

DETERMINAÇÃO DE ALUMÍNIO EM UAl, POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA

Elizabeth Sonoda Keiko Dantas, Maria Aparecida Faustino Pires
Comissão Nacional de Energia Nuclear
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
Caixa Postal 51049, Pinheiros, CEP 05422-970 - São Paulo, SP, Brasil

RESUMO

Apresenta-se um método para a determinação do teor de alumínio em dispersões urânio-alumínio (UAl_x) aplicando-se a técnica de espectrofotometria de absorção atômica (AAS). O método consiste em dissolver pequena massa de amostra pulverizada, com ácido nítrico concentrado a quente. Em seguida, a amostra é levada até quase *secura* e retomada com ácido nítrico 0,1N. O alumínio é determinado após a separação prévia do urânio por precipitação com solução de hidróxido de sódio 30%. O limite de determinação encontrado para o alumínio foi de 5 µg/mL. O método apresentou-se reprodutível.

INTRODUÇÃO

Reatores nucleares do tipo MTR (Material Testing Reactors) utilizam elementos combustíveis baseados em dispersões alumínio-urânio[1,2]. Essas dispersões podem ser utilizadas também na produção de Mo⁹⁹. O diagrama de fase UAl[1] mostra a existência de três compostos intermetálicos: UAl₄, UAl₃ e UAl₂.

O IPEN está atualmente desenvolvendo um processo para a produção do pó UAl_x, mais especificamente o UAl₃, por este possuir maior quantidade de urânio em peso que o UAl₄ e UAl₂. A técnica aplicada para a preparação do UAl₃ é a fusão de UF₄ + Al com U metálico + Al. As matérias primas são fundidas em cadinho de Al₂O₃ empregando forno de indução.

Para a caracterização do pó de UAl_x é necessária a determinação entre outros elementos do alumínio, para o controle tanto do produto final quanto das etapas de preparação dessa dispersão.

Existem vários métodos na literatura[3,4,5,6,7] para a determinação de Al em diversas matrizes inclusive U[3,6]. A maioria deles é colorimétrico, espectrofluorimétrico ou espectrográfico.

Os métodos colorimétrico e espectrofluorimétrico são bastante sensíveis porém envolvem muitas etapas e são mais demorados.

O objetivo desse trabalho é estabelecer um método de determinação de alumínio por espectrofotometria de absorção atômica com chama, uma vez que esta é uma técnica rápida, precisa e exata.

PARTE EXPERIMENTAL

Equipamento. Foi utilizado o espectrofotômetro de absorção atômica Perkin Elmer modelo 5000, lâmpada de catodo oco de alumínio Perkin Elmer. A absorbância foi medida em 309,3 nm com uma banda espectral de 0,7 nm.

Reagentes. Solução padrão de alumínio Merck 1 mg/mL.

Amostra sintética UAl: pesaram-se 1,5111g de U₃O₈ nuclearmente puro e 0,3466g de alumínio metálico. A mistura U/Al metálico foi solubilizada com HCl p.a. concentrado e HNO₃ p.a. concentrado e levada a volume com água bidestilada em balão volumétrico de 500 mL.

Determinação de alumínio. Para estudar-se a determinação do alumínio em UAl_x, preparou-se uma solução sintética contendo aproximadamente 69% de U e 19% de Al. Pipetou-se uma alíquota de 25 mL dessa solução em bequer de

400 mL, completou-se o volume para 100 mL com água bidestilada e procedeu-se à separação do urânio por meio da precipitação com solução de NaOH 30%. Aqueceu-se para flocular o precipitado, filtrou-se com papel de filtro faixa branca e lavou-se bem o precipitado com água quente. O filtrado e as águas de lavagem foram recolhidos em balão volumétrico de 250 mL. O alumínio foi determinado nessa solução que contém aproximadamente 2,4% de NaOH. A precipitação é quantitativa não restando portanto urânio no filtrado.

Curva de calibração. Foi construída uma curva de calibração com solução padrão de alumínio na presença de aproximadamente 3% de NaOH. A curva é linear no intervalo de concentração de 10-50 µg Al/mL. O limite de determinação encontrado foi de 5 µg Al/mL.

Procedimento recomendado. Pesar em torno de 100 mg de amostra, solubilizar com quantidade mínima possível de HCl e HNO₃ concentrados a quente. Transferir para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água bidestilada. Pipetar 25 mL da solução, proceder à precipitação do U com NaOH 30%. Filtrar, lavar bem com água quente. Recolher o filtrado e as águas de lavagem em balão de 200 mL. Ler a absorbância do alumínio no espectrofotômetro de absorção atômica diretamente do balão contra curva de calibração construída na presença de NaOH. Obtém-se a concentração do Al em µg/mL utilizando a seguinte fórmula:

$$Al = \frac{L_A \times C_P \times f.d.}{A_P}$$

L_A = absorbância da amostra

C_P = concentração do padrão (µg/mL)

f.d. = fator de diluição

A_P = absorbância do padrão

Calcular a porcentagem do Al na liga UAl_x pela equação:

$$\%Al = \frac{C_{Al} \times V}{m \times 10000}$$

C_{Al} = concentração do Al em µg/mL

V = volume original da amostra

m = massa da amostra em gramas

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A determinação do Al na solução sintética indica que o método é bastante satisfatório. A amostra sintética foi analisada também por espectrometria de emissão atômica com plasma induzido (ICP-AES), seguindo o mesmo procedimento para a preparação da amostra. Os resultados encontram-se na Tabela 1.

Tabela 1 Análise de Al por AAS e ICP-AES

Técnica	Al adicionado ($\mu\text{g/mL}$)	Al encontrado ($\mu\text{g/mL}$)	DPR (%)
AAS	693,2	677 \pm 10	1,5
ICP-AES	693,2	654 \pm 12	1,8

Precisão. Para determinar a precisão do método, analisou-se a solução sintética cinco vezes. Os resultados encontram-se na Tabela 1.

Foi analisada também uma amostra real de UAl_x obtida no IPEN. A amostra foi analisada por AAS e ICP. Os resultados encontram-se na Tabela 2.

Tabela 2 Resultados da determinação de Al em liga UAl_x

Técnica	Al (%)*
AAS	17,8
ICP	17,7

*média de 3 determinações

Foi observado que a absorvância do Al quando na presença de NaOH em grandes concentrações, diminui com o tempo, portanto é aconselhável que se faça a medida da absorvância dos padrões e amostras tão próximas quanto possível. Se o número de amostras a serem medidas for muito grande recomenda-se que a absorvância dos padrões seja verificada de tempos em tempos entre a leitura das amostras.

CONCLUSÕES

O método de separação do urânio por meio da precipitação com NaOH foi o escolhido porque este é o procedimento seguido para a determinação do urânio em dispersões do tipo UAl_x . Portanto, pode-se determinar urânio e alumínio seguindo-se a mesma marcha analítica, economizando-se assim tempo e reagentes.

Como pode-se observar pelos resultados obtidos, o método de determinação do alumínio é bastante simples, rápido e preciso, podendo portanto ser utilizado rotineiramente nas análises de ligas do tipo UAl_x .

REFERÊNCIAS

- [1] THUMMLER, F.; NAZARÉ, S.; ONDRACEK, G. The technology of UAl_3 -Al irradiation test-plates. *Powder Metallurgy*, 10:264-87, 1967
- [2] MARIN, J.; CASTILLO, J.; CHÁVEZ, J.C.; HECHENLEITNER, H.; TESTART, E.; CORTEZ, D. Fabricacion de combustible tipo disperso (M.T.R.). *Nucleotecnica*, 11:11-36, 1966
- [3] JURSIK, M.L. Application of atomic absorption to the determination of Al, Fe and Ni in the same uranium-base sample. *Atomic Absorption Newsletter*, 6:21-23, 1967
- [4] HERNANDEZ, F.H.; ESCRICHE, J.M. Fluorimetric determination of aluminium with morin after extraction with

isobutyl methyl ketone. Part I. Fluorescence of the aluminium-morin complex in an Isobutyl methyl ketone-ethanol-water system. *Analyst*, 109:1585-88, 1984

[5] ESCRICHE, J.M.; HERNANDEZ, F.H. Fluorimetric determination of aluminium with morin after extraction with isobutyl methyl ketone. Part II. Extraction-fluorimetric determination of aluminium in natural and waste waters. *Analyst*, 110:287-90, 1985

[6] GOMIERO, L.A.; NASCIMENTO, M.R.L.; ABRÃO, A. Determinação espectrofluorimétrica de microquantidades de alumínio em urânio. *Publicação IEA*, 428, 1976, 5p.

[7] WIBERLY, S.E.; BASSET, L.G. Colorimetric determination of aluminum in steel. Use of 8-hydroxyquinoline. *Anal. Chem.*, 21:609-12, 1949.

ABSTRACT

A method for aluminum determination in uranium-aluminum dispersions (UAl_x) using atomic absorption spectrometry (AAS) is presented. The sample is dissolved in nitric acid, heated, dried, and made up the volume with 0.1N HNO_3 . The uranium is precipitated with 30% NaOH and the aluminum is determined in the solution after filtration. The determination limit achieved was $5\mu\text{g Al/mL}$. The method is reproducible.