

03.80.17

PQ-Q-FQ- 53

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

DIRECCION DE INVESTIGACION Y DESARROLLO

GERENCIA DE PROCESOS QUIMICOS

Departamento de Química

SELECCION DEL METODO DE IMPREGNACION DE SILICA-GEN CON NO_3Ag ,
PARA LA RETENCION DE IODO.

Por: Marcelo A. Molinari y Cristina A. Delfino

1980

SELECCION DEL METODO DE IMPREGNACION DE SILICA-GEL CON NO_3Ag ,
PARA LA RETENCION DE IODO.

Por: Marcelo A. Molinari y Cristina A. Delfino

RESUMEN

Se indican 2 métodos de impregnación: a) con pre-
vacío y b) a presión atmosférica, y los ensayos de eficiencia,
aprovechamiento de Ag y homogeneidad a que se sometieron los
materiales obtenidos. En base a ello se recomienda el procedi-
miento b) que, además es de más simple ejecución.

DIVISION FISICOQUIMICA

MARZO 1980

INDICE

	Página
1.- INTRODUCCION	1
2.- PARTE EXPERIMENTAL	1
2.1) Preparación del material	1
2.1.1) Método con pre-vacío	1
2.1.2) Método de impregnación directa	2
2.2) Análisis del contenido de Ag en el material impregnado	3
2.3) Análisis de homogeneidad de la sílica impregnada	3
2.4) Estudio de eficiencias	3
2.5) Cálculo de aprovechamiento de Ag en los lechos	5
3.- RESULTADOS	5
3.1) Método de impregnación con pre-vacío	5
3.1.1) Análisis del contenido de Ag y homogeneidad de la sílica impregnada	5
3.1.2) Estudio de eficiencias	6
3.1.3) Cálculo del aprovechamiento de Ag en los lechos	6
3.2) Método de impregnación directa	6
3.2.1) Análisis del contenido de Ag y homogeneidad de la sílica impregnada	6
3.2.2) Estudio de eficiencias	7
3.2.3) Cálculo de aprovechamiento de Ag en los lechos	7
4.- CONCLUSIONES	7
5.- BIBLIOGRAFIA	8
TABLAS I al IV	9-12
FIGURAS 1 al 3	13-15

1.- INTRODUCCION:

Uno de los materiales propuestos (1,2) para la retención de iodo radioactivo en efluentes gaseosos es sílica gel impregnada con NO_3Ag . En el presente informe se describirán dos métodos de impregnación ensayados y la serie de experiencias que llevaron a determinar cual es el mejor camino para obtener material impregnado en mayor escala.

Los dos métodos empleados fueron:

- a) Método de impregnación con pre-vacío, basado en de Wilhelm⁽³⁾.
- b) Método de impregnación directa a presión atmosférica.

Estos procedimientos representan dos extremos, máximo y mínimo, de dificultad operativa y adopción de técnicas especiales. Se eligieron con la intención de usar estos resultados para decidir si era necesario explorar otras posibilidades intermedias.

El propósito del presente informe es adelantar conclusiones sobre métodos de impregnación para lo cual solo se incluyen parámetros de importancia y se deja para informes posteriores una relación completa y detallada de los materiales estudiados y los resultados obtenidos.

2.- PARTE EXPERIMENTAL:

2.1) Preparación del material.

2.1.1) Método con pre-vacío.

Este método basado en el propuesto por Wilhelm consta de las siguientes etapas principales, usando los mismos materiales que figuran en la referencia⁽⁴⁾.

1) Pre-humidificación:

En esta etapa se mantiene la sílica gel a impregnar en un ambiente saturado de humedad por lo menos 24 horas. El fin de esta operación es evitar una ruptura apreciable de los granos al entrar en contacto el material seco con la solución de impregnación.

2) Impregnación:

Previo a la impregnación propiamente dicha se evacúa el material a 0,5-1 torr durante un tiempo de aproximadamente 5 minutos.

Posteriormente y en vacío se agrega la solución de NO_3Ag (Fig. 1) dejando luego que entre aire hasta alcanzar nuevamente la presión atmosférica.

Las proporciones de la solución de impregnación son las siguientes: para 100 g de sílica se requieren 18,9 g de NO_3Ag disueltos en 70 ml de H_2O , que es el volumen que alcanza a cubrir justamente toda la superficie de la sílica.

3) Secado.

Esta etapa se subdivide en dos operaciones de secado.

En el mismo balón que se usa en la etapa de impregnación se comienza a secar el material en baño de agua a ebullición y con rotación constante. Para favorecer el secado se hace vacío sobre el sistema hasta la presión alcanzable con una trompa de agua. Esta operación se prolonga por un período de 2 horas.

Finalmente se pasa el material a un cristalizador y se seca en estufa a 100°C , con agitación periódica, durante 19 horas.

4) Tamizado.

A pesar de la etapa de pre-humidificación el material se rompe algo al entrar en contacto con la solución, de modo que antes de usarlo se lo hace pasar por un tamiz malla ASTM-25 para eliminar los granos chicos.

2.1.2) Método de impregnación directa.

Este método es el más sencillo y directo que pudo emplearse como alternativa del anterior.

Las proporciones de sólido y solución se mantienen iguales a las del método de pre-vacío, de tal forma que la relación plata/sílica sea alrededor de 12%.

1) Pre-humidificación.

Esta etapa es igual a la del método anterior.

2) Impregnación.

Se coloca el material en un cristalizador y se vierte sobre él la solución de NO_3Ag ya preparada, se agita cuidadosamente

para asegurar homogeneidad en la impregnación.

3) Tiempo de impregnación.

Para asegurar una impregnación correcta se deja la sílica en contacto con la solución durante una hora y se agita periódicamente para lograr homogeneidad.

4) Secado.

El secado se realiza en estufa a 100°C por un período de 11 horas y con agitación periódica.

5) Tamizado.

Idem método anterior.

2.2) Análisis del contenido de Ag en el material impregnado.

Se utilizó el método de extracción en columna ya descrito en un informe previo⁽⁴⁾.

Sobre la solución así extraída se realizaron, por triplicado, determinaciones del contenido de Ag titulado con SCNK 0,1N.

2.3) Análisis de homogeneidad de la sílica impregnada.

Para estudiar la homogeneidad de la distribución de Ag en toda la masa de material impregnado, se tomaron 3 porciones diferentes de aproximadamente 2,5 g, usando un sistema de muestreo similar al de cuarteo. De las mismas se extrajo la Ag tal como se vió en el punto anterior.

Sobre cada porción de muestra se hicieron, por triplicado, análisis del contenido de Ag.

2.4) Estudio de eficiencias.

Para determinar cual es el método de preparación más apropiado se realizó un estudio de la eficiencia, para la retención de iodo, de cada uno de los materiales.

El sistema de determinación de eficiencias es básicamente el mismo que el citado en el informe anterior⁽⁴⁾. El iodo es generado in situ liberándolo de una solución de IK y IO_3K , cuya descripción consta en el mencionado informe.

Se preparó una solución de I^-/IO_3^- de la cual se tomaron 10 ml, a los cuales se le agregó ^{131}I , en la forma de INa , de manera de tener una actividad final que oscile entre 0,5 - 1 μCi . De esta solución así preparada 9 ml se trasvasaron al generador de iodo y 1 ml se separó en otro tubo, para ser considerado como medida de actividad inicial.

En el presente caso se armaron los lechos de material colocando delante de ellos un filtro de lana de vidrio con el objeto de detener los posibles aerosoles o salpicaduras que puedan provenir del generador.

Con el fin de lograr una mayor cantidad de datos con baja cantidad de iodo adsorbido se aumentó el número de lechos de medida de 4 a 8. Al aumentar así el número de lechos se hizo innecesaria la existencia de dos lechos de seguridad por lo cual se lo redujo a 1.

Para el método de cálculo, ya detallado en el informe previo, se utilizó las siguientes expresiones:

$$\eta = (1 - \frac{1}{DF}) \cdot 100$$

η = eficiencia

DF = factor de decontaminación

$$DF = \frac{C_o}{C_F}$$

C_o = sumatoria del número de cuentas de todos los lechos, incluyendo los de seguridad (cpm).

C_F = número de cuentas en los lechos de seguridad (cpm)

La carga de iodo se calcula de la siguiente forma:

$$g \text{ iodo lechos} = \frac{C_o \cdot 0,9}{C \text{ inicial}}$$

$$\text{g iodo en cada lecho} = \frac{\text{g iodo lechos 1 g}}{\text{g material en el lecho}}$$

2.5) Cálculo de aprovechamiento de Ag en los lechos.

Desde el punto de vista económico tiene gran importancia conocer y tratar de mejorar el aprovechamiento de Ag en cada lecho.

A partir de la cantidad de iodo retenido en cada lecho se calcula la cantidad estequiométrica de NO_3Ag consumido.

3.- RESULTADOS.

3.1) Método de impregnación con pre-vacío.

3.1.1) Análisis del contenido de Ag y homogeneidad de la sílica impregnada.

Se tomaron 4 muestras diferentes de cada material determinándose los siguientes resultados, para una de las partidas típicas (G').

fracción	% Ag
1	13,35
2	11,98
3	12,33
4	12,64

Valor promedio = 12,58 %

Desviación standard = 0,58

3.1.2) Estudio de eficiencias.

Dadas las dificultades inherentes al método, principalmente en lo referente a la regularidad de la liberación de iodo, la reproducibilidad lograda no es muy buena, por esta razón se realizaron varias experiencias con el mismo material procurando mejorar la estadística de datos.

Sobre este material se realizaron 6 experiencias, cuyos resultados se incluyen en la Tabla I.

En la Figura 2 se hallan registradas las distintas curvas de eficiencia versus carga que representan las experiencias realizadas.

3.1.3) Cálculo del aprovechamiento de Ag en los lechos.

En la Tabla II se resumen los datos de aprovechamiento de Ag para cada una de las experiencias realizadas y el valor promedio para cada longitud de lecho.

3.2) Método de impregnación directa.

3.2.1) Análisis del contenido de Ag y homogeneidad de la sílica impregnada.

De cada material se tomaron 3 porciones diferentes con las que se obtuvieron resultados que se ejemplifican en la siguiente Tabla para la partida I.

fracción	% Ag
1	8,26
2	8,30
3	8,22

Valor promedio = 8,26%

Desviación standard = 0,04 (esta desviación, presumiblemente, sería equivalente a la originada en la extracción y valoración de Ag^+ .)

3.2.2) Estudio de eficiencias.

Con este material se realizaron 5 experiencias. Los datos de eficiencia y carga se encuentran resumidos en la Tabla III.

En la Figura 3 se pueden ver las curvas de eficiencia versus carga para las distintas experiencias realizadas.

3.2.3) Cálculo de aprovechamiento de Ag en los lechos.

Los datos de aprovechamiento de Ag para cada lecho y su valor promedio para cada una de las experiencias se encuentran en la Tabla IV.

4.- CONCLUSIONES.

De la comparación de las Figuras 2 y 3 y Tablas I y III se ve que la diferencia entre valores de eficiencia entre ambos materiales no es significativa.

Por otro lado, aunque por el método de impregnación directa se obtiene un mayor porcentaje de polvo, y el contenido de Ag es menor, a igual carga el aprovechamiento de Ag es mayor para este material que para el preparado por el método de pre-vacío. (Ver Tablas II y IV).

Por estos motivos y dado que el método de impregnación directa es más sencillo, insume menos tiempo y es más económico, dicho método de impregnación es el que resulta aconsejable para ser adaptado a escala industrial.

BIBLIOGRAFIA

- 1) PQ-Q-FQ- 34 "Filtros para retención de Iodo. I) Sistema del Disolvedor".
- 2) PQ-Q-FQ- 40 . II) Sistema de Ventilación General.
- 3) Wilhelm, J.G. Schuettelkopfitt. "Inorganic Absorber materials for trapping of fission Product iodine" CONF. 700816 (Vol 2), pág. 568.
- 4) PQ-Q-FQ- 48. "Método para determinación de Eficiencia de Absorción de Iodo".

TABLA I

EFICIENCIA DEL MATERIAL G'

----- No se dispone de datos.

LECHO (cm)	EXPERIENCIA I		EXPERIENCIA II		EXPERIENCIA III		EXPERIENCIA IV		EXPERIENCIA V		EXPERIENCIA VI	
	η (%)	carga (mg I ₂ /g mat.)	η (%)	carga (mg I ₂ /g mat.)	η (%)	carga (mg I ₂ /g mat.)	η (%)	carga (mg I ₂ /g mat.)	η (%)	carga (mg I ₂ /g mat.)	η (%)	carga (mg I ₂ /g mat.)
2,5	54,84	104,56	42,38	196,84	27,69	265,16	27,57	341,00	30,53	273,76	31,97	229,36
5	84,27	52,28	61,48	98,42	50,31	132,58	50,07	170,50	53,02	136,80	55,40	114,68
7,5	96,56	34,85	78,88	65,61	71,73	88,39	68,85	113,68	75,03	91,25	75,42	76,45
10	99,60	26,14	87,83	49,21	87,72	66,29	82,84	85,25	89,59	68,44	91,28	57,34
12,5	---	---	94,68	39,37	97,97	53,03	94,32	60,20	99,26	54,75	98,37	45,85
15	---	---	96,54	32,81	99,94	44,19	99,46	56,83	99,68	45,63	99,88	38,23
17,5	---	---	97,52	28,12	99,98	37,88	99,98	48,71	99,95	39,11	99,94	32,77
20	---	---	---	---	99,99	33,15	99,99	42,65	99,98	24,22	99,99	28,67

TABLA II

APROVECHAMIENTO DE PLATA (Material G')

(% de Ag utilizado respecto de la Ag total)

LECHO (cm)	EXPERIENCIA I (%)	EXPERIENCIA II (%)	EXPERIENCIA III (%)	EXPERIENCIA IV (%)	EXPERIENCIA V (%)	EXPERIENCIA VI (%)	PROMEDIO (%)
2,5	28,1	53,2	71,7	92,2	74,0	62,0	63,53
5	7,0	13,3	17,9	23,0	18,5	15,5	15,87
7,5	3,1	5,9	8,0	10,2	8,2	6,9	7,05
10	1,8	3,3	4,5	5,8	4,6	3,9	3,98
12,5	----	2,1	2,9	3,7	3,0	2,5	2,84
15	----	1,5	2,0	2,6	2,1	1,7	1,98
17,5	----	1,1	1,5	1,9	1,5	1,3	1,46
20	----	----	1,1	1,4	0,8	1,0	1,08

----- No se dispone de datos.

TABLA III

EFICIENCIA DEL MATERIAL I

LECHO (cm)	EXPERIENCIA I		EXPERIENCIA II		EXPERIENCIA III		EXPERIENCIA IV		EXPERIENCIA V	
	η (%)	carga (mg I ₂ /g mat.)	η (%)	carga (mg I ₂ /g mat.)	η (%)	carga (mg I ₂ /g mat.)	η (%)	carga (mg I ₂ /g mat.)	η (%)	carga (mg I ₂ /g mat.)
2,5	14,70	304,36	25,67	212,83	25,57	242,07	23,76	234,83	20,23	276,87
5	32,04	152,22	48,86	106,42	46,57	121,03	44,72	117,42	42,35	138,43
7,5	47,66	101,45	67,97	70,94	64,04	80,07	63,11	78,28	59,33	92,29
10	61,20	76,09	81,52	53,21	78,26	60,52	77,18	58,71	75,20	69,22
12,5	71,66	60,87	91,23	42,57	89,97	48,41	90,14	47,00	86,63	55,37
15	80,54	50,73	97,44	35,47	97,11	40,34	96,99	39,14	96,49	46,14
17,5	88,17	43,48	99,18	30,40	99,83	34,58	99,64	33,55	99,49	39,55
20	-----	-----	99,59	26,60	99,997	30,26	99,998	29,35	99,98	34,61

----- No se dispone de datos.

TABLA IV

APROVECHAMIENTO DE PLATA (Material I)

(% de Ag utilizado respecto de la Ag total)

LECHO	EXPERIENCIA I (%)	EXPERIENCIA II (%)	EXPERIENCIA III (%)	EXPERIENCIA IV (%)	EXPERIENCIA V (%)	PROMEDIO (%)
2,5	125,3	73,0	93,0	80,6	94,98	91,38
5	31,3	18,3	20,8	20,1	23,74	22,84
7,5	13,9	8,1	9,2	9,0	10,6	10,16
10	7,8	4,6	5,2	5,0	5,9	5,70
12,5	5,0	2,9	3,3	3,2	3,8	3,64
15	3,5	2,0	2,3	2,2	2,6	2,52
17,5	2,6	1,5	1,7	1,6	1,9	1,86
20	----	1,5	1,3	1,3	1,5	1,40

----- No se dispone de datos.

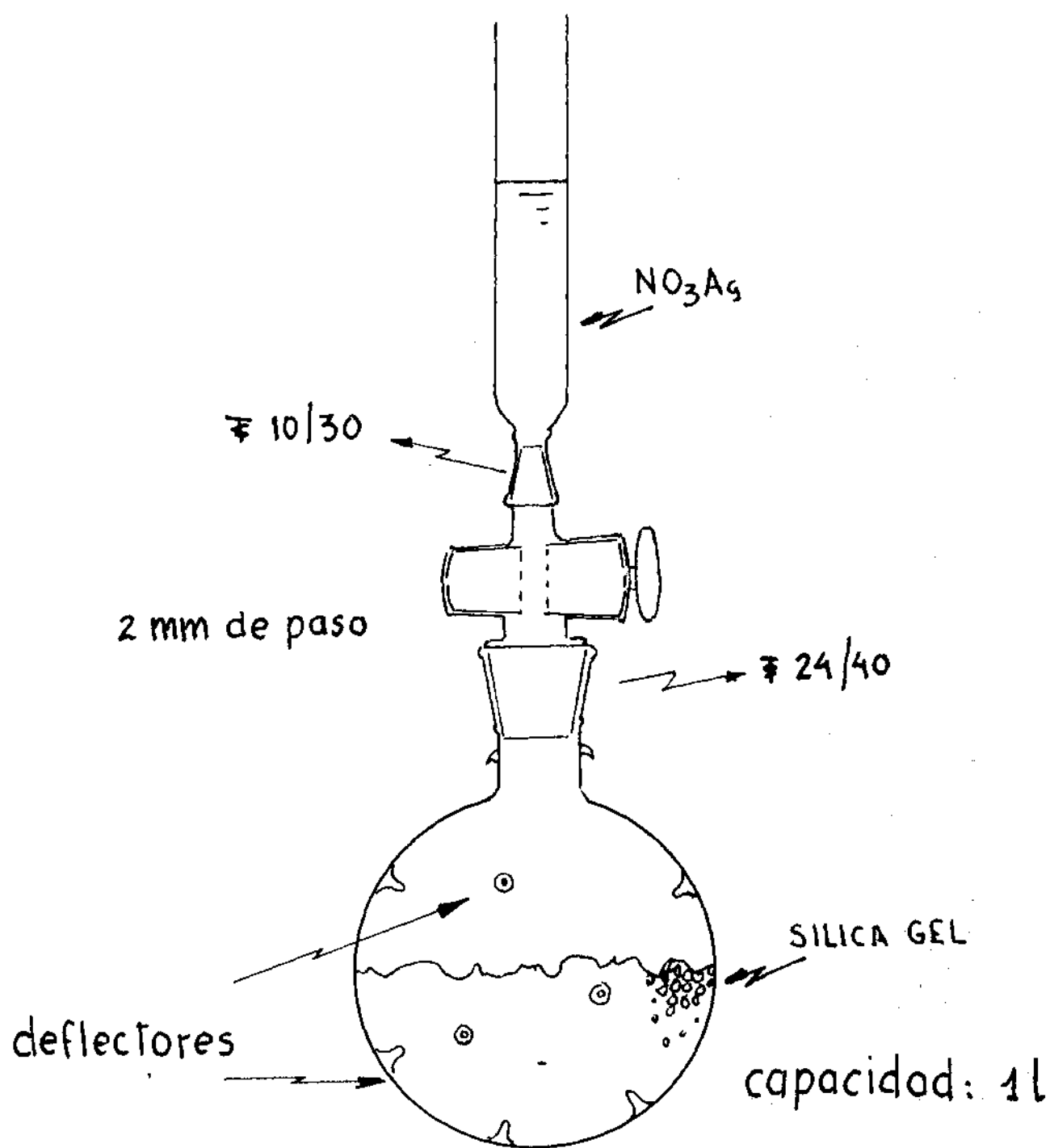


FIGURA 1

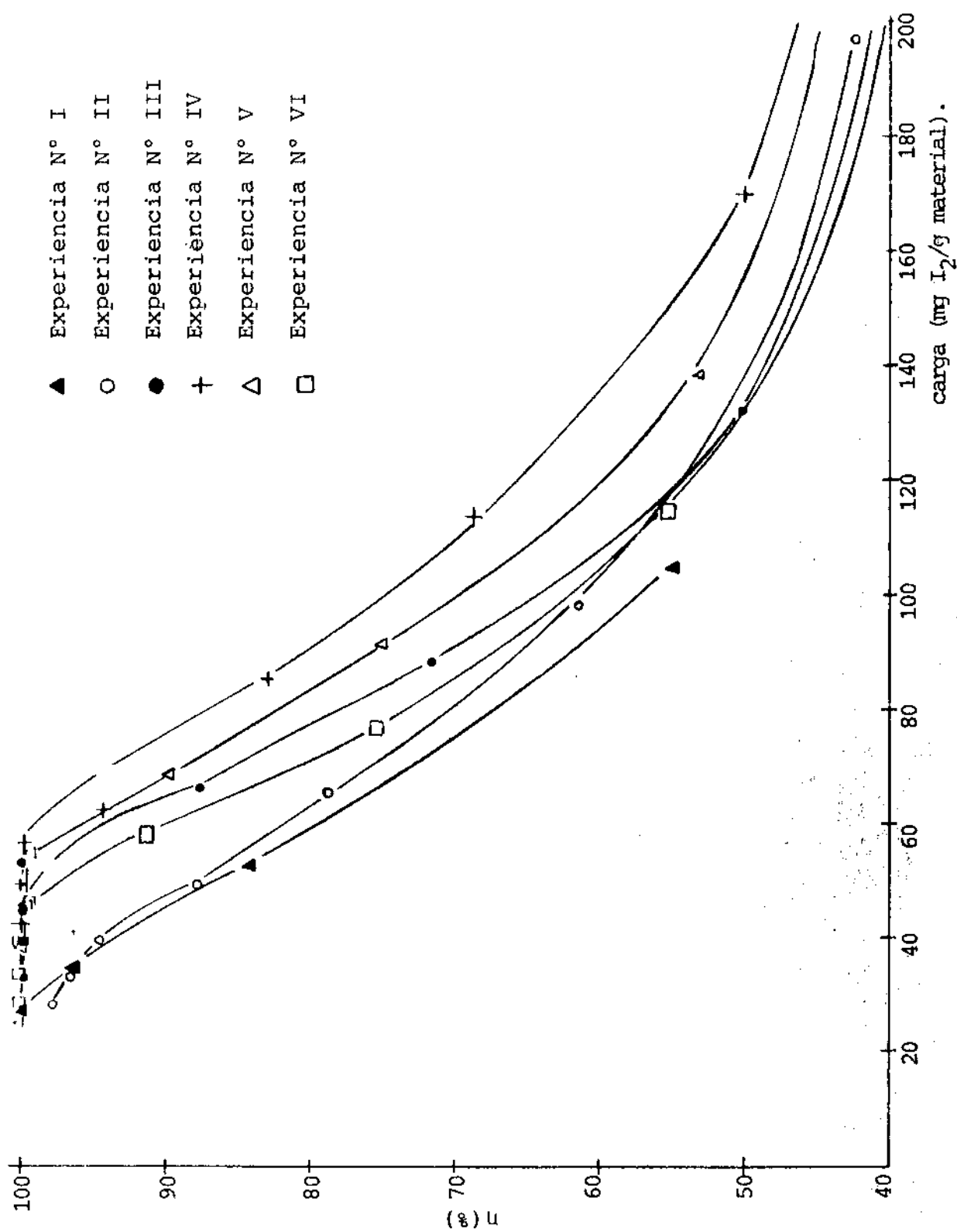


FIGURA 2

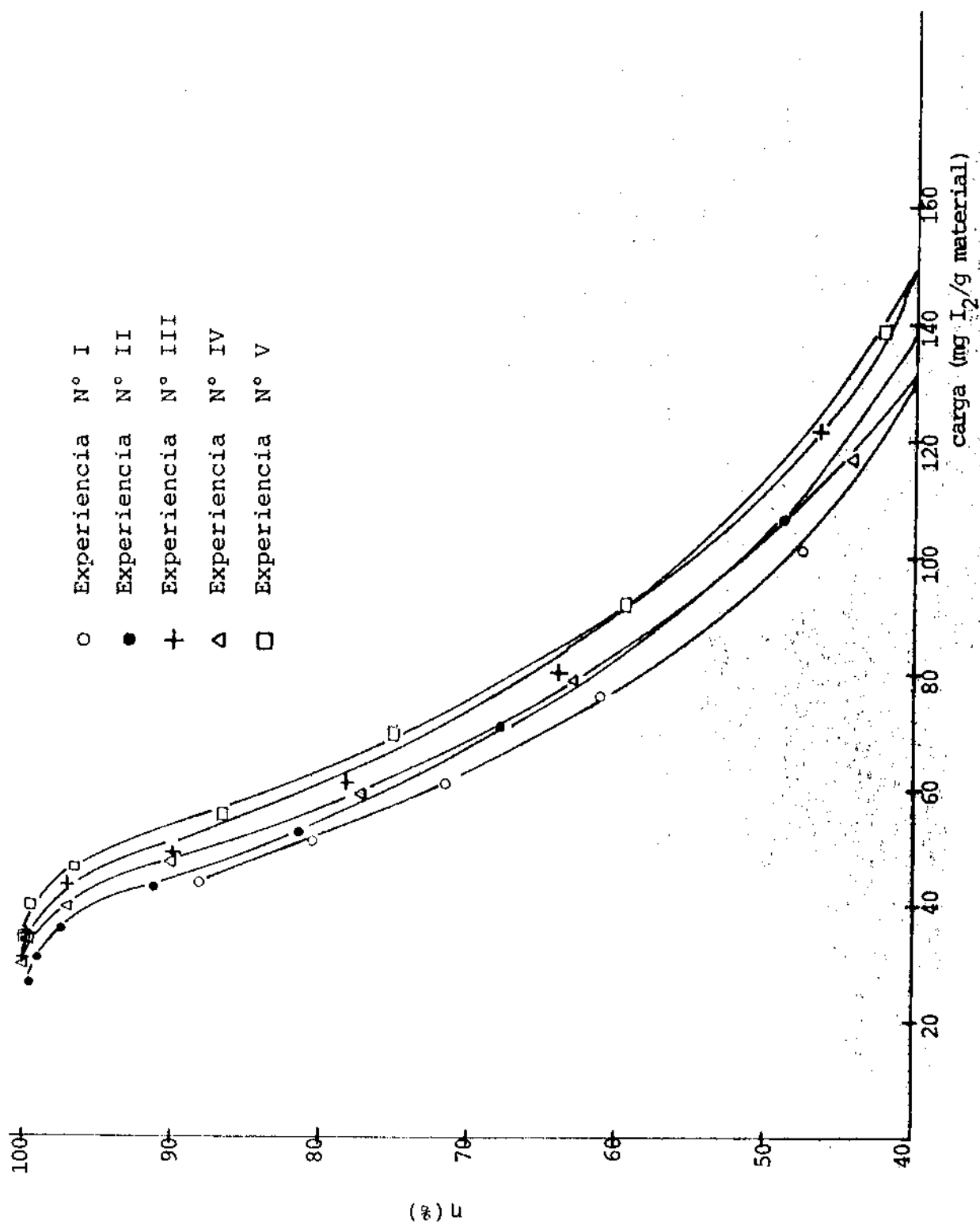


FIGURA 3