîne de purification. L'installation décrite dans ce rapport est dérivée d'un prototype américain destiné à la séparation de l'uranium. De nombreuses modifications en font un ensemble utilisable pour la purification du plutonium ; plusieurs colonnes vont fonctionner prochainement dans divers Centres français.

La colonne à lit mobile, de diamètre 25 mm, a d'abord été essayée avec le mélange uranium-thorium ; puis, après modifications, sur le mélange plutonium-uranium. La capacité de production sera fonction de la concentration en plutonium admissible dans les effluents. On peut traiter 150 g/jour de plutonium seul ; les effluents obtenus ont une concentration voisine de 1 mg/l.

. / .

CEA-R 2773 - SABATIER Jean

USE OF A MOVING-BED ION-EXCHANGE COLUMN FOR PLUTONIUM PURIFICATION

Summary. - When large amounts of fissile matter have to be purified on ion exchange resins, it is difficult to use a fixed bed because of its limiting maximum size. With a moving bed it is possible to assure a continuous production which can easily be integrated into a purification line on account of its large production capacity. The installation described in this report is derived from an American prototype designed for uranium separation. As a result of many modifications, it is suitable for the purification of plutonium several such columns will shortly be operating in various French centres.

The moving bed column, which has a diameter of 25 mm, was first tried with the uranium-thorium mixture ; then, after modifications on the plutonium-uranium mixture. The production capacity will depend on the plutonium concentration which can be tolerated in the effluents. It is possible to treat 150 gm/day of plutonium alone ; the effluents obtained have a concentration of around of 1 mg/l.

. / .

La séparation plutonium-uranium est améliorée par un lavage à acidité 5 N ainsi que par une élévation de la température. Le facteur de décontamination est passé de 14 en milieu acide nitrique 7 N à 115 en milieu acide nitrique 5 N. Une élévation de température d'une vingtaine de degrés permet d'obtenir un facteur de décontamination supérieur à 500. Ce résultat est suffisant pour envisager des installations futures pouvant fonctionner dans des conditions optima de température, c'est-à-dire 60-65 °C.

1965

23 p.

Commissariat à l'Energie Atomique - France

The plutonium-uranium separation is improved by a 5 N acidic rinsing as well as by a temperature increase. The decontamination factor increased from 14 in 7 N nitric acid solution to 115 in 5 N nitric acid solution. A temperature increase of about 20 °C leads to a decontamination factor of over 500. This result is sufficient encouraging for the possibility of future installations operating in optimum temperature conditions, i.e. 60-65 °C, to be considered.

1965

23p.

Commissariat à l'Energie Atomique - France

Les rapports du COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE sont, à partir du n° 2200, en vente à la Documentation Française, Secrétariat Général du Gouvernement, Direction de la Documentation, 16, rue Lord Byron, PARIS VIIIème.

The C.E.A. reports starting with n° 2200 are available at the Documentation Française, Secrétariat Général du Gouvernement, Direction de la Documentation, 16, rue Lord Byron, PARIS VIIIème.

- Rapport CEA-R 2773 -

Département de Chimie

UTILISATION D'UNE COLONNE ECHANGEUSE D'IONS
A LIT MOBILE
POUR LA PURIFICATION DU PLUTONIUM

par

Jean SABATIER

- Mars 1965 -

UTILISATION D'UNE COLONNE ECHANGEUSE D'IONS A LIT MOBILE POUR LA PURIFICATION DU PLUTONIUM

I - INTRODUCTION

L'échange d'ions en lit fixe présente, en plus d'une discontinuité toujours gênante industriellement, une production relativement faible dès que l'on envisage de traiter certaines matières fissiles, par suite des impératifs de criticité. Pour une colonne en lit fixe, on admet un rapport : hauteur de la colonne/diamètre voisin de 10 ; le diamètre ne pouvant dépasser 11 cm par suite des normes de criticité, on arrive à une production maximale de 250 grammes de plutonium par cycle. La durée d'un cycle est variable suivant la solution à traiter, mais ne peut guère être inférieure à 12 ou 15 heures.

Donc, dans les meilleures conditions de travail, une colonne en lit fixe ne peut pas produire plus de 250 grammes de plutonium par jour. Cette production est faible, le seul remède pour obtenir une production plus importante est de multiplier le nombre de colonnes. On se heurte alors à l'encombrement et au coût élevé des installations.

C'est pour répondre à des impératifs de production que les études de colonne à lit mobile ont été poussées ces dernières années. Les avantages que l'on peut en espérer sont d'ordre divers :

- Production suffisante étant donné les dimensions critiques admissibles
- production continue et régulière
- facilité de contrôle
- surface au sol faible
- entretien réduit.

Différents systèmes ont été essayés [1], soit en lit tassé, soit en lit fluidisé, soit en lit agité mécaniquement. Les seuls systèmes donnant des résultats acceptables sont les procédés qui utilisent la résine en lit tassé. La hauteur équivalente à un plateau théorique est alors minimum et augmente dans de grandes proportions quand le lit devient partiellement fluidisé. Actuellement, on peut dire que les systèmes peu mécanisés ne sont pas compatibles avec un fonctionnement en lit tassé. Il faut donc admettre un minimum de mécanisation que l'on tentera de rendre le plus robuste et le plus simple possible afin d'éviter les interventions délicates en boîtes à gants.

Nous avons fait réaliser un prototype par la Chemical Separation Corporation (HIGGINS) [2], de diamètre 25 mm, afin d'effectuer des essais inactifs, d'abord avec du thorium, puis séparation uranium-thorium. Les points qui nous intéressaient particulièrement, en dehors du fonctionnement mécanique, étaient :

- la capacité de production
- les pertes dans les effluents
- et accessoirement, le facteur de concentration de l'éluat.

On peut compter, pour une telle installation, sur une capacité de production de 130 g de thorium par jour avec des pertes dans les effluents ne dépassant pas 2 mg/l.

La séparation uranium-thorium a été médiocre (facteur de décontamination : 3) mais le système chimique est beaucoup moins favorable que dans le cas de la séparation plutonium-uranium.

Les résultats chimiques et le comportement mécanique de l'ensemble ont paru suffisamment encourageants pour décider l'application de ce procédé au système plutonium-uranium. Ces résultats ont permis de modifier certaines dimensions de la colonne en fonction des données chimiques du plutonium : coefficient de distribution, cinétique d'échange.

II - DESCRIPTION et FONCTIONNEMENT

II-1 - Principe

La colonne a la forme d'un U dont les extrémités sont reliées par un tube incliné (fig. 1) de sorte que la résine forme une boucle presque complète. Des vannes situées le long des branches forment autant de compartiments que l'on en désire. Dans chaque compartiment, on fait circuler un ou plusieurs liquides.

La circulation de la résine s'effectue en ouvrant les vannes situées sur les branches verticales ; le tube de communication étant fermé, on fait arriver de l'air comprimé à une extrémité, la résine se déplace vers l'autre branche qui se trouve à la pression atmosphérique. Suivant la pression et la durée de la pulsation, le volume de résine transporté est plus ou moins grand. On a intérêt à obtenir des pulsations régulières et de faible volume.

II-2 - Impératifs liés au traitement du plutonium

L'installation initiale avait été conçue et essayée en vue de la purification de l'uranium. En plus de l'adaptation nécessaire pour fonctionner en boîte à gants, certains résultats obtenus avec des colonnes à lit fixe devaient pouvoir être réalisés ici.

Il fallait limiter au maximum la fuite de plutonium dans les effluents. Cette perte ne devait pas dépasser 5 mg/l. Des pertes supérieures entraînent des concentrations par évaporation et des recyclages, opérations inacceptables, toujours très longues. Dans le cas où l'élution serait incomplète et pour éviter que le plutonium désorbé dans le liquide interstitiel ne vienne augmenter la concentration dans les effluents, un compartiment supplémentaire a été ajouté qui a pour rôle de remettre en milieu nitrique 7 N la résine éluee, c'est-à-dire de fixer le plutonium encore contenu dans la résine.

Parallèlement, il était important de réduire les effluents de fonctionnement produits par la pulsation propre de la résine.

L'éluat devait également sortir à une concentration ne nécessitant pas d'évaporation ultérieure, notamment pour son emploi lors de la précipitation à l'acide oxalique. On voulait également pouvoir traiter des solutions de plutonium en milieux variables (nitrique, chlorhydrique) ; aussi, seule une construction entièrement en verre et plastique pouvait répondre à ces conditions.

Pour faciliter l'entretien, tous les organes mécaniques ont été rejetés à l'extérieur, la commande se faisant par des passages étanches.

II-3 - Modification du schéma initial

Ces modifications ont été dictées par des considérations chimiques et technologiques (fig. 2)..

a) Schéma général

En plus de la création d'un compartiment supplémentaire ayant pour but la mise en milieu de la résine avant fixation (voir paragraphe précédent), les différents volumes des compartiments ont été remaniés en fonction des cinétiques, des coefficients de distribution du plutonium et des impératifs exigés :

Volume des compartiments

	essais thorium état initial	essais plutonium après transformation
Fixation	900	1000
Lavage	785	400
Remise en milieu	n'existe pas	250 ml
Elution	975 ml	750 ml

Le but essentiel étant d'éviter les pertes dans les effluents, le compartiment fixation a été augmenté et l'on a créé le compartiment de remise en milieu aux dépens du lavage, car l'on pourrait croire, d'après les coefficients de distribution, que la séparation uranium-plutonium se ferait dans un volume nettement plus réduit que dans le cas uranium-thorium. Nous avons la possibilité de modifier la longueur réservée au lavage, par injection de la fixation à un niveau supérieur, mais des conditions technologiques nous ont empêchés de nous rendre compte de l'influence de la variation de longueur du compartiment lavage.

Pour éviter la production d'effluents supplémentaires à la remise en milieu, nous avons utilisé ces effluents comme acide de lavage. Il suffit d'augmenter légèrement l'acidité

(0,5 N environ) à l'entrée du compartiment remise en milieu et d'homogénéiser dans une petite cuve. Après une pulsation, le liquide interstitiel est de l'acide 0,5 N et il se trouve déplacé par le liquide de remise en milieu sans se mélanger.

b) Mode de pulsation

Dans l'installation initiale, la pulsation se faisant à l'aide d'une pompe à engrenages qui envoyait de l'eau sous pression. Ce procédé avait l'inconvénient de provoquer, d'une part des pulsations irrégulières et d'autre part un volume d'effluents supplémentaires plus ou moins contaminés, correspondant au liquide introduit dans la colonne. Nous avons adopté une pulsation par air comprimé qui supprime ces deux inconvénients. Une électrode basse coupe automatiquement l'arrivée d'air et permet des pulsations plus courtes et régulières. L'électrode est réglable en hauteur.

c) Injecteurs

Les injecteurs et les collecteurs de solution ont été modifiés afin de pouvoir résister au milieu chlorhydrique. Initialement, ils étaient confectionnés en tôle perforée d'acier inoxydable, à trous triangulaires afin d'éviter le colmatage. Nous avons réalisé des injecteurs et collecteurs semblables soit en tantale, soit en tissu de chlorure de vinyle. Ce dernier matériau, plus facile à usiner, donne satisfaction à condition que les collecteurs soient de dimensions plus importantes afin de réduire la perte de charge.

d) Concentration de l'éluat

Examinons ce qui se passe au niveau inférieur de la colonne d'élution immédiatement après une pulsation (fig. 3) :

La vanne 1 est ouverte pour laisser passer une certaine quantité de résine et de liquide interstitiel ; de plus, un certain glissement du liquide par rapport à la résine est inévitable ; le front d'élution se trouve donc repoussé. Si l'on retarde la fermeture de la vanne 1, la vanne 2 restant toujours fermée, l'éluant va repousser le liquide interstitiel vers la colonne de lavage. Même si une certaine quantité de plutonium est ainsi chassée, elle se fixe en présence de l'acide du lavage. Après un certain temps, déterminé en fonction des volumes de liquide interstitiel et d'éluant, on ferme la vanne 1 et on ouvre la vanne 2. On recueille ainsi le front d'élution à la concentration maximale.

Le dispositif primitif de régulation était basé sur la différence de conductibilité entre la solution de lavage et le front d'élution. Ce dispositif n'était pas applicable dans le cas de travail en milieux acides concentrés.

Nous avons choisi de retarder le fonctionnement de ces vannes par des relais à retard réglable. Ce dispositif nous donne toute satisfaction. Il n'a pu être utilisé assez longtemps et avec des débits réguliers pour nous permettre d'effectuer un réglage parfait et de nous rendre compte du facteur de concentration maximum possible ; Il a l'avantage d'obtenir un éluat moins acide.

II-4 - Description

La colonne proprement dite est en verre pyrex, de 25 mm de diamètre ; elle mesure hors tout 4,50 m ; l'écartement entre axes est de 33 centimètres.

Tout le reste des circuits est en chlorure de polyvinyle rigide, y compris les 5 vannes formant les compartiments étanches qui sont du type vanne à bille. Ces vannes ont fonctionné pendant plus de six mois et nous ont donné entière satisfaction. Après démontage, seule la bille présente de légères rayures. Cependant, l'étanchéité reste bonne à l'intérieur et parfaite extérieurement. La commande des vannes est pneumatique. L'ensemble vérin et électro-vanne est extérieur à la boîte à gants afin d'éviter la corrosion ; un passage étanche à joints Paulstra assure la transmission du mouvement.

La pulsation est commandée par une électro-vanne à deux voies. Un manomètre permet de régler la pression d'air de 0 à 5 kg (limite de résistance des tubes de verre). Il faut noter qu'avec un lit de résine homogène, sans bulle d'air, on obtient des pulsations régulières avec une pression inférieure à 1 kg. Dans des colonnes de diamètre supérieur, cette pression sera encore plus faible par suite de frottements relativement moins importants. La pulsation est réglée en premier lieu par une minuterie qui fixe un temps maximum pour que le déplacement s'effectue et ensuite par l'électrode de niveau bas qui coupe l'arrivée d'air et met en communication avec l'atmosphère, dès que l'électrode est découverte. Ce dispositif a été nécessaire, car le déplacement de la résine s'effectue souvent avec un retard plus ou moins grand et si on ne coupait pas la pression après un certain déplacement, le volume de résine transitée serait très variable.

Le volume de résine déplacé est de 40 à 60 ml, soit une hauteur de 8 à 12 cm ; il est très régulier si la colonne est homogène. Il est probable qu'avec une colonne de diamètre supérieur, la hauteur de résine déplacée pourra être plus faible, car les frottements seront proportionnellement moins élevés. S'il se produisait de légères fuites de liquide au cours des pulsations, le niveau aurait tendance à baisser et les pulsations dimineraient d'amplitude, puis cesseraient. Pour remédier à cet inconvénient, le côté gauche de la colonne se termine par un réservoir muni d'une arrivée d'eau de ville. Le niveau est régulé par des électrodes qui maintiennent une hauteur minimum ; un trop plein assure une sécurité en cas contraire.

Les liquides circulent par pompes. Des difficultés dans le choix des pompes ont retardé les premiers essais. En effet, il faut vaincre une contre-pression due aux pertes de charge des canalisations, à l'amortisseur hydropneumatique et surtout à la colonne de résine et aux injecteurs plus ou moins colmatés. Ceci représente au total une pression de 3 à 5 bars.

Pour éviter de stocker un volume important de solution de plutonium à acidité correcte pour la fixation, nous avons réalisé un ajustage continu par addition d'acide nitrique 13 N, juste avant l'entrée dans la colonne. Ce dispositif permet de diminuer la capacité des réservoirs actifs. Le débit de chaque fluide est contrôlé par rotamètre.

Les pompes d'alimentation en plutonium et en acide nitrique 13 N sont du type tête à distance. Les pompes de lavage-remise en milieu et éluant sont situées à l'extérieur. Sur chaque circuit, un amortisseur hydropneumatique régule le débit et permet une lecture correcte sur le rotamètre.

Nous avons conservé la possibilité de classifier la résine par élutriation. Celle-ci se fait directement à l'eau de ville ; le débit est contrôlé par rotamètre. L'arrivée de liquide se fait juste après l'élution de la résine. Dans ce cas, il est nécessaire de baisser l'électrode de pulsation jusqu'à un niveau un peu inférieur à la vanne de sortie 3 (fig. 2) qui doit alors être ouverte. Les fines se décantent dans un récipient de 2 litres. Il faut noter que cette opération s'effectue sans surveillance ; elle est recommandée seulement après plusieurs jours complets de marche.

Au départ, il n'avait pas été envisagé d'effectuer des opérations à chaud, mais des résultats extrêmement intéressants [3][4] nous ont conduits à essayer, dans des conditions peu favorables, de voir l'influence d'une élévation de température. On s'est contenté de réchauffer l'acide nitrique de remise en milieu-lavage par un tube radiant situé avant la pompe (les tubes radiants ne résistent pas à la pression). A cause de la complexité et de la longueur des circuits, la chute de température est importante. D'autre part, l'emploi de chlorure de polyvinyle n'autorise pas des températures supérieures à 70°C. La colonne n'étant pas calorifugée, la température d'entrée de l'acide nitrique était de 48°C, et à la sortie des effluents atteignait 38°C. Cependant, les résultats ont été suffisamment significatifs pour envisager le fonctionnement à chaud des prochaines installations. Aucune bulle n'est apparue sur la colonne lors des essais en température.

III - RESULTATS ET DISCUSSION

Avant chaque essai il est nécessaire que chaque compartiment soit à l'acidité correcte afin que la fixation s'effectue normalement dès le départ.

Pendant une heure environ, on fait circuler de l'acide nitrique 7 N dans les compartiments de remise en milieu, lavage et fixation et de l'acide nitrique 0,5 N dans le compartiment d'élution. Il n'est pas nécessaire de faire circuler la résine durant ce temps.

Le temps de mise en équilibre est fonction de la vitesse de rotation de la résine. Pour obtenir de bonnes séparations, il est nécessaire de saturer la résine au maximum. C'est ce facteur qui nous a conduits à un débit résine d'environ 5 ml/min et un temps d'équilibre de 6 heures. Supposons que l'on se fixe une concentration maximale de plutonium dans les effluents, ce qui revient à déterminer la position du front de fixation, elle se trouve influencée par :

- le débit résine : la résine vierge aura tendance à le faire rétrograder,
- la cinétique de fixation, qui dépend elle-même de la cinétique propre de l'ion vis-à-vis de la résine (grosseur de l'ion solvaté, porosité de la résine, etc...), mais surtout du temps de contact entre solution et résine. Ce temps de contact est ici fonction du volume de lavage qui se trouve mélangé au volume de fixation et contribue à une dilution importante. La capacité de production

doit donc se définir en fonction

- de la concentration admise dans les effluents,
- du volume fixation + lavage.

III-1 - Fixation du plutonium seul

Conditions de l'essai

Résine : permutite SK 20-50 mesh

Débit résine : 5 ml/mn, soit une pulsation de 60 ml/12 mn

Fixation : Pu 2 g/l, acidité 2, 3 N HNO_3 , débit 3,2 l/h
soit un débit masse par cm^2 de colonne de 1,3 g/h

Lavage : acidité HNO_3 7N, débit 2,2 l.h

Eluant : " HNO_3 0,5 N, débit environ 1 l/h

Eluat : Pu 6,8 g/l, soit un facteur de concentration de
3 par rapport à la fixation (sans utiliser le
système de vannes retardées exposé page 8

Ajustage continu par HNO_3 13 N, débit 1,5 l/h

Effluents : Pu 1 mg/l, acidité HNO_3 7 N.

Dans ces conditions, la production escomptée est de
150 grammes de plutonium par 24 heures.

III-2 - Séparation uranium-plutonium

III-21 - En milieu nitrique 7 N

Conditions d'essai :

Résine : permutite SK 20-50 mesh - débit 5 ml/mn,
soit une pulsation de 60 ml toutes les 12 mn.

Fixation : Pu 7,1 g/l)
 U 22,8 g/l { acidité HNO_3 5 N, débit 0,7 l/h
 soit un débit masse par cm^2 de colonne de 1 g/h en
 Pu et 3 g/h en U

Lavage : acidité HNO_3 7 N, débit 7 à 8 l/h

Eluant : " HNO_3 0,5 N, " 0,64 l/h

Eluat : Pu 6,5 g/l, U 1,5 g/l

Effluents : Pu 4 mg/l, U 1,9 g/l

La séparation peut s'exprimer par le facteur de décontamination F_D

$$F_D = \frac{\frac{\text{Pu}}{\text{U}} \text{ éluat}}{\frac{\text{Pu}}{\text{U}} \text{ fixation}} \quad \text{soit } F_D = \frac{\frac{6,5}{1,5}}{\frac{7,1}{22,8}} = 14$$

Ce résultat est médiocre car il est obtenu avec un volume de lavage important. Il varie peu avec le volume de lavage et la longueur de son compartiment.

III-22 - En milieu nitrique de normalité inférieure à 7 N

A une acidité voisine de 5 N le coefficient de distribution du plutonium reste suffisamment élevé pour empêcher la colonne de fuir alors que celui de l'uranium tend vers une valeur très faible. Ceci nous conduit à laver avec de l'acide nitrique de normalité inférieure à 7 N.

Afin éviter les fuites en plutonium, il est possible d'injecter une fixation de normalité

nitrique élevée qui amènera le mélange fixation + lavage à une acidité voisine de 7 N. Ce phénomène a été difficilement mis en évidence car la pompe doseuse d'acide nitrique 13 N avait un débit trop faible.

Conditions de l'essai :

Résine : identique à l'essai précédent

Fixation : $\left. \begin{array}{l} \text{Pu } 6,1 \text{ g/l} \\ \text{U } 16 \text{ g/l} \end{array} \right\} \begin{array}{l} \text{acidité HNO}_3 \text{ 6 N, débit} \\ \text{0,8 l/h} \end{array}$

soit un rapport $\frac{\text{U}}{\text{Pu}} = 2,6$

Eluant : acidité HNO_3 0,5 N

Eluat : $\left. \begin{array}{l} \text{Pu } 3,7 \text{ g/l} \\ \text{U } 85 \text{ mg/l} \end{array} \right\} \text{ acidité HNO}_3 \text{ 1,7 N}$

Effluents : $\left. \begin{array}{l} \text{Pu } 13 \text{ mg/l} \\ \text{U } 1,5 \text{ g/l} \end{array} \right\} \text{ acidité HNO}_3 \text{ 5 N}$

Lavage : acidité HNO_3 4,8 N, débit 7 à 8 l/h

Ajustage : " HNO_3 13 N, " 0,6 l/h environ.

Dans ces conditions, le facteur de décontamination est de 115.

Par rapport à l'essai précédent, la teneur en uranium de l'éluat est passée de 1500 à 85 mg : ceci est dû à une élution partielle de l'uranium en milieu nitrique 4,8 N. Il est probable que l'on obtiendrait une séparation encore meilleure si le lavage se faisait à normalité encore plus faible, mais alors il faut une addition plus importante d'acide nitrique 13 N afin d'obtenir un effluent moyen de normalité voisine de 7 N.

La fuite de plutonium dans les effluents est due essentiellement à une acidité trop basse. Il aurait fallu pouvoir obtenir un débit supérieur d'acide nitrique 13 N servant à l'ajustage de la fixation. Dans ce cas, le compartiment fixation aurait été à une acidité correspondant à une fuite de plutonium comparable à l'essai précédent (4 mg/l).

Remarque : Cette possibilité de laver à basse normalité sans fuite de plutonium ne peut se faire que dans une installation d'échange d'ions à contre courant.

III-23 - Action d'une élévation de température

Des essais statiques de fixation en fonction de la température ont montré que le coefficient de distribution de l'uranium diminuait avec une élévation de température ; ce comportement rare permet de prévoir une amélioration notable de la séparation uranium-plutonium, le coefficient de distribution de ce dernier augmentant avec la température.

Bien que notre installation n'ait pas été prévue pour travailler à chaud, des résultats intéressants ont été obtenus en chauffant uniquement l'acide de lavage. Les pertes thermiques sont importantes et pratiquement on opère entre 48°, température à l'entrée du compartiment lavage et 38°, température à la sortie des effluents.

Conditions de l'essai :

Résine identique à l'essai précédent

Fixation : Pu 3,8 g/l }
 U 16 g/l } acidité HNO_3 2,7 N,
 débit 1 l/h

$$\text{Rapport } \frac{\text{U}}{\text{Pu}} = 4,2$$

Eluant : acidité HNO_3 0,5 N

Lavage : " HNO_3 5,5 N, débit 7 à 8 l/h

Eluat : Pu 5,6 g/l }
 U 40 mg/l } acidité HNO_3 2,9 N

Effluents : Pu 0,6 mg/l }
 U 1,7 g/l } acidité HNO_3 5,5 N

Ajustage : acidité HNO_3 13 N, débit 0,5 l/h

Le facteur de décontamination atteint 570.

On remarque que la concentration des effluents est très faible en plutonium ; ceci provient, d'une part d'une acidité supérieure à 5 N, et d'un débit masse en plutonium un peu plus faible que lors des essais précédents, d'autre part : 0,75 g/h et par cm^2 de colonne, soit une production de 90 grammes de plutonium par 24 heures.

III-3 - Critique des résultats - Application

Les résultats obtenus avec un ensemble destiné à fonctionner en continu ne sont valables que si l'on peut atteindre l'équilibre ; il faut, pour cela, au moins

une rotation complète de toute la résine, soit un temps voisin de 6 heures (pulsation de 50 ml environ toutes les 12 minutes). Etant donné la faible quantité de plutonium mis à la disposition de cette étude : 70 grammes, et compte tenu des volumes morts et de la quantité de plutonium retenu en cours de fonctionnement sur la colonne, l'équilibre ne pourrait pas être maintenu longtemps. Pour les mêmes raisons, nous n'avons pas pu effectuer des fixations à partir de solutions de plutonium très concentrées. De plus, le fonctionnement des pompes doseuses s'est révélé délicat parce que la perte de charge totale de la colonne étant variable, les débits se sont montrés irréguliers.

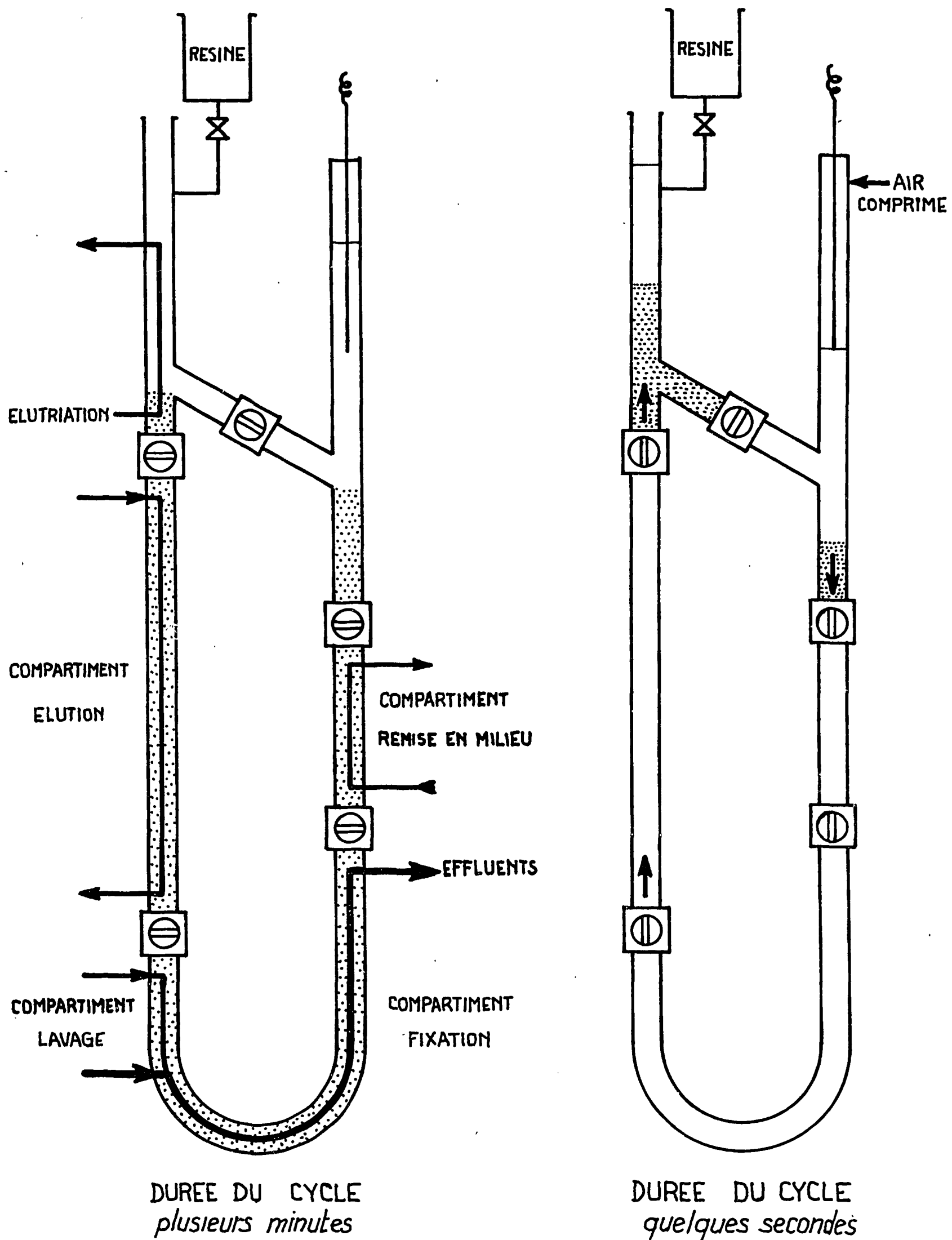
Pour remédier à cet inconvénient, tous les résultats ont été obtenus avec des échantillons moyens, représentant plusieurs heures de fonctionnement. Ils se sont révélés reproductibles et constituent un point de départ pour le calcul d'installations plus importantes. Chaque installation doit être estimée en fonction des mélanges à traiter, notamment de la quantité d'impuretés et des coefficients de distribution.

Manuscrit reçu le 15 février 1965.

IV - BIBLIOGRAPHIE

- 1 Plutonium ion exchange processes
 T.I.D., 1960, 7607
- 2 HIGGINS
 U.S. Patent
 1957, 2815 322
- 3 RYAN and WEEL WRIGHT
 The recovering, purification and concentration of
 plutonium by anion exchange in nitric acid
 HW 55893
- 4 OBERG and SWIFT
 Continuous anion exchange processing of plutonium
 HW - SA, 1961, 2290

Fig.1_ PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DE
LA COLONNE A LIT MOBILE



- Fig. 2 -

COLONNE ECHANGEUSE D'IONS A LIT MOBILE
schéma général

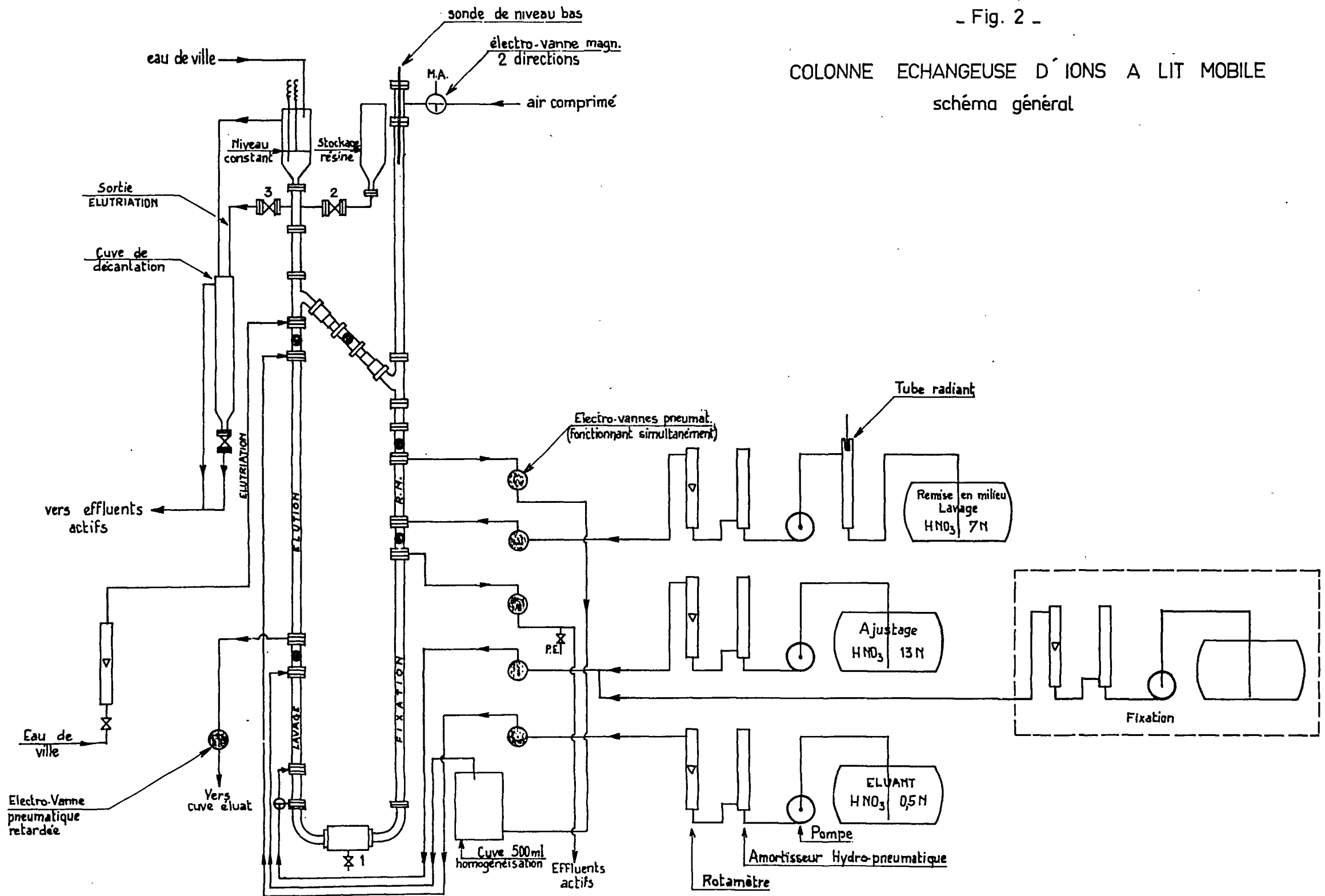
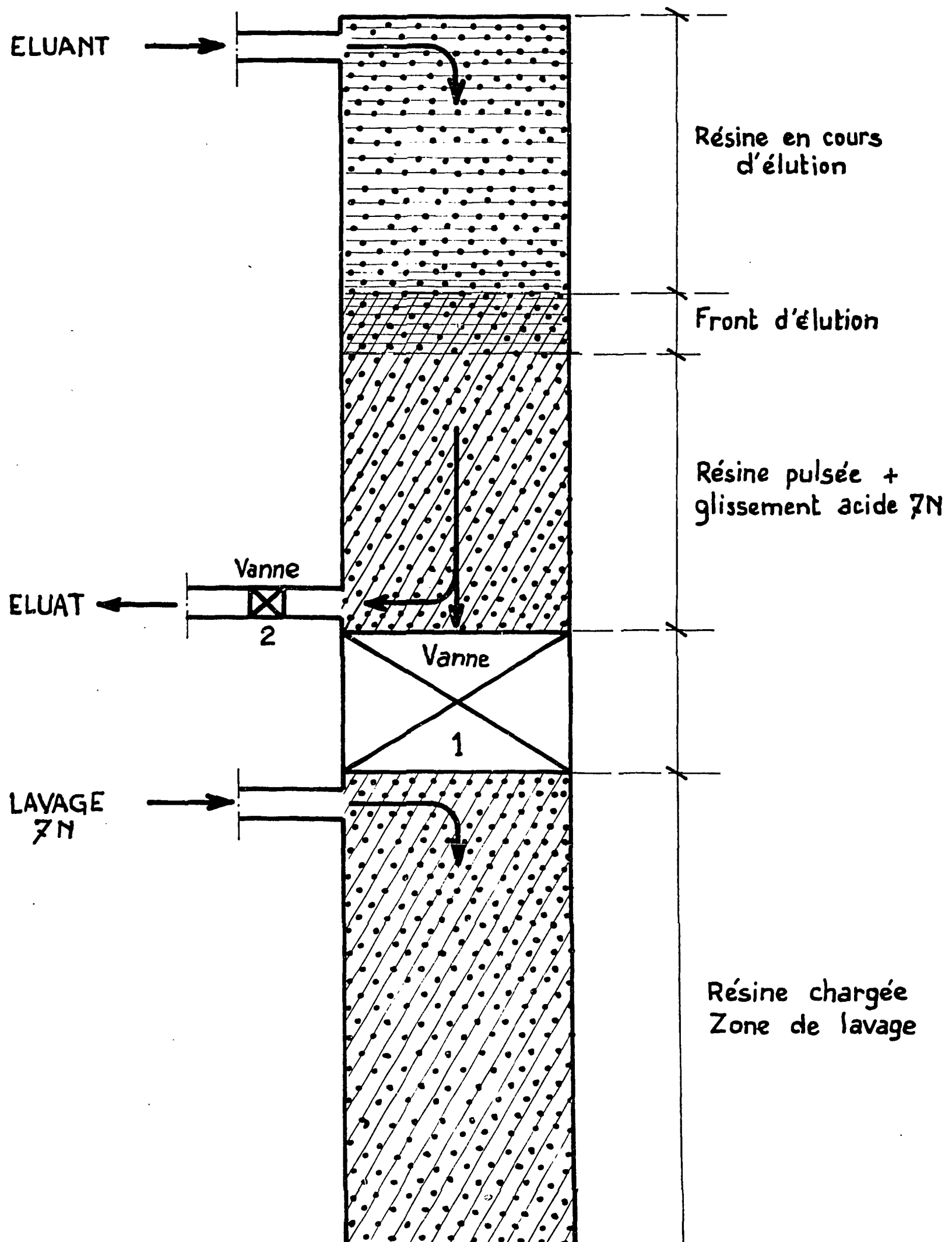


Fig. 3 _ ASPECT DE LA COLONNE D'ELUTION
APRES UNE PULSATION



FIN