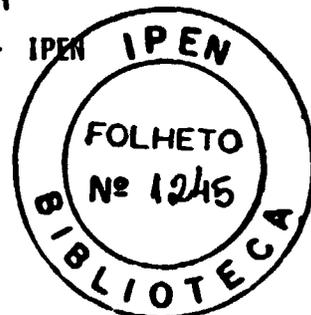


MÉTODO DE COLETA DE HEXAFLUORETO DE URÂNIO

SÉRGIO C. MOURA E J. OSCAR W.V. BUSTILLOS

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR - CEN
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES - IPEN

RESUMO

O presente trabalho tem como objetivo a descrição de um método de transferência de hexafluoreto de urânio. Este método foi projetado, construído e montado no Laboratório Analítico do IPEN, com o objetivo de coletar amostras de UF_6 para sua posterior análise química. O sistema consiste de uma linha de vácuo e de sistemas de aquecimento resistivo, de resfriamento (trap químico) e de coleta de amostra. O método de transferência desenvolvido é de grande importância para o controle de qualidade da pureza do UF_6 , que é realizado por diversas técnicas analíticas do laboratório. O sistema tem condições de coleta até 15 g do composto UF_6 .

A descrição do sistema, assim como também detalhes do método são descritos neste trabalho.

1. INTRODUÇÃO

O hexafluoreto de urânio (UF_6), é um composto químico que no seu estado gasoso é de grande importância na indústria nuclear, em processos de enriquecimento de urânio. Devido a esta importância, um rigoroso controle de qualidade, em termos de impurezas presentes, é realizado neste tipo de composto. O manuseio ou transferência de UF_6 em containers especiais, é imprescindível para a realização do controle de qualidade. A

pureza do UF_6 , é verificada por diversas técnicas químicas analíticas a partir de uma coleta de amostra do UF_6 , tipicamente 15 (quinze) gramas do composto.

As amostras analisadas, tem procedência da linha desenvolvida para produção de UF_6 no Projeto Conversão (PROCON), localizado no IPEN. Essas amostras são introduzidas em ampolas de aço-inox contendo uma quantidade aproximadamente de 120 g de amostra, sendo que a temperatura ambiente, o composto se apresenta no estado sólido. Esta ampola é pesada inicialmente; a amostra liquefeita por aquecimento em torno de $80^{\circ}C$, é posteriormente conectada à linha de transferência.

A quantidade de amostra transferida, é obtida através da medida da variação da massa inicial e final do sistema coletor de amostra.

Tendo em vista as considerações anteriores, o objetivo do presente trabalho é descrever todo o processo de transferência de amostras de UF_6 , que faz parte do controle da qualidade no que diz respeito ao teor de impurezas presentes nessas amostras.

II. CONDIÇÕES EXPERIMENTAIS

O processo de transferência está baseado em uma linha construída em monel, que devidamente conectada a uma bomba de vácuo e a um sistema de aquecimento tem condições de transferir uma alíquota do composto UF_6 através da força gravitacional. A amostra escoará em direção ao sistema coletor localizado na parte inferior da linha, (figura 1) e para essa transferência seja eficiente, três condições básicas devem ser satisfeitas, a saber:

1. Requer-se um aquecimento em torno de $80^{\circ}C$, ao longo de toda a linha evitando assim, possíveis pontos de condensação do material, o que acarretaria uma interrupção no processo.

2. A segunda condição, está relacionada à obtenção de uma baixa pressão (vácuo) na linha, já que a presença de impurezas poderia afetar consideravelmente no teor de pureza da amostra transferida. Recomenda-se que seja empregado um vácuo inicial de 10^{-3} (exp) - 3 torr.
3. A terceira condição relaciona-se ao cuidado que se deve tomar no que diz respeito a possíveis vazamentos que podem surgir durante uma transferência. O manuseio de compostos fluorados tal como o hexafluoreto de urânio, requer cuidados especiais. Tem-se que ter um sistema de exaustão eficiente, para que haja uma minimização dos riscos de contaminação, principalmente quando se trata de compostos fluorados enriquecidos.

Tem-se que salientar que a velocidade de transferência está diretamente relacionada com o grau de eficiência de bombeamento do sistema, pois o processo não excede a cinco minutos, é aconselhável que a transferência seja relativamente rápida, evitando assim, qualquer tipo de obstrução que possa vir acontecer.

Quando se trabalha com compostos fluorados, deve-se tomar determinadas precauções, principalmente devido à característica corrosiva que estes apresentam. Desta maneira, desde o início da construção da linha, teve-se o cuidado de seleccionar materiais utilizados no sistema de vácuo, no que se refere às válvulas e conexões em geral. Com relação às válvulas, devem-se ser obrigatoriamente válvulas metálicas, haja visto que a transferência é feita a uma temperatura relativamente alta. No caso das conexões de vácuo, são utilizados anéis de neopreme ou mesmo viton, pois aconselha-se usar vedações metálicas de cobre eletrolítico ou alumínio ou então, polímeros de tetrafluoroetileno (teflon). A bomba utilizada para se obter a limpeza da linha de vácuo, deve ser do tipo selada, pois

devido ao alto teor de corrosão do UF_6 , deve-se utilizar óleo de bomba do tipo "fomblin", o que impede uma possível corrosão das partes internas da bomba pela ação do gás UF_6 .

Para se obter uma linha homogeneamente aquecida, utilizamos uma fita aquecedora que juntamente com um sistema de monitoração da temperatura (termopar), temos condições de atingir ponto a ponto as temperaturas de toda a linha. Durante este procedimento, vale a pena salientar a baixa condutividade térmica que as partes metálicas da linha oferecem, torna-se então necessário fazer este aquecimento com auxílio de um "heat-gun" que diminui este problema, pois necessariamente a temperatura das paredes internas devem permanecer aquecidas na temperatura de $80^{\circ}C$.

Com relação a monitoração da linha de transferência, no que diz respeito ao controle da pressão interna do sistema, utiliza-se um termopar ante corrosivo associado a um sistema de leitura analógica do tipo Pirani, atingindo o índice de vácuo da ordem de $10 \text{ (exp) } -2 \text{ torr}$.

Toda a linha de transferência deve ser operada num sistema isolado e com exaustão, onde o manuseio é executado por meio de luvas de borracha que reduzem o índice de contaminação do operador, no caso de um eventual vazamento. Periodicamente, efetua-se uma monitoração radiológica da região onde se encontra a linha, devido estar operando com amostras enriquecidas do tipo UF_6 . Deve-se realizar um teste prévio de vazamento do tipo "leak detector", o que evitará um possível vazamento no momento em que estiver realizando a transferência. O grau de corrosão das partes metálicas, irá depender da passivação das mesmas, que constitui em uma formação de um filme fluorado na superfície do metal.

A linha de transferência deve ter a mínima influência no composto a ser transferido, pois caso contrário, afetará os resultados das futuras análises químicas de qualificação do UF_6 . O sistema de transferência de

UF_6 (figura 1) é constituído de três partes principais:

A) Sistema de Introdução da Amostra

Este sistema localiza-se na parte superior do sistema (figura 1), onde se faz a conexão da ampola metálica aquecida previamente a $80^{\circ}C$, contendo o composto de UF_6 na forma líquida. Esta conexão é feita com ajuste manual, utilizando-se de ferramentas e adaptações metálicas para vácuo, sendo essencial um ajuste ideal ampola-sistema, ou seja, que não ocorra vazamentos e que o aquecimento seja contínuo a $80^{\circ}C$, evitando assim, a solidificação do composto no interior da ampola.

Antes de adaptar a ampola ao sistema, é aconselhável um prévio aquecimento por meio de um banho maria controlado a uma temperatura não superior a $80^{\circ}C$, o que provocaria um aumento da pressão interna da ampola.

B) Sistema Coletor de Amostra

O coletor de amostra está localizado na parte inferior do sistema (figura 2), constituído de um cadinho de teflon envolto por um tampão metálico tipo parafuso. É necessário a utilização de teflon, pois este material apresenta uma grande resistência a compostos fluorados a altas temperaturas,

C) Sistema de Vácuo

O sistema de vácuo é composto de uma bomba mecânica selada, marca Edwards, associada a um trap de vidro. Outro tipo de bomba mecânica comum, não pode ser utilizada em sistemas que manuseiam compostos fluorados, devido ao alto grau de corrosão que lhe é característico. Torna-se, dessa forma, necessário o uso de bombas que apresentam uma alta resistência a corrosão pelo fluor, sendo que, sua lubrificação interna, quando em operação, é realizada com óleo fomblin. Atualmente encontra-se em estudo a implantação de uma bomba difusora, que viria aumentar o poder de bombea

mento do sistema. O trap de vidro é resfriado com nitrogênio líquido e desempenha o papel de reter o UF_6 que estiver contaminando o sistema após findada uma transferência. É aconselhável a instalação de alumina ativa da na saída da bomba mecânica, pois não se pode deixar liberar fluor diretamente para a atmosfera em vista de seu alto grau de toxicidade. A condensação do UF_6 no trap de vidro, é obtida através de garrafas ou containers, contendo nitrogênio líquido. Além disso, o trap de vidro, adaptado ao sistema, pode servir como um impedimento do óleo da bomba mecânica que pode ser lançado, eventualmente, ao sistema. Dessa maneira, tem-se condições de se obter um sistema limpo e isento de impurezas.

Todo este sistema se apresenta com um conjunto de válvulas metálicas para vácuo (V1 a V6) devidamente passivadas, sendo de grande importância para o direcionamento do composto em direção ao sistema de vácuo ou sistema coletor.

É de grande importância citar a necessidade de se realizar todo o procedimento analítico sob a exatidão de uma capela, evitando assim, desprendimento de gases de eventuais vazamentos. Para se realizar a atividade de transferência, devemos obedecer os seguintes itens abaixo:

1. Pesar o coletor de teflon para o UF_6 , limpo, seco, vazio e fechado com tampão metálico, obtendo a massa inicial (mi) por meio de balança analítica;
2. Retirar o tampão metálico e conectar o coletor de teflon no sistema de coleta de amostra;
3. Manter toda a extensão da linha sob baixa pressão (pré-vácuo) e monitorar com sensor de vácuo tipo termo-par (válvulas V2, V3, V4 e V5 abertas);

4. Aquecer as paredes metálicas da linha com fita aquecedora, monitorando com um sensor tipo termopar (temperatura em torno de 80°C);
5. Colocar nitrogênio líquido no trap de vidro;
6. Conectar ampola de UF_6 fechada no sistema de introdução da amostra previamente aquecida a 80°C em banho maria;
7. Abrir válvula V1;
8. Apresentando uma boa pressão ($10 \text{ exp } -2$), fechar válvulas V2 e V5, abrir vagarosamente a válvula VA (válvula da ampola), mantendo todo o sistema aquecido;
9. Aguardar de três a cinco minutos sob aquecimento, (80°C);
10. Fechar válvulas VA, V1;
11. Abrir a válvula V2 e realizar a transferência da amostra em direção ao sistema coletor, sob aquecimento;
12. Adaptar um trap com nitrogênio líquido, envolvendo externamente o coletor de teflon, facilitando a transferência;
13. Aguardar cinco minutos e fechar válvula V3;
14. Desconectar o coletor de teflon com UF_6 do sistema e com auxílio de trap com nitrogênio líquido, fecha-los com um tampão metálico;
15. Devidamente fechado, levar o coletor de teflon, contendo UF_6 transferido, até o dessecador;
16. Retirar a ampola do sistema de introdução cuidadosamente e deixá-la resfriar dentro da capela até temperatura ambiente;
17. Após trinta minutos, retirar o coletor do dessecador e fazer a pesagem em balança analítica obtendo a massa final;

18. A massa transferida de UF_6 , e a diferença entre a massa final e inicial do coletor.

Procedimento para a Limpeza do Sistema

1. Desligar sensor de vácuo e fechar a válvula V4;
2. Manter o trap de vidro com nitrogênio líquido e abrir a válvula V5;
3. Com auxílio de "heatgun" aquecer em forno de $100^{\circ}C$ durante dez minutos toda extensão da linha;
4. Cessar o aquecimento, abrir a válvula V6 e introduzir gás argônio (passivação);
5. Fechar as válvulas V5 e V6 e retirar o trap de vidro;
6. Limpar o trap com água corrente dentro da capela e guardar com rejeito todo resíduo do trap;
7. Conectar o trap de vidro limpo e seco, abrindo as válvulas V4 e posteriormente V5;
8. Deixar o sistema com bombeamento e desligar fita aquecedora.

III. RESULTADOS E CONCLUSÃO

Na tabela 1, apresenta-se os dados experimentais obtidos por meio desta técnica de transferência de UF_6 . É observado que a transferência máxima é de 15 (quinze) gramas e a mínima é de 5 (cinco) gramas. Sendo que o tempo de limpeza é de 2 (duas) horas e o tempo de transferência é de 1 (uma) hora.

Finalmente conclui-se que esta técnica é eficaz na transferência de UF_6 com finalidade do controle de qualidade no que diz respeito ao item análise química.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a colaboração de: M.I.C. CANTAGALLO, A. BUNA, M.S. GORSKI, K.R. FERRARI, L. INJIA e H. IADLU.

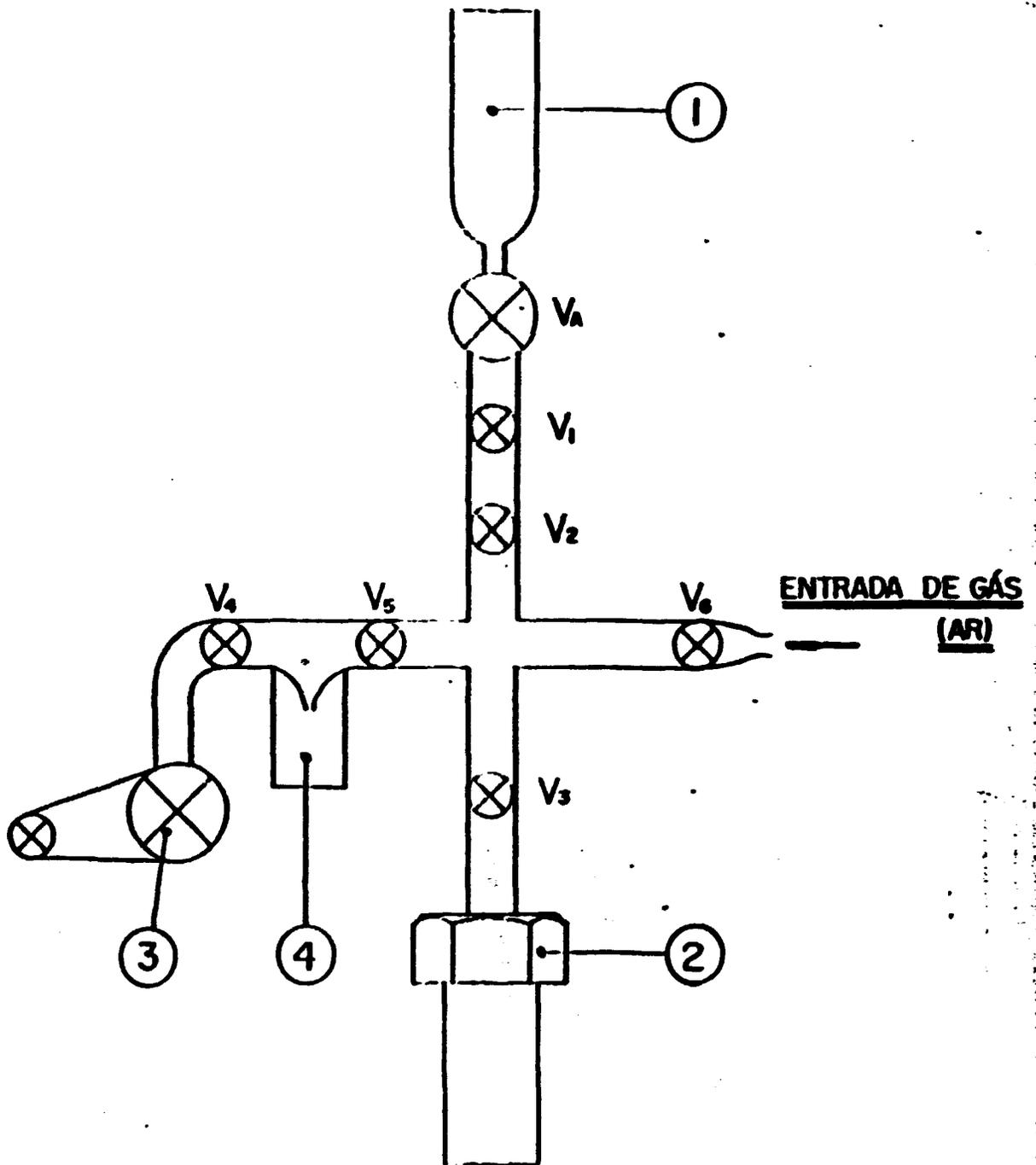
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. **ENCYCLOPEDIA OF CHEMICAL TECHNOLOGY**, 2. ed. New York, N.Y., John Wiley, 1966. V. 19 - p. 506-526.
2. **PRADO, L.** - Sistema de Transferência de Compostos Fluorados Gaseosos da Análise por Espectrometria Infravermelha. 1988 - IPEM -Pub. 149.

TABELA 1. DADOS DA TRANSFERÊNCIA DE UF₆

DESCRIÇÃO	MASSA DO COLETOR CHEIO (g)	MASSA DO COLETOR VAZIO (g)	MASSA TRANSFERIDA DE UF ₆ (g)
Ampola 102	175,36	162,01	13,35
Ampola 103	170,01	159,99	10,02
Ampola 104	173,04	160,32	12,72
Ampola 105	166,05	160,21	5,84
Ampola 106	169,05	160,09	8,96

SISTEMA DE TRANSFERÊNCIA DE UF₆



1. AMPOLA

2. COLETOR

3. BOMBA DE VÁCUO

4. TRAP (N₂ LIQUIDO)

AMPOLA (UF₆)



SISTEMA COLETOR DE AMOSTRA

