

# TITULAÇÃO POTENCIOMÉTRICA REMOTA EM CÉLULAS COM PROTEÇÃO BIOLÓGICA

Afonso dos Santos Tomé Lobão; Christina Aparecida Leão Guedes de Oliveira Forbicini;  
Victor Haim Cohen

CNEN/IPEN/MQ/MQQ  
Caixa Postal 11049  
05508-900, São Paulo, SP, Brasil

## RESUMO

Nos processos químicos, a análise química de amostras em pontos estratégicos, permite que se mantenham ou se alterem as variáveis, de forma a se controlar e manter o equilíbrio dinâmico do sistema. Entretanto, em processos com materiais altamente irradiados e, portanto, com operação remota, o tempo de resposta e a precisão da análise química podem inviabilizar o processo, principalmente quando se considera o pequeno volume das amostras e o manuseio com manipuladores.

Na Instalação Celeste I do IPEN-CNEN/SP optou-se por desenvolver um sistema automatizado e dotado de diversos dispositivos de segurança operacional que permite efetuar pipetagens de amostras, diluições, separações químicas por extração com solventes e capaz de manusear alíquotas da ordem de 100 $\mu$ L.

Neste trabalho descreve-se o equipamento, as dificuldades operacionais e as melhorias a serem implementadas no sistema

## INTRODUÇÃO

Os processos químicos de reciclagem do combustível nuclear tem o objetivo de recuperar valores contidos no combustível nuclear "queimado". Nestes processos, os materiais e reagentes devem apresentar estabilidade química frente à alta radioatividade envolvida e os procedimentos de separação química muito seletivos em razão da grande variedade de radionuclídeos presentes na dissolução do elemento combustível.

Atendendo aos critérios de seletividade utiliza-se a técnica de separação líquido-líquido. O processo utilizado é o processo PUREX (Plutonium Uranium Recovery by EXtraction), que emprega como solvente o fosfato de tri-n-butila que apresenta relativa estabilidade à radiação. O processo ocorre em misturadores-decantadores de 16 estágios. Neste equipamento o contato entre as fases aquosa e orgânica ocorre de forma contínua e em regime de contra-corrente.

Faz-se o primeiro ciclo do processo em quatro misturadores-decantadores instalados no interior de uma célula com proteção biológica e operados à distância por intermédio de quatro pares de manipuladores. Nestas condições a verificação e controle do equilíbrio dinâmico do sistema requer análises químicas que devem ser

realizadas no interior das células devido à atividade  $\gamma$  das amostras.

## AMOSTRAGEM

Nos misturadores-decantadores, estão dispostas agulhas do tipo cirúrgicas colocadas em diferentes câmaras e diferentes alturas de acordo com o ponto onde se necessita realizar a amostragem. Acionando-se um cilindro pneumático, os frascos de amostragem sob vácuo interno são pressionados contra as agulhas cirúrgicas, obtendo-se assim uma alíquota de 3 a 4 mL. O frasco é então enviado à estação de análises.

## ESTAÇÃO DE ANÁLISES

A estação de análises apresenta os seguintes componentes:

- Sistema de abertura e fechamento de frascos
- Posicionador de amostras
- Sistema de extração
- Sistema de titulação

**Sistema de Abertura e Fechamento de Frascos.** Neste sistema (Figura 1) coloca-se o frasco de amostragem sob

SISTEMA DE  
ABERTURA E  
FECHAMENTO  
DE FRASCOS

MOTOR DE POSICIONAMENTO  
VERTICAL

CASTANHA

BECKER

FRASCO DE  
AMOSTRA

PIPETA

MAGAZINE DE  
POSICIONAMENTO  
DE AMOSTRA

FRASCO DE  
EXTRAÇÃO

SENSOR INDUTIVO

MOTOR DE POSICIONAMENTO  
HORIZONTAL

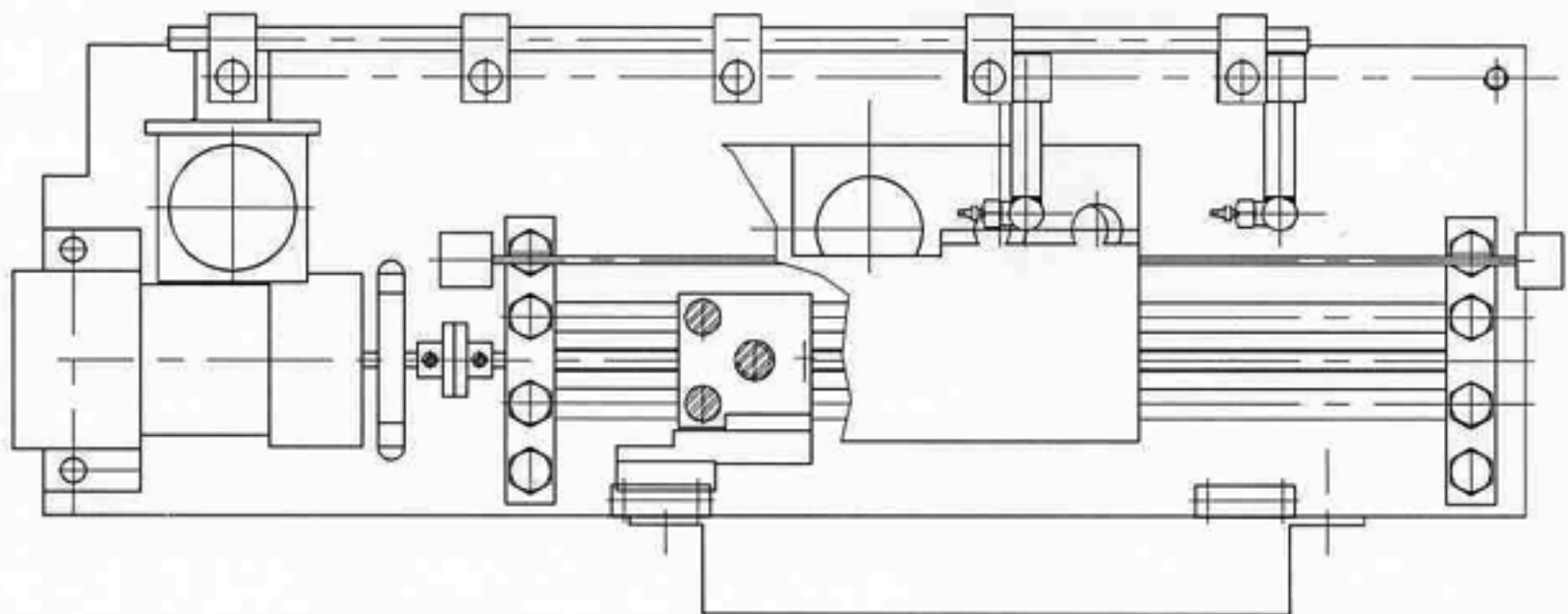


Figura 1:-Posicionador de Amostras

uma castanha acionada por um minimotor elétrico com inversor de rotação. Comprimindo-se o frasco com o auxílio dos manipuladores contra a castanha pode-se rosquear ou desrosquear a tampa do frasco de amostragem.

**Posicionador de Amostras.** Este conjunto (Figura 1) apresenta os seguintes componentes:

- Magazine de posicionamento de amostras
- Motor de posicionamento horizontal
- Motor de posicionamento vertical
- Pipeta
- Sistema de acionamento da pipeta

**Magazine de Posicionamento de Amostras.** Este dispositivo (Figura 1) é confeccionado em acrílico para permitir a visualização da interface das amostras, comporta um frasco de amostragem, um frasco de extração e um becker. As posições de encaixe apresentam um ângulo de inclinação para permitir a introdução da ponta da bureta até o fundo do frasco, facilitar a separação de fases e evitar perda de amostra.

**Motor de Posicionamento Horizontal.** O motor é acoplado a um fuso, permite deslocar o magazine de posicionamento de amostras até a posição requerida na direção horizontal. Possui inversor de rotação para deslocamento à direita ou à esquerda. Nas extremidades do fuso estão instalados dois pares de sensores indutivos de fim de curso para evitar travamento do mecanismo nessas extremidades, sendo um dos sensores de operação e o outro de segurança. O motor é de simples encaixe para permitir substituição.

**Motor de Posicionamento Vertical.** Apresenta as mesmas características do motor de posicionamento horizontal

**Pipeta.** Confeccionada em aço inoxidável, está conectada na extremidade superior a uma linha de mercúrio metálico, na extremidade inferior adaptou-se por colagem a ponta de uma pipeta Eppendorf para permitir o encaixe de ponteiros compatíveis. A segunda pipeta instalada na estrutura do posicionador de amostras é redundante, pois, caso ocorra falha ou quebra da pipeta em operação pode-se usar a pipeta sobressalente.

**Sistema de acionamento da pipeta.** É composto por uma tubulação de aço inoxidável de 2mm de diâmetro interno conectada à pipeta e a um titulador automático marca Methron. Todo circuito inclusive o pistão do titulador automático é preenchido com mercúrio metálico. A incompressibilidade do mercúrio garante boa precisão nos valores transmitidos.

**Sistema de Extração.** O frasco maior situado no magazine do posicionador de amostras é utilizado para análises químicas que exigem uma separação prévia por extração líquido-líquido. Volumes pré estabelecidos da fase orgânica e aquosa são pipetados no frasco e faz-se a contatação das fases em um agitador mecânico. Após a decantação o frasco é levado ao magazine de posicionamento de amostras onde se faz a separação de

fases com o auxílio da pipeta. Nestas operações, uma luneta instalada externamente na janela da blindagem permite uma boa visualização da interface.

**Sistema de Titulação.** Neste sistema (Figura 2) faz-se a titulação das alíquotas previamente pipetadas para o becker localizado no posicionador de amostras. O becker é transferido para um sistema de titulação e colocado sobre a base deslizante, que acionada pela alavanca desloca o conjunto até a posição de titulação. O minimotor elétrico aciona o agitador, projetado de modo a evitar respingos durante a agitação. As duas tubulações de aço inoxidável de 2mm de diâmetro interno transportam a soda e a água de lavagem do sistema a partir de um titulador automático Methron, instalado no painel de controle, até o sistema de titulação. O eletrodo combinado de calomelano-vidro, colocado ao lado do sistema de titulação, permite acompanhar a variação de pH ou potencial durante a titulação. O conjunto garante facilidade de operação com manipuladores e a precisão necessária ao processo.

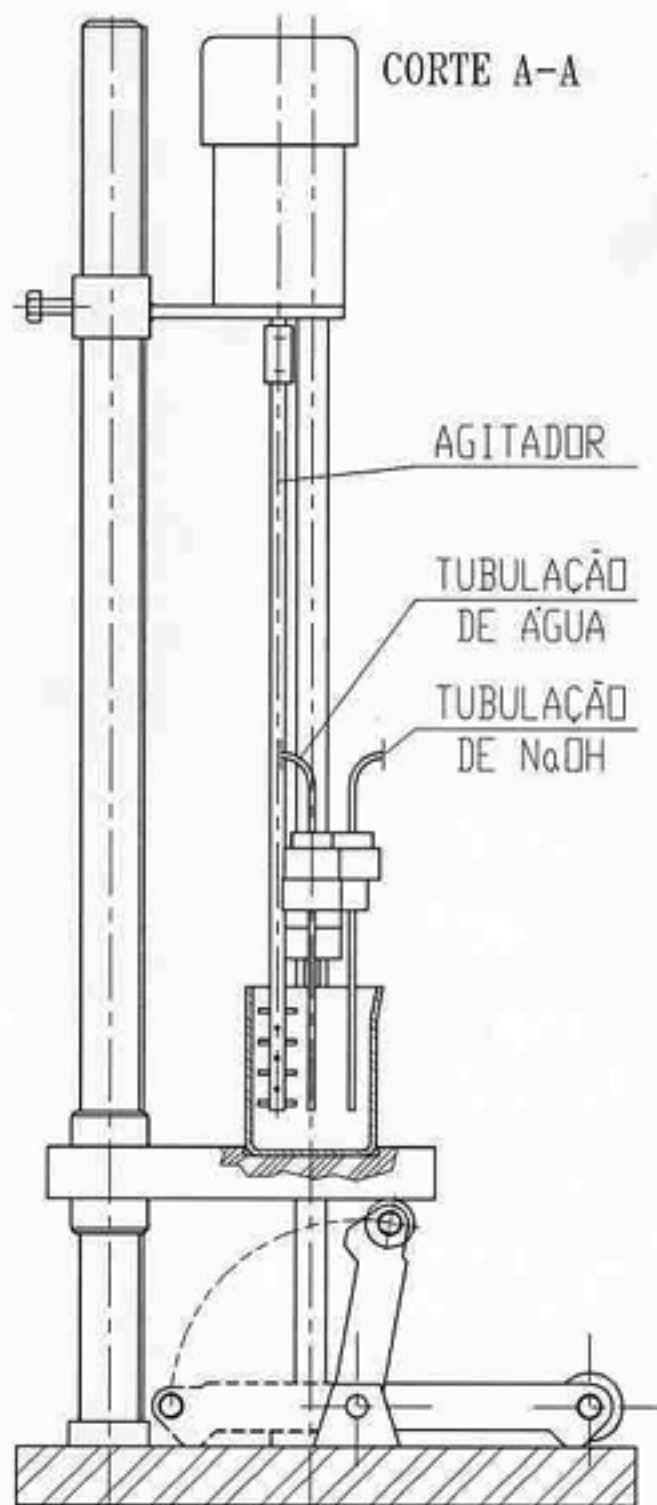


Figura 2-Sistema de Titulação Potencimétrica.



## CONCLUSÃO

O equipamento foi testado em bancada e posteriormente instalado nas células com proteção biológica. Nos processos realizados na Celeste I, observou-se algumas falhas do sistema em decorrência da inoperância dos sensores indutivos, causando travamento nas extremidades do posicionador de amostras.

Para solucionar tais dificuldades deve-se redimensionar e substituir os fusos e os sensores indutivos. O restante do sistema de titulação funcionou sem quaisquer dificuldades e dentro das expectativas de precisão e operacionalidade.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[ 1 ] LOBÃO, A.S.T.; FORBICINI, S.; ARAÚJO, B. F.; ARAÚJO, J. A. "Sistema de amostragem remota para misturadores-decantadores" IV Congresso Geral de Energia Nuclear, vol.2, p.719-20, Julho de 1992, Rio de Janeiro.

[ 2 ] LOBÃO, A.S.T.; FORBICINI, S.; FORBICINI, C.A.L. DE O.; ARAÚJO, J.A. "Sistema pneumático de transporte de amostras na Instalação Celeste I" V Congresso Geral de Energia Nuclear, vol. 2, p.937-8, 28 Ago-02 Set, 1994. Rio de Janeiro.

## ABSTRACT

The chemical analysis of samples taken out of the strategic points of the process, makes it possible to control the variables in order to keep the dynamic balance of the chemical process.

However in highly irradiated material that require remote operations, the results of the achemical analysis like, response time and accuracy can became impracticable to the process principally if the small volume of samples and the handled operation from manipulators are taken into account.

An automatic remote titration system, with several safety operational devices, was developed for Celeste I installation of IPEN-CNEN/SP. This system can make titration samples, dilutions and chemical separations by solvent extraction in the range of the 100 $\mu$ L.

The equipment, the operational difficulties and the necessary improvements are described in this work.