

# UTILIZAÇÃO DE CROMATOGRAFIA DE EXTRAÇÃO PARA RECUPERAÇÃO DE ELEMENTOS ACTINÍDEOS DOS REJEITOS DE ALTA E MÉDIA ATIVIDADES.

*Maria. Cláudia. F. C. Felinto(PQ), Harko T.Matsuda(PQ), Terezinha. A. Kuada(PQ) & Mitiko Yamaura(PQ).*

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES (IPEN)  
Travessa R -400 Cidade Universitária 05508-900 São Paulo-SP, Brasil.

## INTRODUÇÃO

Nos processos de tratamento de combustível nuclear irradiado geram-se vários tipos de rejeitos, classificados nas seguintes categorias: rejeitos de alta atividade (HLW), rejeitos de media atividade (IHW) e os rejeitos de baixa atividade (LLW).

O crescente interesse em relação a proteção do meio ambiente e a economia de energia fizeram com que uma nova avaliação nos processos de separação Urânio/Plutônio bem como no tratamento do rejeito fossem retomados surgindo assim novos conceitos no campo da energia nuclear que são partição e transmutação. A partição tem como objetivo separar os elementos transurânicos (TRU's) e produtos de fissão (PF) de meia vida longa dos rejeitos de média e alta atividade, visando a diminuição do volume e minimização dos problemas econômicos e de segurança, durante a estocagem e/ou disposição, bem como utilização destes metais na obtenção de novos materiais.

Neste trabalho estudou-se a técnica de cromatografia de extração para concentrar e recuperar o urânio, tório, európio e amerício dos efluentes provenientes do ciclos do Processo PUREX e dos rejeitos de alta atividade. Dentre outras vantagens esta técnica, combina a alta seletividade dos agentes extratores com a possibilidade de obtenção de números maiores de estágios em relação as técnicas de extração líquido-líquido.

## PARTE EXPERIMENTAL.

### Reagentes:

O material utilizado como suporte foi o Biobeads SM#7 da Bio-Rad.

O fosfato de tri-n-butila (TBP) da Merck

Os demais reagentes tinham grau de pureza analítica e a água utilizada foi bidestilada.

### **Equipamentos:**

Espectrofotômetro de absorção uv/vis, modelo 363 Micronal

Espectrofotômetro de Infra-vermelho modelo BOMEM

Contador gamma da Ortec.

### **Fixação da fase estacionária no material de suporte/ Preparação das resinas de extração cromatográficas.**

A técnica utilizada foi a de evaporação do solvente descrita no Guersini /3/ utilizando-se a roto-evaporação com temperatura controlada para homogeneização do material cromatográfico e secagem mais rápida do mesmo. O controle da secagem do material foi feito por pesagens sucessivas até obtenção de peso constante. O material cromatográfico TBP/Biobeads foi obtido impregnando-se o suporte biobeads SM#7 com o TBP puro na razão de 50% em peso.

### **Caracterização do suporte por espectroscopia de infravermelho.**

Analisou-se a impregnação do agente extrator no suporte via espectroscopia de infravermelho, Figura 1

Os espectros foram registrados utilizando-se janelas de CsI e Nujol como agente para preparar as amostras

### **Determinação da razão de distribuição em peso $D_w$**

Quantidade previamente pesada do material cromatográfico (~0,1g) foi contactado durante 6min com volumes conhecidos de  $HNO_3$  de diferentes concentrações e que tinham o metal a ser extraído. A razão de distribuição em peso foi dada pela equação:

$$D_w = \left( \frac{C_0 - C}{C} \right) \left( \frac{V}{m} \right)$$

### **Determinação da capacidade de saturação da coluna**

As capacidades de saturação das colunas foram determinadas a partir das curvas de "breakthrough", e pelo método da eluição.

Na figura 2a-b, apresentamos as curvas de "breakthrough" para o material cromatográfico estudado. As frações de urânio e tório coletadas do efluente foram analisadas pelos métodos espectrofotométricos utilizando-se Dibenzoilmetano e Torin como crômoformas para o urânio e tório respectivamente.

As curvas de eluição para os materiais cromatográficos estão na figura 3a-b.

## Determinação do número de pratos teóricos e altura dos pratos

O número de pratos teóricos foi determinado através das curvas de eluição e é dado pela equação:

$$N' = 8 \left( \frac{V_{\max}}{g} \right)^2$$

Onde:  $V_{\max}$  é o volume no pico da curva de eluição  
 $g$  é a largura do pico de eluição em 0,368 da altura deste

A altura dos pratos teóricos é dada pela equação:

$$\text{HETP} = \frac{L}{N}$$

Onde:

$L$  é a altura do leito e

$N$  é o número de pratos teóricos.

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

**Seleção do material de Suporte** Uma grande variedade de suportes orgânicos e inorgânicos tem sido empregados para extração cromatográfica /3/. Numa comparação com a capacidade de absorção de vários tipos de suportes (isto é vidros porosos, polietilenos, copolímeros, etc.) os macroporosos demonstraram ter excelente capacidade para adsorver vários agentes extratantes. O biobeads SM#7 por exemplo, deteve três vezes mais a quantidade de TBP que a alumina. Além disto a Biobeads SM#7 mostrou ser mais estável perante soluções ácidas do que os demais suportes por nós estudados. Os testes de capacidade para o material cromatográfico em estudo, mostrou que a capacidade de retenção máxima deste material foi de 1.25mL de TBP para 1 grama de Biobeads.

**Espectros de infravermelho**-Na figura 1 apresenta-se os espectros de infravermelho dos materiais estudados. Segundo dados da literatura /4-5/ bandas devido ao estiramento P=O e P-O-C de alta intensidade e finas aparecem nas regiões de 1270 e 1025  $\text{cm}^{-1}$  respectivamente tanto para o TBP quanto para o TBP-suporte. Neste trabalho estas bandas apareceram na região de 1263.8 e 1028.3  $\text{cm}^{-1}$  para o TBP e 1269 e 1028.4  $\text{cm}^{-1}$  para o TBP/biobeads. Para o sistema TBP/Biobeads/  $\text{UO}_2^{2+}$  elas encontram-se nas regiões de 1267.9 e 1035.4  $\text{cm}^{-1}$

<sup>1</sup>. O estiramento P-O-C apresenta um deslocamento de  $7.1\text{cm}^{-1}$ . Uma banda na região de  $940\text{-}850\text{ cm}^{-1}$  característica do estiramento do grupo  $\text{UO}_2^{2+}$  também foi encontrada.

**Curvas de eluição, breakthrough e razão de distribuição em peso** - Nas figuras 2 e 3 apresentam-se as Curvas de eluição e breakthrough do material em questão. O material cromatográfico apresentou excelente comportamento para extração de urânio, tanto nas curvas de retenção quanto nas de eluição. Na tabela 1 estão os resultados da quantidade de urânio extraído, eluido e bem como o número de pratos teóricos do material cromatográfico em estudo e a altura destes pratos.

Com relação ao Th a capacidade de retenção foi mais baixa e os valores de Dw do Am e Eu foram muito baixos, da ordem de  $\sim 10^{-3}$ , mostrando que estes dois elementos não são retidos pelo material cromatográfico.

Tabela 1 Quantidade de Urânio extraído, e o número de pratos teóricos do material estudado.

Material cromatográfico	U eluido	U extraído.	HETP	N
50% TBP/ Biobeads	<b>22850.0</b>	<b>23071,9</b>	<b>0.92</b>	<b>11</b>

## AGRADECIMENTOS

M.C.F.C.Felinto agradece ao CNPq pelo suporte financeiro

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1) J. A. FREEMAN & C. KELLER, "Handbook of the Physics and Chemistry of Actinides, Amsterdam, Elsevier, 1991.
- 2) J.RYDBERG; C.MUSIKAS & G.R. CHOPPIN, "Principles and Practices of Solvent Extraction", New York, Marcel Dekker, 1992.
- 3) T. BRAUN & G. GHERSINI, 'Extraction Chromatography', J. of Chromatography, vol 2 Elsevier Scientific Publishing Company, New York, 1975.
- 4) K. NAKAMOTO, "Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds, New York, John Wiley and son, 1986.
- 5) T. KIMURA., J.Radial Nucl. Chem. **141**, 295, (1990).; **141**,307,(1990)

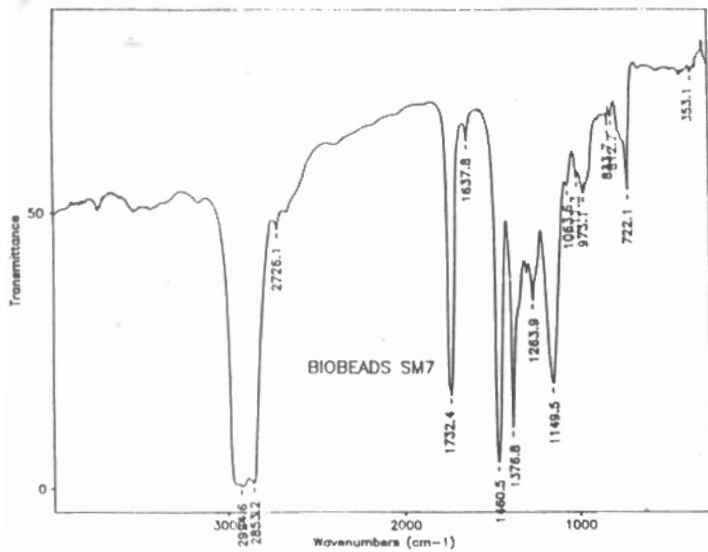


Figura 1-a) Espectro de Infravermelho do suporte Biobeads

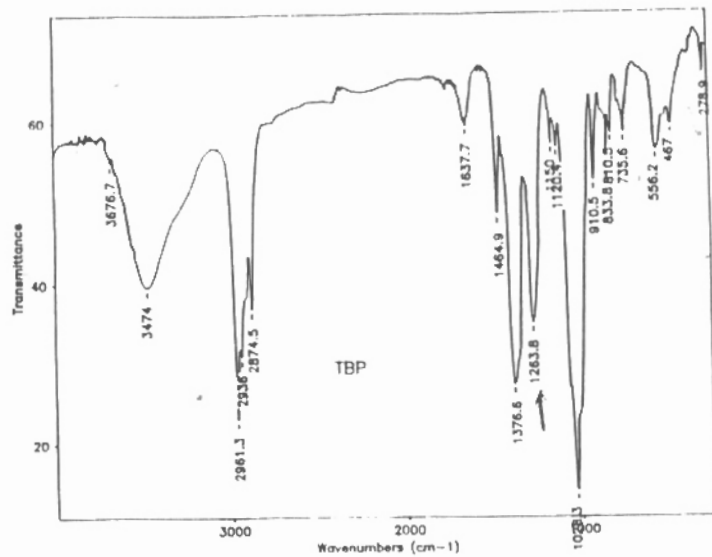


Figura 1-b) Espectro de Infravermelho do agente extrator, TBP

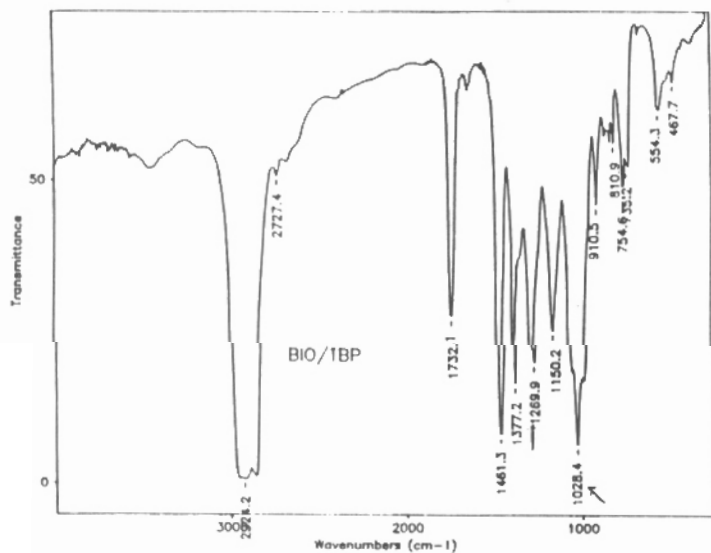


Figura 1-c) Espectro de Infravermelho do suporte Biobeads impregnado com o TBP

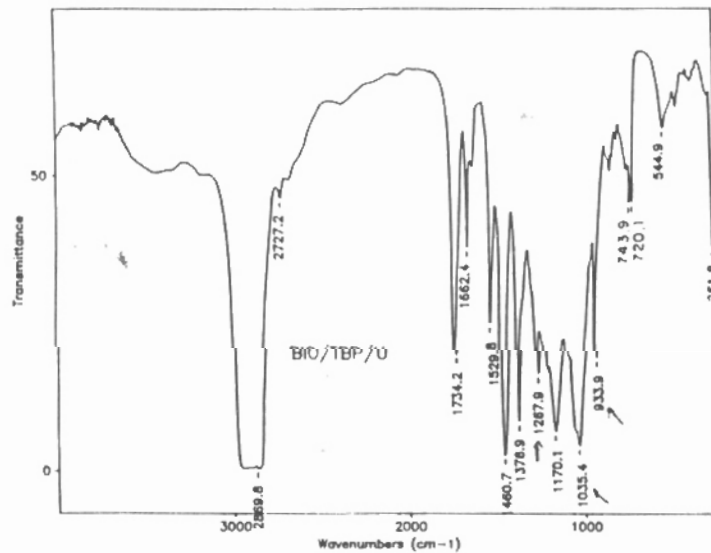


Figura 1-d) Espectro de Infravermelho do sistema Biobeads/ TBP/UO<sub>2</sub>

# Figura 1 Espectros de Infravermelho.

curva de eluição do Th

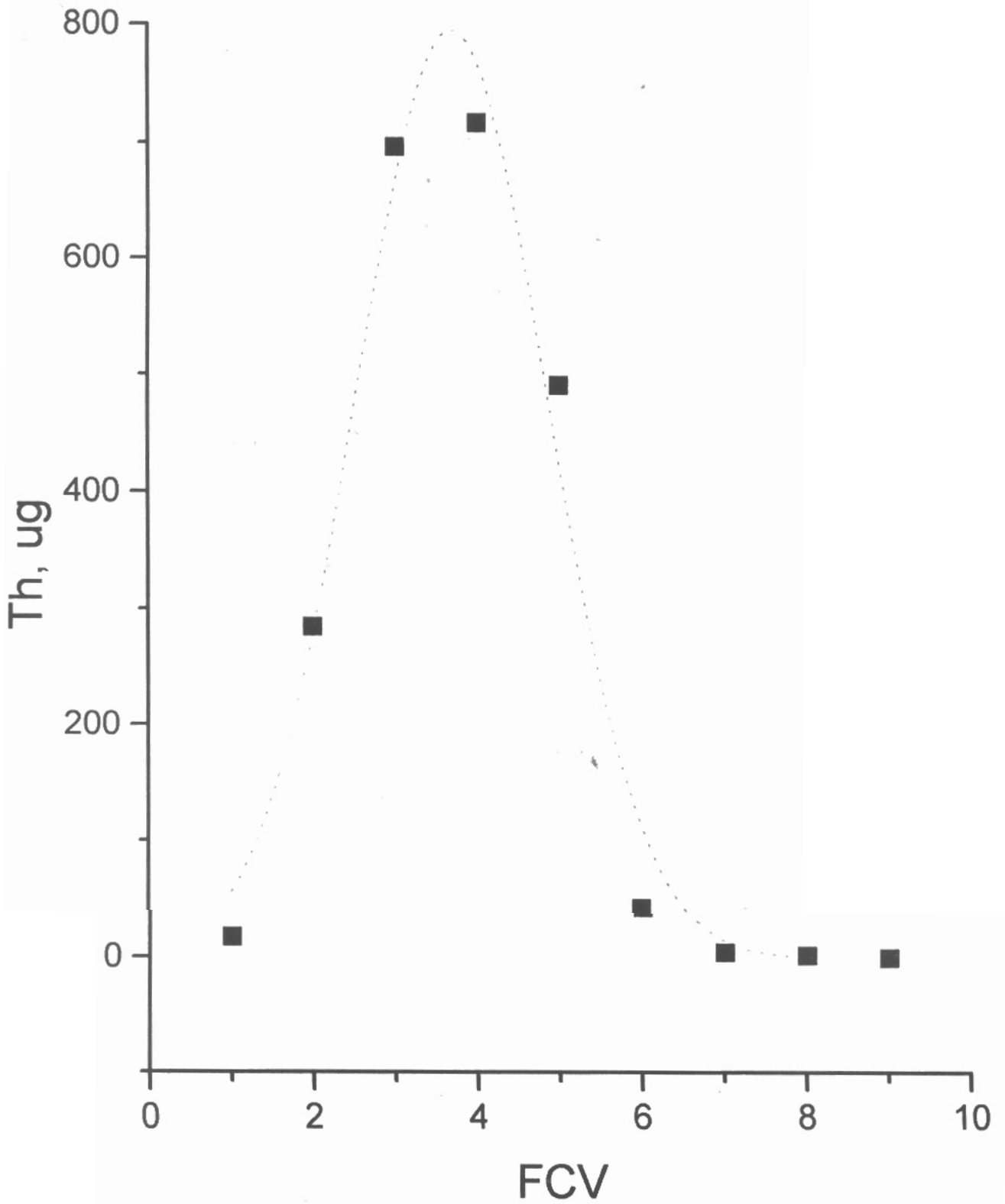


Fig. 3-10

curva de eluição do U

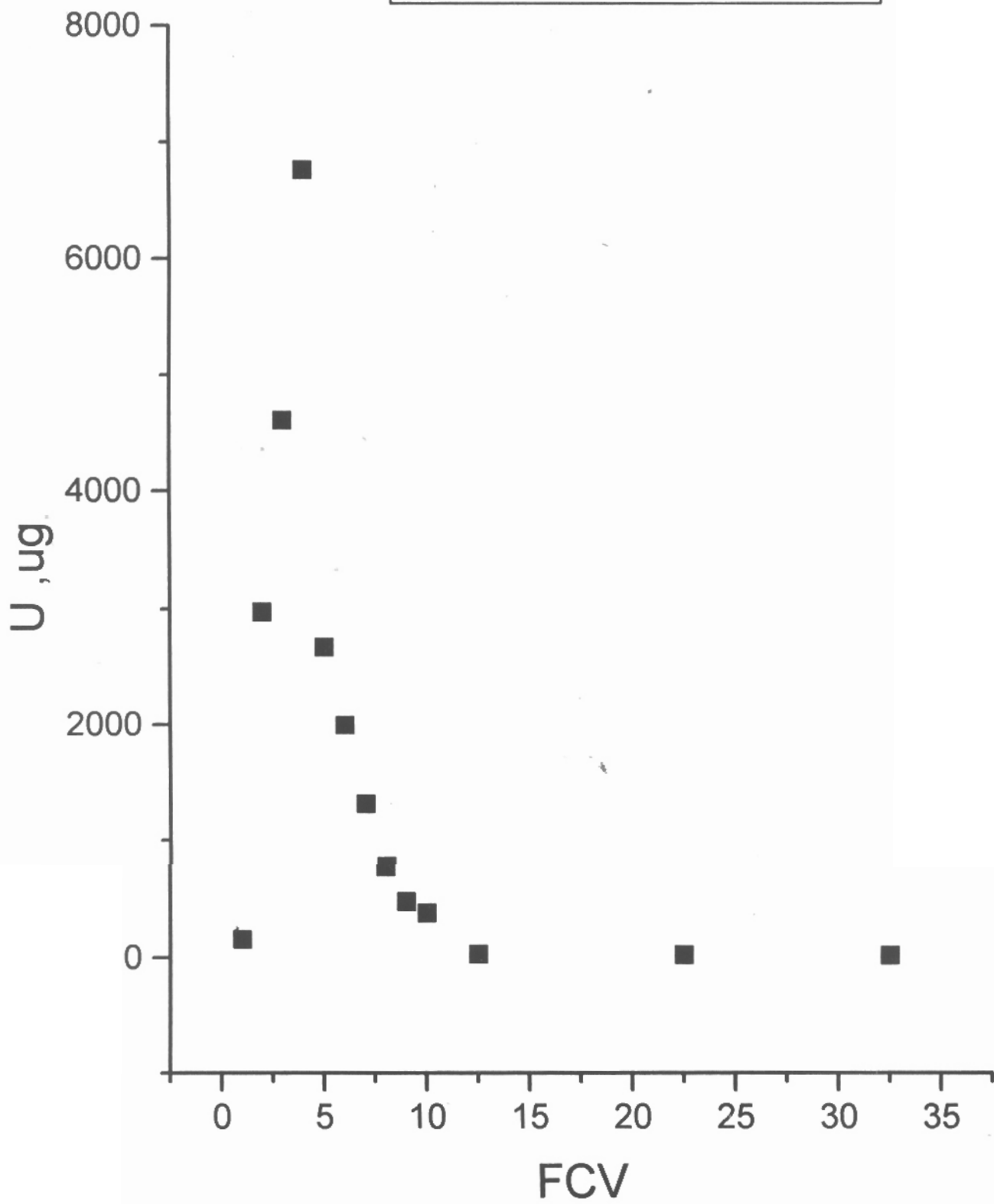


Figura 3-b

Curva de BT do Th

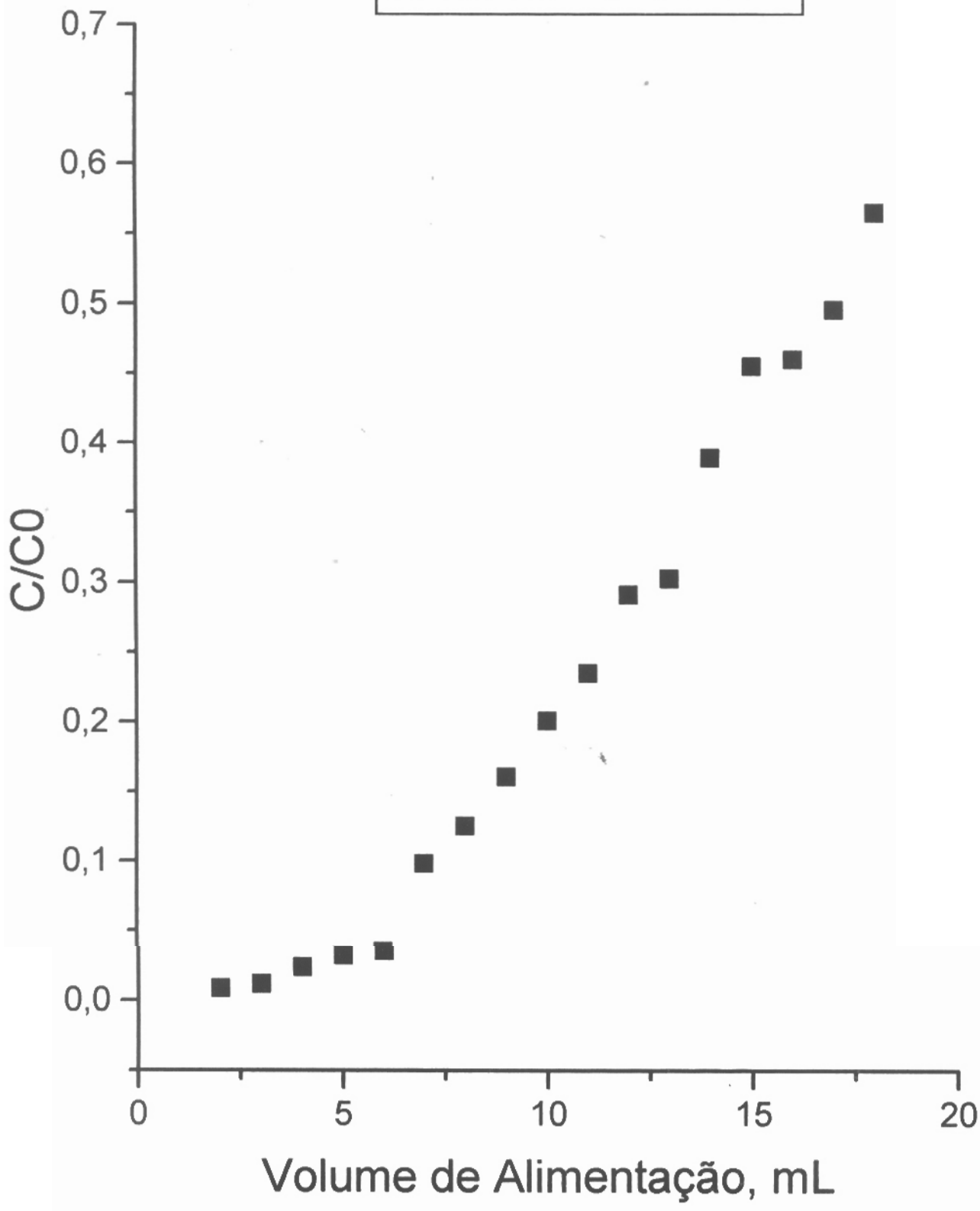


Figura 2a

curva de BT do U

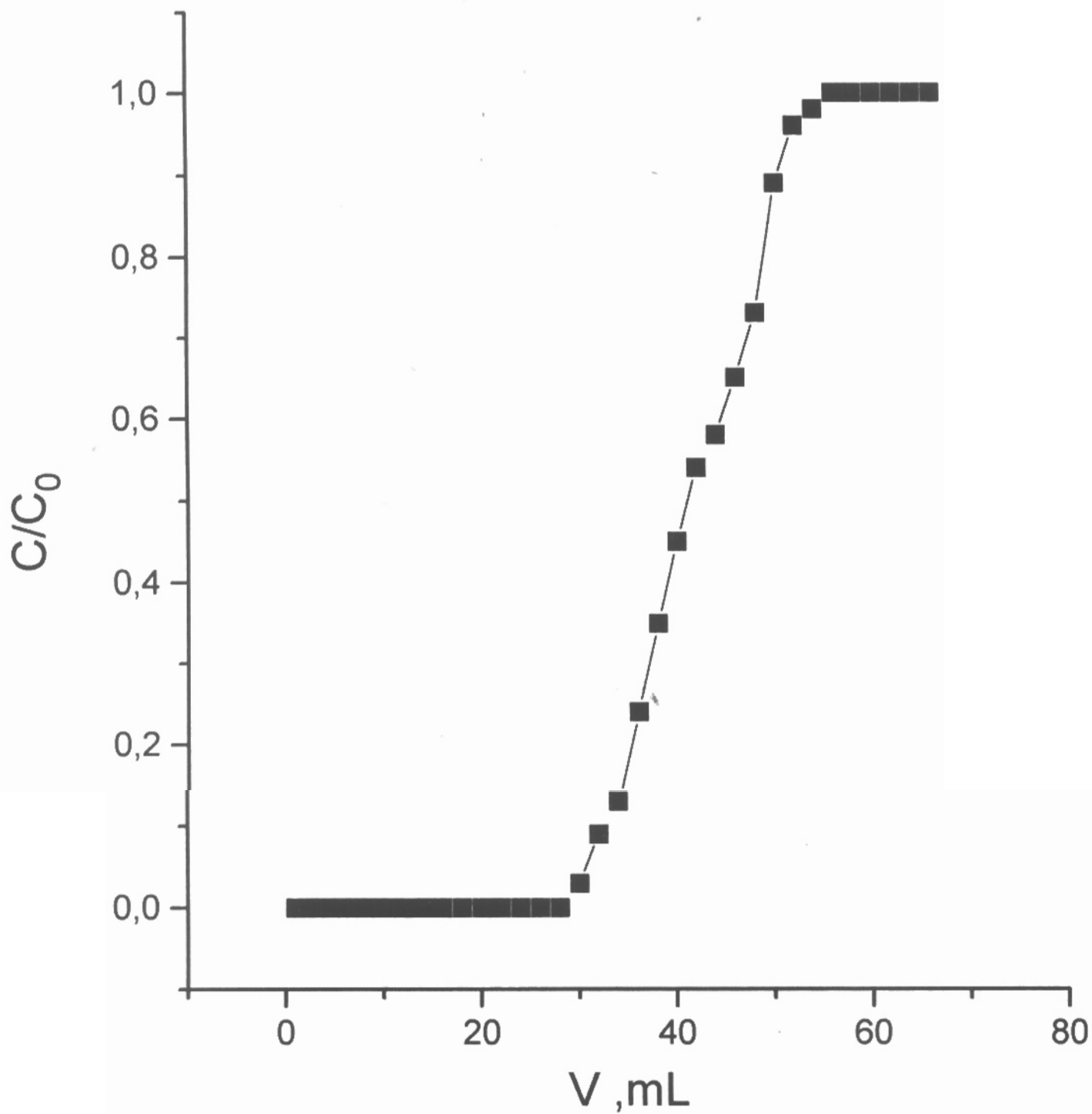


Figura 9.6