

PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MEZCLAS DE LÍQUIDOS DE CENTELLEO-ARCILLAS

F. Monroy-Guzmán, I. Rivero, M. Emeterio Hernández, I. Z. López Malpica, T. S. Jiménez Bravo, D.A. Sánchez Manjarrez

Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares
Carretera México-Toluca S/N, 52, Edo. de México.
fabiola.monroy@inin.gob.mx

RESUMEN

Líquidos de centello contaminados con radioisótopos son considerados como desechos mixtos, por contener materiales radiactivos y peligrosos. Estos desechos pueden ser tratados por absorción en arcillas para su almacenaje. Este trabajo presenta un estudio de absorción de líquidos de centelleo (LC) en arcillas con el fin de identificar los diversos parámetros involucrados en la absorción y desabsorción de los LC de la matriz. Se prepararon mezclas de arcillas-LC bajo diversas condiciones y se analizaron los materiales iniciales y las mezclas mediante DRX, IR y CG-Masas. Los resultados muestran que las arcillas están constituidas por aluminosilicatos, los LC por 3 elementos básicos: solvente, centellador y surfactantes, y las emulsiones LC-agua poseen la misma estructura química que los LC puros pero su solvatación deforma la distribución de su estructura. Pruebas de desabsorción de los LC de las arcillas fueron realizadas mediante extracción por solventes, utilizando thinner y una mezcla de hexano-etanol, y por aplicación de temperatura. En ambos casos se forma un precipitado.

1. INTRODUCCIÓN

Los líquidos de centelleo son ampliamente utilizados en la detección y cuantificación de radiactividad, gracias a que permiten transformar la energía de decaimiento de los radionúclidos en luz. Esta técnica de detección de radiactividad es conocida como centelleo líquido y es particularmente útil para cuantificar e identificar radioisótopos emisores beta puros de muy bajas energías, como es el caso del tritio (H-3) y el carbono-14.

Los líquidos de centelleo son una mezcla de solventes orgánicos del tipo: tolueno, xileno, pseudocumeno, etc., más compuestos orgánicos con propiedades fluorescentes como el naftaleno, el 2,5-difeniloxazol, el p-terfenil, etc. y surfactantes como el Triton N57 o el Hyamine 166, que permiten obtener soluciones homogéneas entre muestras acuosas y las soluciones centelladoras orgánicas [Bom-97].

La utilización de líquidos de centelleo en actividades de investigación, hospitalarias e industriales genera por tanto desechos clasificados como mixtos de acuerdo a la NOM-004-NUCL-1994, dada la presencia de material radiactivo y de compuestos orgánicos

catalogados como peligrosos NOM-052-SEMARNAT-2005 [NOM-94, 05]. Por tanto, éstos deben ser adecuadamente tratados para evitar su difusión al ambiente.

La gestión de estos desechos involucra varias etapas: segregación, tratamiento, acondicionamiento y almacenamiento temporal o definitivo. Entre los métodos de tratamiento no destructivos que han sido utilizados para contener este tipo de desechos, se encuentra la absorción en arcillas, polímeros o cementos, que tienen la función de contener y/o solidificar los desechos líquidos. Es importante considerar que estos tratamientos deben ser reversibles, para poder recuperar los desechos, en caso de que las matrices modifiquen sus propiedades debido a la radiación o por un cambio de normativa [TRS-402].

Considerando que el Departamento de Desechos Radiactivos del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares es el encargado de gestionar todos los desechos radiactivos generados en el país por actividades no energéticas, y que recibe para su tratamiento en promedio 850 L al año de desechos líquidos orgánicos, constituidos principalmente por líquidos de centelleo desechados por instituciones de salud y de investigación en nuestro país [Liz-09, Mon-08, Mon-09], se propone en este trabajo, estudiar la absorción de líquidos de centelleo por arcillas con el fin de identificar los diversos parámetros involucrados en la absorción y desabsorción de estos líquidos de su matriz sólida.

2. METODOLOGÍA

Se prepararon mezclas de arcillas extraídas del CADER (Centro de Almacenamiento de Desechos Radiactivos) y el líquido de centelleo INSTA-GEL XF.

2.1. Tamizado de arcillas

Arcillas provenientes del CADER, fueron muestreadas en 6 diferentes lugares: una entre los almacenes II y III (TA), otra en el extremo sur de predio (TN) y 4 en las trincheras a dos diferentes distancias (Ver tabla 1).

Tabla 1. Lugar de muestreo de arcillas provenientes del CADER.

CLAVE	LUGAR DE MUESTREO
TA	Entre almacenes II y II Arcilla de color amarillo
TN	Extremo sur del CADER. Arcilla de color negro
T7-4	Trinchera No. 7 a 4 m de longitud
T7-80	Trinchera No. 7 a 80 m de longitud
T5-4	Trinchera No. 5 a 4 m de longitud
T5-80	Trinchera No. 7 a 80 m de longitud

Antes de manipular las arcillas, éstas fueron caracterizadas radiológicamente para asegurarnos que estuviesen libres de material radiactivo. Para ello se cuantificaron aproximadamente unos 10 g de cada arcilla durante dos horas, en un sistema de espectrometría gamma constituido por un detector de Germanio Hiperpuro marca Canberra modelo 7229P unido a un multicanal ACUSPECTA-A de Canberra. Estos análisis mostraron que todas las arcillas provenientes del CADER poseen exactamente el mismo espectro gamma que el fondo natural, como lo demuestra la figura 1. Es importante mencionar que los fotopicos presentes en estos espectros pertenecen a radioisótopos naturales, como el potasio-40, el plomo-214, 212, bismuto-211 o actinio-228; éstos últimos forman parte de las cadenas radiactivas del uranio-238, 235 y torio-232.

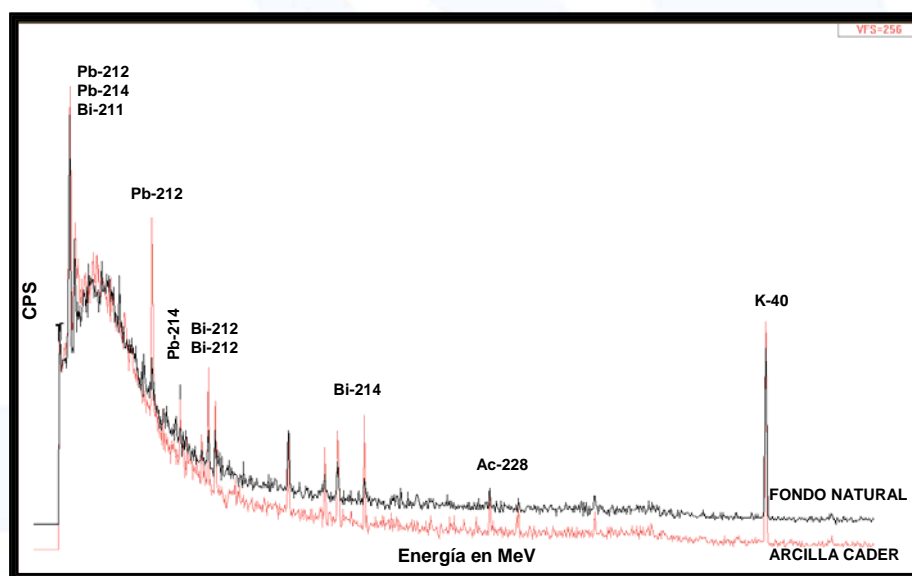


Figura 1. Espectros gamma de arcilla TA proveniente del CADER y fondo natural.

Las arcillas T7 y T5 fueron tamizadas a cuatro diferentes tamaños (Ver tabla 2): 4.75, 1.7, 0.71 y 0.3 mm, y en el caso de las TN y TN a: 1.18, 0.85, 0.6 y 0.25 mm. Se utilizaron tamices marca W.S. Tyler de mallas 4, 12, 24 y 50, y 16, 20, 30 y 60 respectivamente. La figura 2 presenta las distribuciones de los tamaños de partícula de cada arcilla. En general más del 40 % de las arcillas poseen un tamaño de partícula entre 1.7 y 0.71 mm, en el caso de las arcillas T5 y T7, en tanto que para las arcillas TA y TN estos porcentajes se presentaron en tamaños < 0.25 mm y > 1.18 mm respectivamente.

2.2. Preparación de emulsiones de líquido de centelleo-agua (LCA)

Se prepararon emulsiones con el líquido de centelleo Insta – Gel XF (IGXF) y agua destilada, a cuatro diferentes relaciones en peso (ver tabla 3).

Tabla 3. Condiciones de preparación de emulsiones líquido de centelleo/agua.

Clave	% peso IGXF:H ₂ O
IGXF50	50:50
IGXF72	72:28
IGXF90	90:10
IGXF93	93:7

MEMORIAS

Sección Química Nuclear

45 Congreso Mexicano de Química
 29 Congreso Nacional de Educación Química
 18 al 22 de septiembre de 2010, Riviera Maya Quintana Roo.

Tabla 2. Condiciones de tamizado de arcillas.

MUESTRA	TAMAÑO DE PARTÍCULA (mm)	PESO (g)
T7-4	TOTAL	1804
	> 4.75 mm	325
	4.75 – 1.7 mm	241
	1.7 – 0.710 mm	332
	0.710 – 0.3 mm	476
	<0.3 mm	9
	Muestra original	421
T7-80	TOTAL	2512
	> 4.75 mm	660
	4.75 – 1.7 mm	384
	1.7 – 0.710 mm	841
	0.710 – 0.3 mm	183
	<0.3 mm	2.6
	Muestra original	441
T5-4	TOTAL	2563
	> 4.75 mm	198
	4.75 – 1.7 mm	842
	1.7 – 0.710 mm	1085
	0.710 – 0.3 mm	107
	<0.3 mm	-----
	Muestra original	330
T5-80	TOTAL	2120
	> 4.75 mm	271
	4.75 – 1.7 mm	395
	1.7 – 0.710 mm	1110
	0.710 – 0.3 mm	60
	<0.3 mm	2
	Muestra original resto	283
TA	>1.18 mm	374
	1.18 – 0.85 mm	101
	0.85 – 0.6 mm	82
	0.6 – 0.25 mm	327
	<0.25 mm	817
TN	>1.18 mm	900
	1.18 – 0.85 mm	167
	0.85 – 0.6 mm	182
	0.6 – 0.25 mm	210
	<0.25 mm	254

MEMORIAS

Sección Química Nuclear

45 Congreso Mexicano de Química
 29 Congreso Nacional de Educación Química
 18 al 22 de septiembre de 2010, Riviera Maya Quintana Roo.

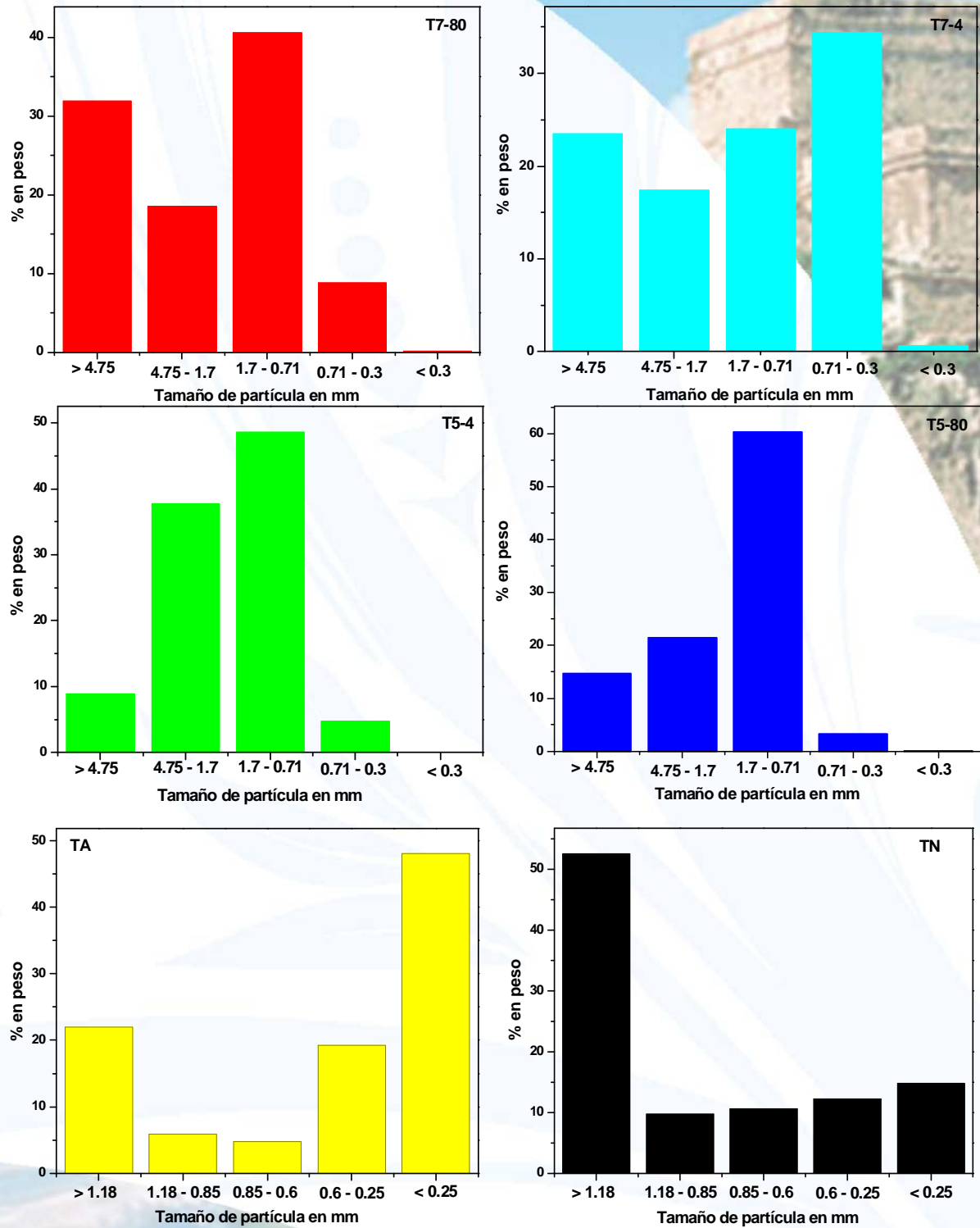


Figura 2. Distribución de pesos de arcillas.

2.3. Preparación de matrices inertes

La emulsión IGXF90 (líquido de Insta – Gel XF a una relación 90 – 10) previamente preparada, fue mezclada con la arcilla T7-4 (0.71-03 mm), bajo las condiciones mostradas en la tabla 4, hasta obtener una pasta perfectamente homogénea.

Tabla 4. Condiciones de preparación de matrices inertes.

Clave	arcilla T7-4 (g)	Emulsión IGXF90 (g)	Relación IGXF90/T7-4
T7-4-IGXF90-0.5	8.9448	0.5423	0.06
T7-4-IGXF90-1	8.8387	1.0331	0.12
T7-4-IGXF90-2	8.6289	2.1108	0.24
T7-4-IGXF90-3	8.6719	3.0251	0.35

El porcentaje de saturación de las arcillas: T7-4 (0.71-0.33 mm), T5-80 (0.71-0.33 mm), TN (0.6-0.25 mm) y TA (0.6-0.25 mm) por el líquido de centelleo Insta–Gel XF (IGXF) fue determinado mediante la siguiente metodología: se pesó una columna cromatográfica de vidrio marca Wheaton de 20 mm de ancho por 80 mm de largo, perfectamente limpia y seca, se adicionaron aproximadamente 4 g de arcilla T7-4 a la columna y se pesó nuevamente la columna. Finalmente se agregó el IGXF a la columna hasta que la arcilla estuviera completamente humedecida. Se dejó escurrir el exceso de IGXF de la columna y ésta se volvió a pesar. Esta determinación se realizó por triplicado.

2.4. Desorción de líquidos de centelleo de arcillas

Un estudio preliminar de desorción de los líquidos de centelleo de las matrices inertes fueron llevadas a cabo mediante dos procedimientos: destilación y extracción [Alo-98, Don-91, EM-97].

2.4.1. Termo-desorción

La matriz inerte T7-4-IGXF90-3 fue seleccionada para realizar las pruebas de desorción mediante temperatura. 9 g de esta matriz fueron colocados en un sistema de destilación, calentado a baño María, a una temperatura aproximada de 40°C por alrededor de 4 horas y media.

2.4.2. Extracción

Las pruebas de extracción se llevaron a cabo con dos solventes [Alo-98, Don-91]: thinner comercial y la mezcla etanol (58 %) –hexano (42 %), en la matriz inerte T7-4-IGXF preparada a partir de la arcilla T7-4 con un tamaño de partícula de 0.7-0.33 mm y el líquido de centelleo INSTAGEL-XF. Estos solventes fueron elegidos por que su solubilidad es cercana a la de los compuestos contenidos en el líquido de centelleo INSTAL-GEL-XF. Se colocaron las matrices en columnas cromatográficas marca Wheaton, se adicionaron 5 mL del solvente y se dejó escurrir el solvente por la columna. En el caso de la mezcla etanol/hexano, se realizó un aprueba en un frasco, el extracto fue retirado en este caso mediante una pipeta Pasteur después de que la arcilla estuviera totalmente decantada (Ver tabla 5).

Tabla 5. Condiciones de extracción de líquidos de centello en matrices inertes

Matriz	Masa (g)	Solvente	Extracción
T7-4-IGXF	0.5209	EtOH /hexano 58:42	columna
T7-4-IGXF	0.5011	thinner	columna
T7-4-IGXF	0.9963	EtOH /hexano 58:42	frasco

2.5. Caracterización de materiales

La densidad aparente de las arcillas fue determinada mediante el método gravimétrico. Para ello se pesó la arcilla contenida en aproximadamente 10 mL en una probeta graduada de vidrio de 25 mL.

2.5.1 Difracción de Rayos-X (DRX)

Todas las arcillas, sin tamizar, provenientes del CADER fueron analizadas mediante DRX, así como a los siguientes tamaños de partícula: 0.710 – 0.3 mm para la arcilla T7-4, 1.7 – 0.710 mm en la T5-4, y <0.25 mm en el caso de las arcillas TA y TN. Para ello se utilizaron aproximadamente 0.5 g de arcillas, que fueron analizadas en un difractor de rayos-X, marca Siemens modelo D5000 equipado con un tubo de cobre, $\lambda=1.5406 \text{ \AA}$, un filtro de níquel y una biblioteca de difractómetros de compuestos cristalinos EVA 13,0,0,3, (copyright ®Broker-AXS, 1996-2207). Las

condiciones de operación del difractómetro fueron las siguientes: ángulo 2Θ , de 25 a 70, 25 mA, 35 KV, tiempo de cuantificación 30 min.

2.5.2. Espectrofotometría infrarroja (IR)

El líquido de centelleo INSTA-GEL XF (IGXF), las emulsiones y matrices inertes enlistadas en la tabla 3 y 4, y los eluatos y matrices resultado de las pruebas de destilación y extracción fueron analizados en un espectrofotómetro IR, modelo Magna 550, Marca Nicolet. Para el análisis de las muestras líquidas se utilizaron ventanas circulares de 25x4mm de bromuro de potasio (KBr) y fluoruro de bario (BaF_2), y para las sólidas se hicieron pastillas con bromuro de potasio (KBr) libre de humedad (deshidratado a 110°C durante 2 horas).

2.5.3 Cromatografía de gases acoplado a espectrometría masas (GC-MASAS)

Todas las muestras líquidas fueron analizadas mediante GC-Masas en un cromatógrafo Marca Agilent Technologies 6890 N Network GC. System, y Agilent 5973 Network y un espectrómetro de masas: Mass Selective Detector, Monitor Hp 91. Se utilizó una columna HP-5MS de 30 metros de longitud con un diámetro interior de 0.25 μ m y un espesor de 0.25 μ m. Para la muestra del líquido de centelleo INSTA-GEL XF puro se tomaron 50 μ L de ésta y se disolvieron en 1.5 mL de cloroformo, el cual fue el solvente patrón. El análisis fue desarrollado en el modo de entrada split con la metodología de rampas de temperatura descrita en la tabla 6 y figura 3. El intervalo de temperatura de análisis fue de 80 a 300°C; iniciándose a 80°C y permaneciendo esta temperatura 1 min, posteriormente se aumenta la temperatura 11°C por min hasta alcanzar 180°C, después se incrementa 2°C por cada 3 min hasta 200°C y finalmente la temperatura aumenta 11°C por min hasta alcanzar 300°C. El tiempo total de análisis fue de aproximadamente 35 minutos.

Tabla 4. Método de análisis de muestras IGXF en cromatógrafo de gases-masas.

RAMPA	Velocidad de calentamiento ° C/min	Temperatura ° C	Tiempo min
INICIAL	0	80	1.0
RAMPA 1	11	180	1.0
RAMPA 2	2	200	3.0
RAMPA 3	11	300	1.0

Las muestras IGXF90 (ver tabla 3) fueron analizadas mediante tres métodos de preparación: en el primer caso se tomaron 5 μL de IGXF90 y se adicionaron a 10 mL de cloroformo, se agitó la mezcla, se dejó reposar hasta ver la separación de fases y finalmente se extrajo la fracción orgánica. De esta fase se tomaron entonces 1.5 mL para la inyección directa en el cromatógrafo de gases – masas. El segundo método de preparación se tomaron 5 μL de la muestra IGXF90 y se disolvió en 10 mL de metanol. En el tercero, se tomaron 5 μL de la muestra IGXF90 y se disolvió en 10 mL de cloroformo.

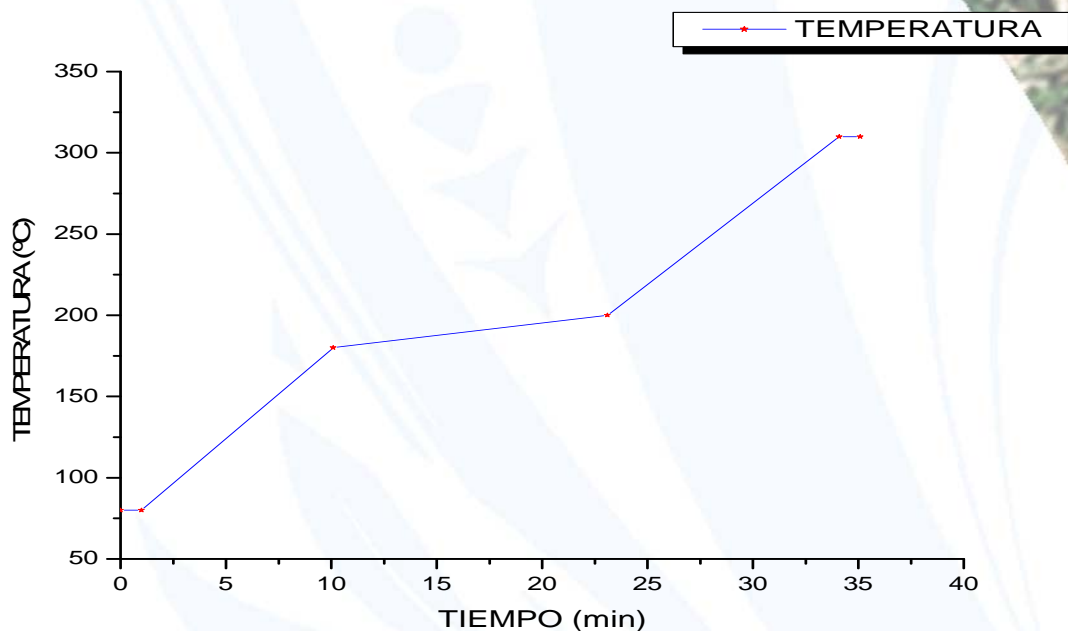


Figura 3. Método de análisis en el cromatógrafo de gases – masas.

3. RESULTADOS

En la tabla 5 se presentan las densidades de las arcillas T7 y T5 en función de su tamaño de partícula. En general, la densidad de las arcillas disminuye al aumentar el tamaño de partícula.

3.1. Arcillas

La figura 4 presenta los difractogramas de las arcillas muestreadas en el CADER. De acuerdo a la biblioteca EVA 13,0,0,3 [EVA-07] las arcillas están constituidas

básicamente por las siguientes fases cristalinas: albita [$\text{Na}(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_8$], cristobalita [SiO_2], cuarzo [O_2Si] y ferroactinolita [$(\text{Ca}, \text{Na}, \text{K})_2\text{Fe}_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$]. Prácticamente todas las arcillas poseen la misma composición química, sin embargo existen algunas diferencias en cuanto a proporciones de cierto compuestos, como es el caso del cuarzo en la muestra T7-4.

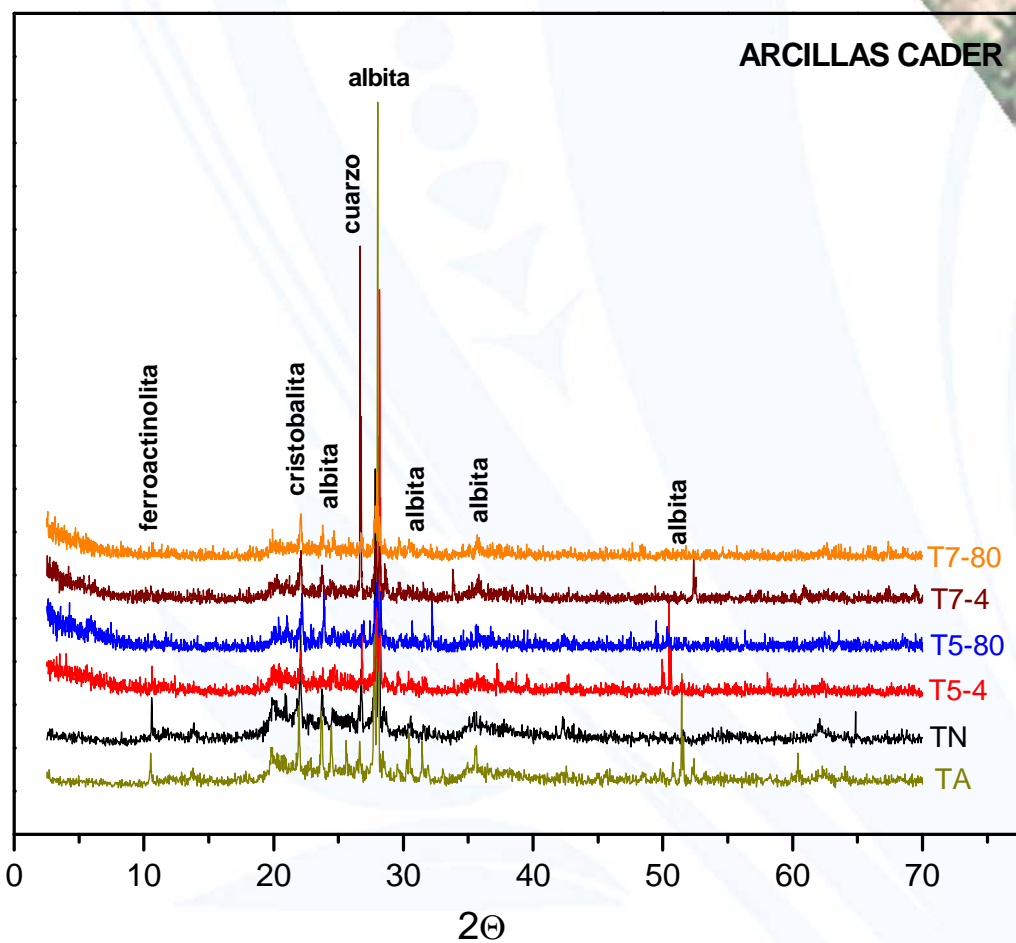
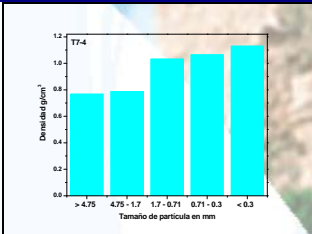
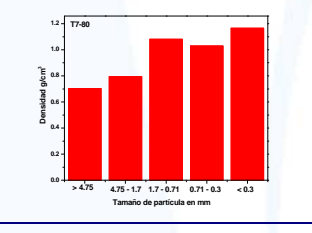
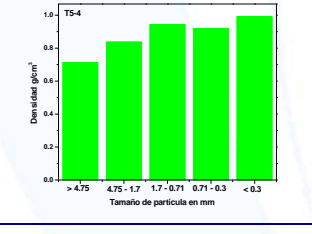
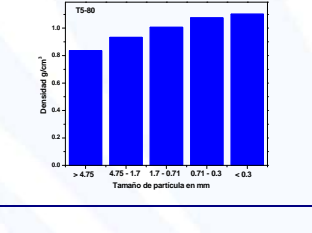


Figura 4. Difracción de rayos-X arcillas CADER.

Tabla 5. Densidad de arcillas en función del tamaño de partícula.

MUESTRA	TAMAÑO DE PARTÍCULA (mm)	DENSIDAD (g/cm ³)	DISTRIBUCIÓN DE DENSIDADES
T7-4	> 4.75 mm 4.75 – 1.7 mm 1.7 – 0.710 mm 0.710 – 0.3 mm <0.3 mm	0.767 0.786 1.031 1.064 1.130	
T7-80	> 4.75 mm 4.75 – 1.7 mm 1.7 – 0.710 mm 0.710 – 0.3 mm <0.3 mm	0.703 0.794 1.081 1.03 1.166	
T5-4	> 4.75 mm 4.75 – 1.7 mm 1.7 – 0.710 mm 0.710 – 0.3 mm <0.3 mm	0.713 0.837 0.941 0.919 0.989	
T5-80	> 4.75 mm 4.75 – 1.7 mm 1.7 – 0.710 mm 0.710 – 0.3 mm <0.3 mm	0.837 0.934 1.007 1.075 1.102	

3.2. Emulsiones de líquidos de centelleo-agua

Los espectros de infrarrojo de las emulsiones Insta-Gel XF y agua presentados en la figura 5, evidencian la modificación estructural de los líquidos de centelleo cuando éstos son mezclados con agua, aun cuando las emulsiones guarden prácticamente la misma composición. La aparición del pico de absorción IR en 3424 cm⁻¹ manifiesta la presencia del agua en la estructura de la emulsión. A mayores concentraciones de agua, el pico se ensancha y su intensidad aumenta. Las variaciones en forma e intensidad de los picos de estiramiento de los grupo C-H (alifático) en 2927 y 2866 cm⁻¹, C=C en 1611 y de flexión de C=C (1511 cm⁻¹) y C-N en 1112, hacen patente que la

presencia del agua modifica la configuración de las moléculas del líquido de centelleo, causadas posiblemente por su solvatación [Rao-63].

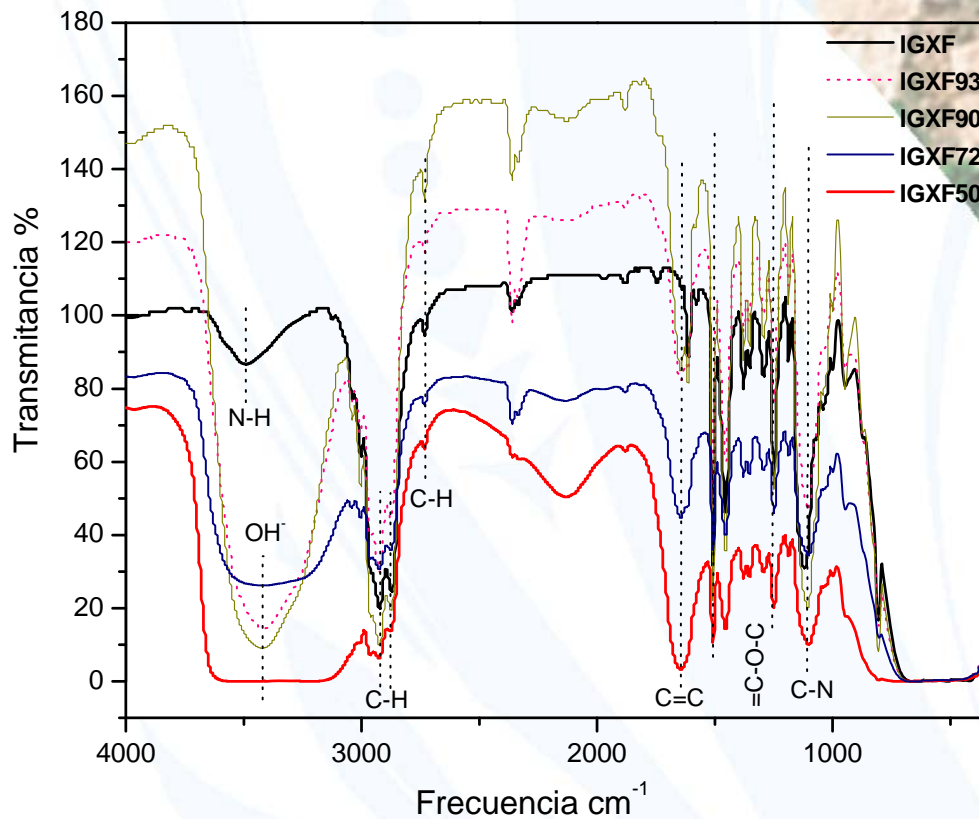


Figura 5. Espectros de infrarrojo de las emulsiones líquido de centelleo-agua.

De acuerdo al análisis de cromatografía de gases-masas del líquido de centelleo puro (IGXF) (Ver Fig. 6), éste está constituido básicamente por 1,2,4 trimetilbenceno (pseudocumeno), como solvente, por 2,5 difeniloxazol como material centellador y por agentes surfactantes del tipo: TTAB (bromuro trimetil de amonio de tetradecil), nonilfenol, fenilalcanos (1-propildencil benceno, 1-metildodecil benceno), etc. y en muy bajas proporciones por alrededor de una decena de compuesto aromáticos como por ejemplo: 2,6 diisopropilnaftaleno, otloxibenceno, 1,4-bis[2-2-metilfe] beneceno, etc.

Los análisis de masas efectuados en las muestras IGXF90 y IGXF93 revelan que el solvente del líquido de centelleo, el 1,2,4 trimetilbenceno no está presente en estas

muestras, en tanto que el 2,5 difeniloxazol si, así como algunos de los surfactantes como el nonilfenol. La desaparición del solvente de las emulsiones, en nuestros cromatogramas, puede atribuirse al hecho de que, durante la extracción con cloroformo, al romperse la emulsión, éste extrajo selectivamente al centellador y los surfactantes.

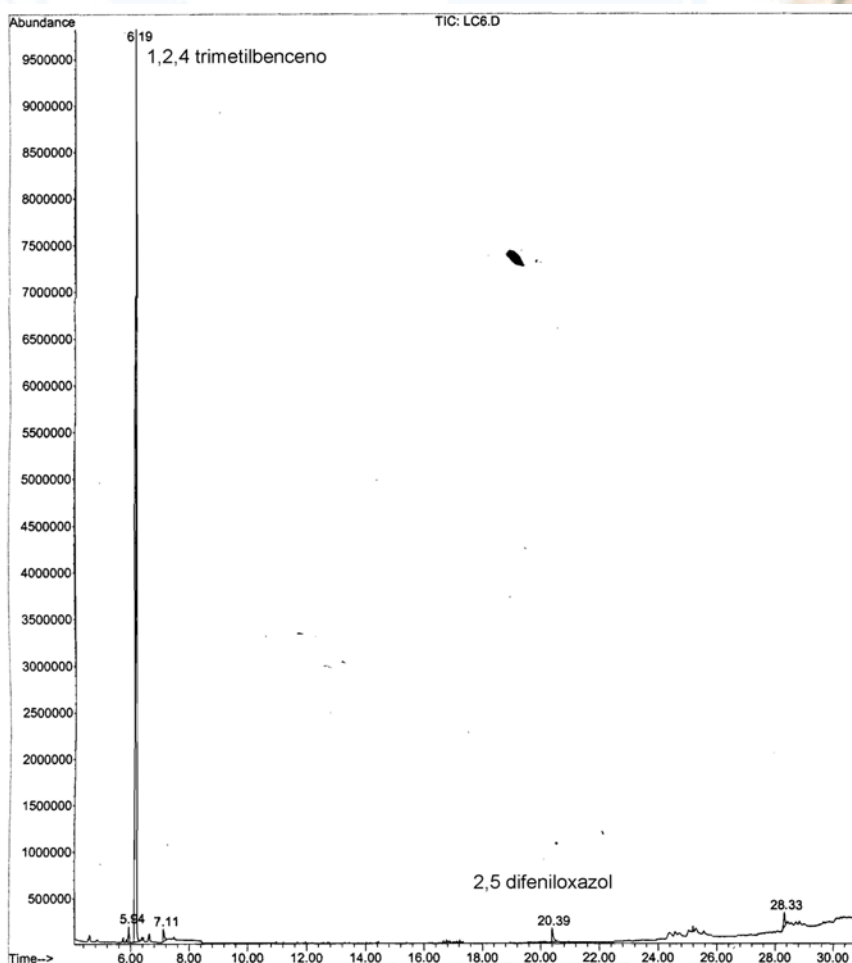


Figura 6. Espectro de cromatografía gases del líquido de centelleo puro INSTAGEL-XF (IGXF).

3.2. Matrices inertes: arcillas-líquido de centelleo

La capacidad máxima de las arcillas para absorber el líquido de centelleo Insta-Gel XF (IGXF) y las emulsiones IGXF90 se enlista en la tabla 6. En promedio las arcillas soportan hasta un 44 % en peso de líquidos de centelleo, excepto en el caso de la T7-4, la cual presenta una menor capacidad de absorción (33.5%), debido muy

probablemente a que está compuesta por una mayor concentración de cuarzo que el resto de las arcillas, como se muestra en la figura 3. En el caso de las emulsiones, con una relación IGXF/T7-4 de 0.3 (Ver tabla 4) se alcanza prácticamente la capacidad máxima de absorción de la arcilla.

Tabla 6. Capacidad máxima de absorción de arcillas.

Clave	% Absorción de IGXF en T7-4
T7-4-IGXF-S	33.52
T5-80-IGXF-S	44.39
TN-IGXF-S	47.54
TA-IGXF-S	44.60
T7-4-IGXF90-0.5	6.06
T7-4-IGXF90-1	11.68
T7-4-IGXF90-2	24.46
T7-4-IGXF90-3	34.88

La figura 7 presenta los espectros de infrarrojo de la arcilla T7-4, del líquido de centelleo IGXF, así como de la matriz inerte T7-4-IGXF-S y del eluato resultante de la prueba de capacidad máxima de absorción (ET7-4-IGXF-S). El espectro de la arcilla T7-4 es característico de los aluminosilicatos [Van-76], el cual se ve ligeramente modificado cuando la arcilla es mezclada con el líquido de centelleo (T7-4-IGXF-S). En este caso aparecen picos característicos del IGXF en las regiones $2920-2860\text{ cm}^{-1}$ (C-H), 1510 cm^{-1} (C=C) y 1120 cm^{-1} (C-N) principalmente. Los espectros de T7-4-IGXF-S y del eluato resultante ET7-4-IGXF-S son iguales. Esto nos indica que el líquido de centelleo no sufre modificaciones en su estructura al estar en contacto con la arcilla.

Los espectros de infrarrojo de las matrices preparadas a base de las emulsiones IGXF90 (Ver figura 8) presentan perfiles muy semejantes a los de la arcilla T7-4, conteniendo algunos picos característicos de los grupos funcionales pertenecientes a los líquidos de centelleo y emulsiones (Ver figura 5, 7 y 8) en particular aquellos de las frecuencias $3000-2860\text{ cm}^{-1}$ (C-H); y únicamente en el caso de las mezclas preparadas con relaciones IGXF90/T7-4 de 0.3 (T7-4-IGXF90-3) también se exhiben los picos 1511 cm^{-1} (C=C) y 1457 cm^{-1} . El espectro de la muestra T7-4-IGXF90-1, relación IGXF90/T7-4 de 0.12, presenta el espectro mejor definido de esta serie.

MEMORIAS

Sección Química Nuclear

45 Congreso Mexicano de Química
29 Congreso Nacional de Educación Química
18 al 22 de septiembre de 2010, Riviera Maya Quintana Roo.

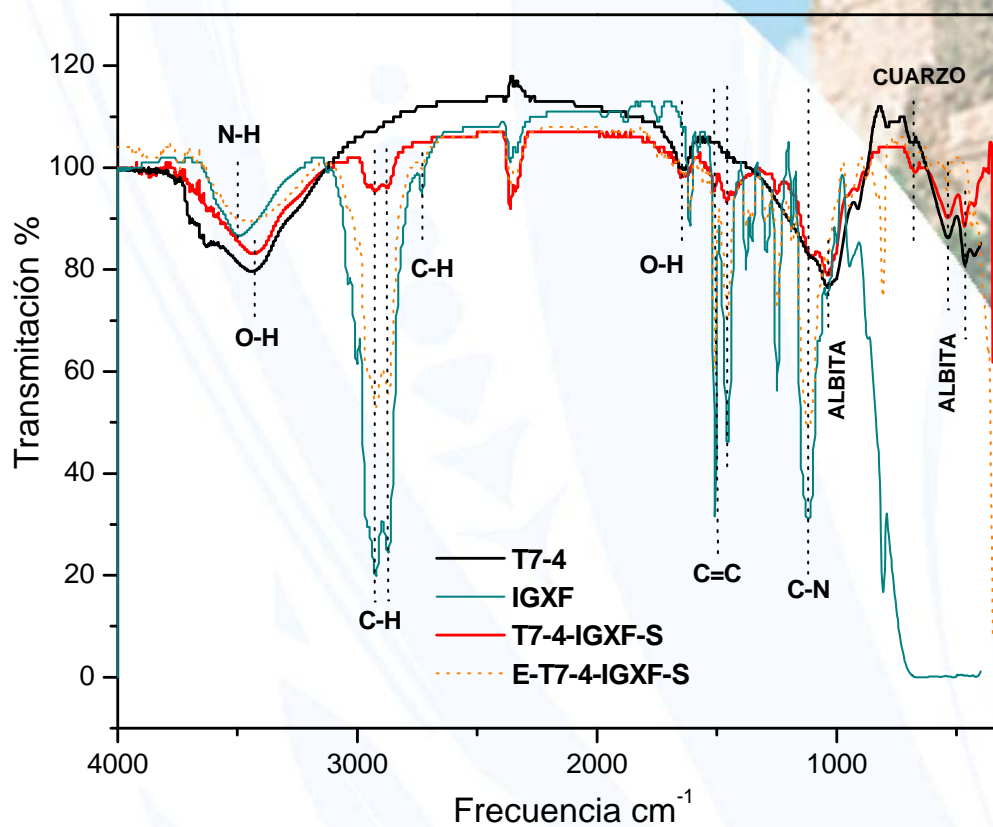


Figura 7. Espectros infrarrojos de la arcilla T7-4 saturada con líquido de centelleo Instagel XF (IGXF).

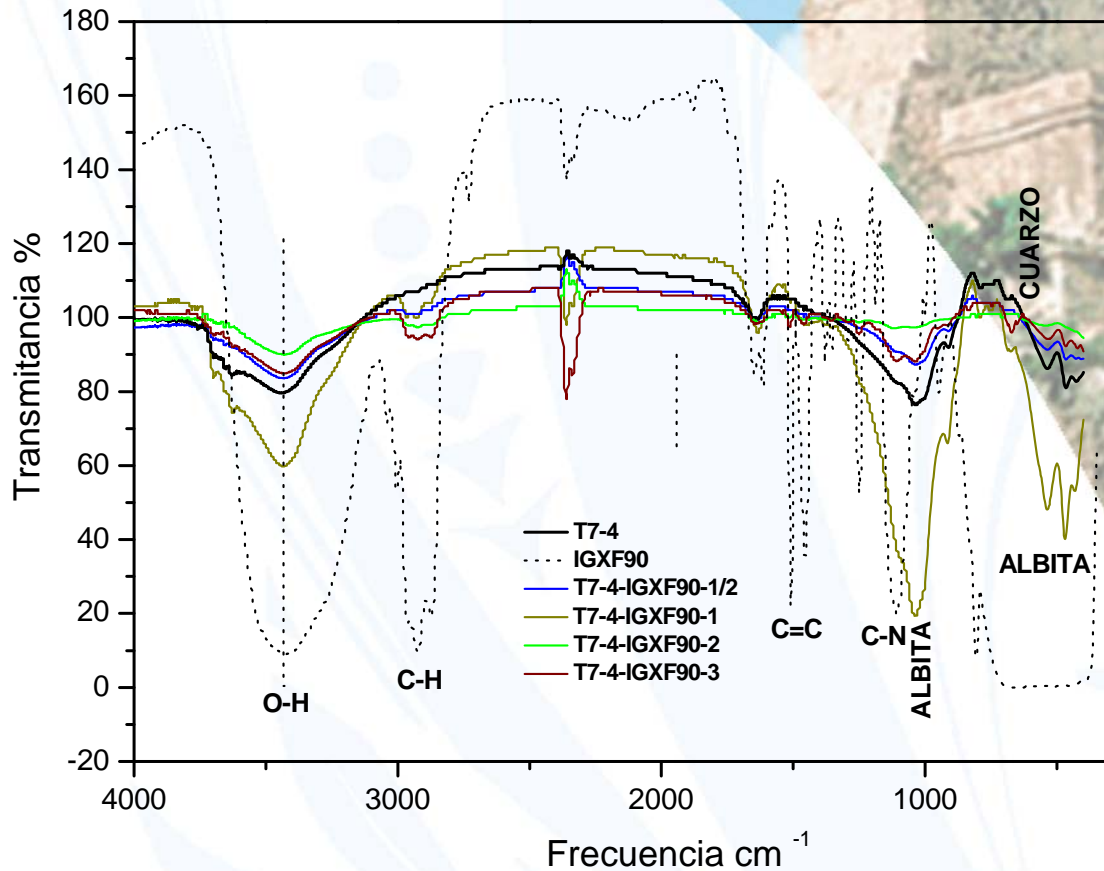


Figura 8. Espectros infrarrojos de matrices inertes a base de arcillas (T7-4) y emulsiones (IGXF90).

3.2.1 Termo-desabsorción de líquidos de centelleo de arcillas

La desabsorción de las mezclas líquido de centelleo-arcillas (T7-4-IGXF90-3) mediante la aplicación de temperatura, no es factible, pues no se recupera en fase líquida al IGXF90, en su lugar aparece un precipitado color amarillo en la arcilla que de acuerdo a los análisis de infrarrojo, esta mezcla (T7-4-IGXF90-3-Arcilla-Termodesabsorción y T7-4-IGXF90-3-R-sólido) posee prácticamente los mismos perfiles que la muestra original (T7-4-IGXF90-3), como se muestra en la figura 9.

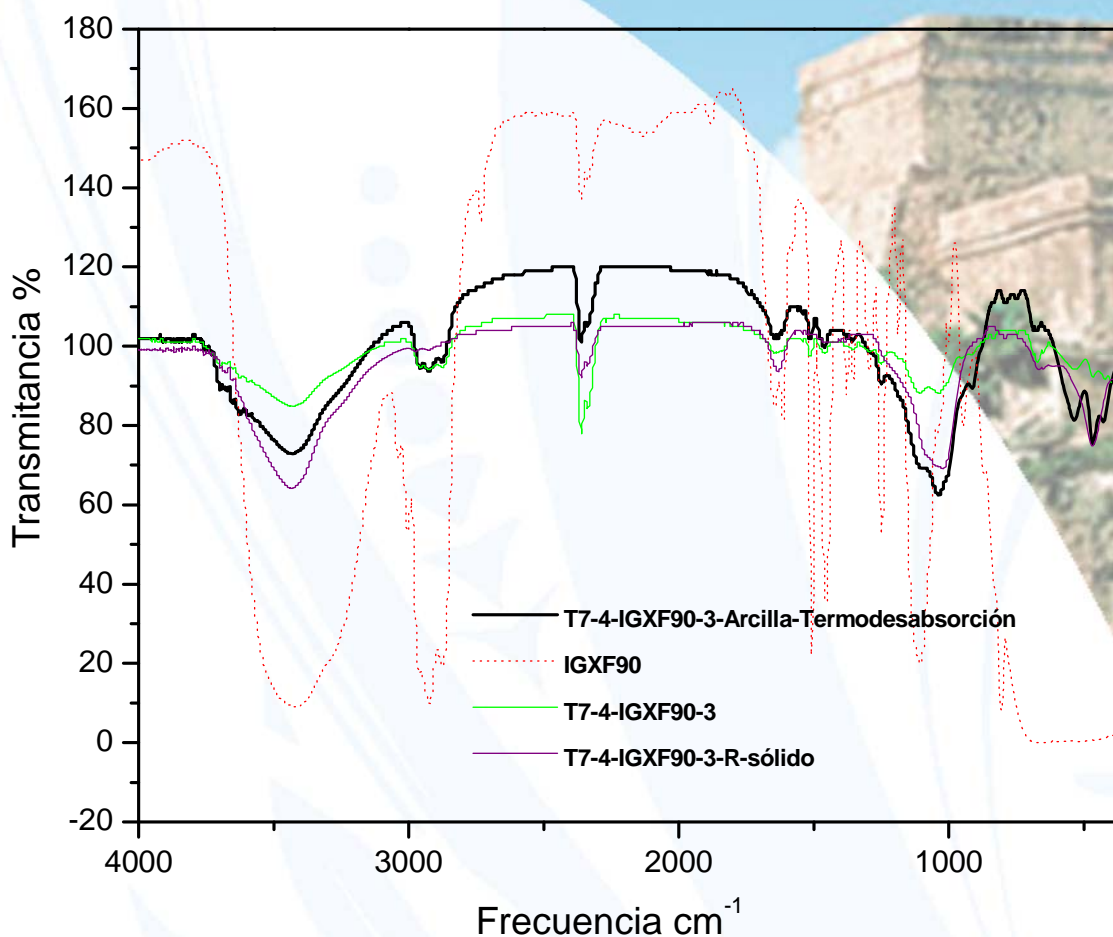


Figura 9. Espectro de infrarrojos de residuos de la termo-desabsorción de la matriz T7-4-IGXF90-3.

3.2.2 Extracción de líquidos de centelleo de arcillas

En las pruebas de recuperación del líquido de centelleo de las mezclas T7-4-IGXF mediante extracción por solventes utilizando thinner y la mezcla hexano(48 %):etanol (52%) observamos la formación de una capa sólida sobre la arcilla, una vez que se han retirado la fase líquida. El análisis de estas fases sólidas, para las extracciones con thinner y la mezcla hexano-etanol, se presentan en las figuras 10 y 11 respectivamente.

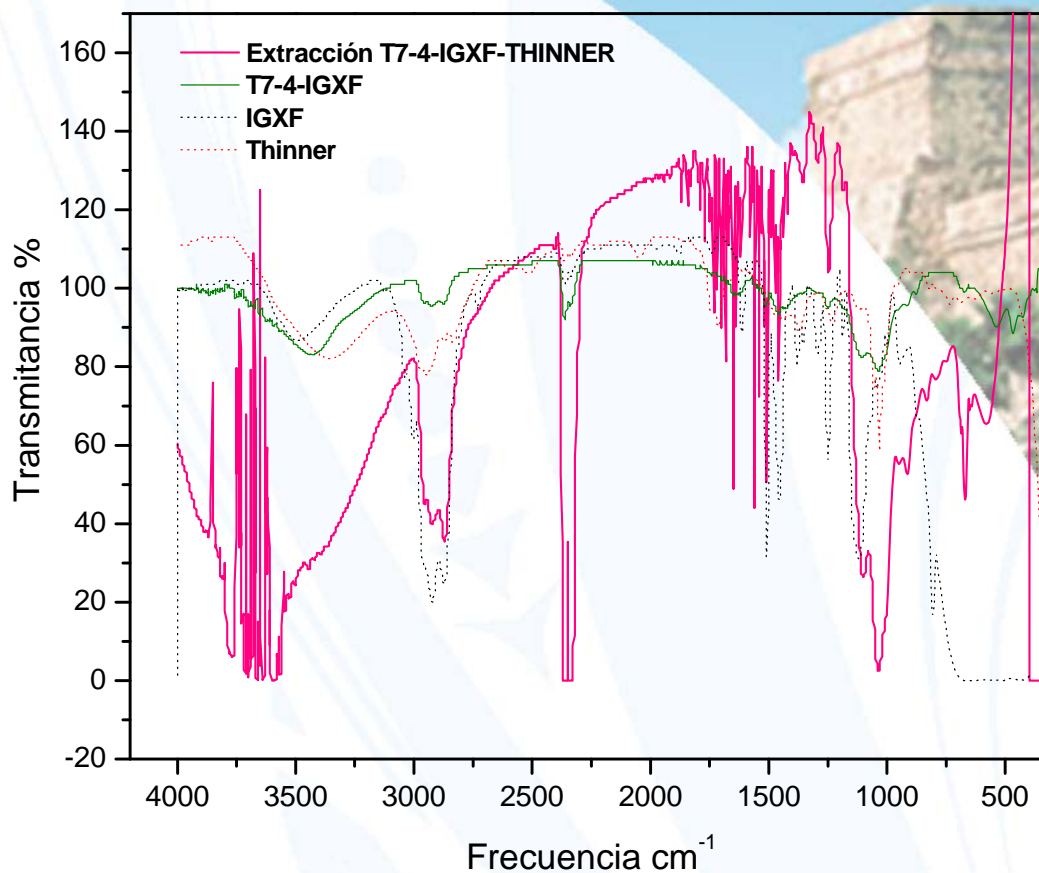


Figura 10. Espectros infrarrojos de residuos de extracción de matrices T7-4-IGXF con thinner.

Los espectros de los residuos sólidos T7-4-IGXF-thinner y T7-4-IGXF-Hex-EtOH, son muy similares, por lo que consideramos tienen la misma composición (Ver figura 11). Es evidente la presencia de los grupos C-H ($3000-2860\text{ cm}^{-1}$), C=C (1510 cm^{-1}) y 1457 cm^{-1} pertenecientes al líquido de centelleo Instalgel-XF (IGXF).

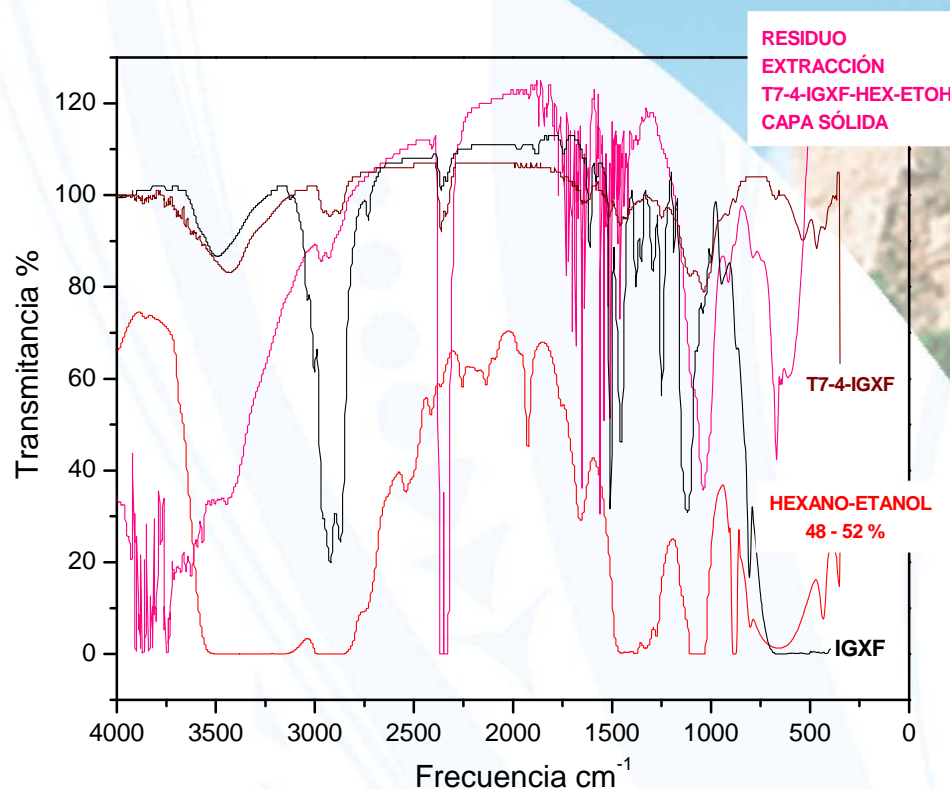


Figura 11. Espectros de infrarrojo de residuo de extracción de matrices T7-4-IGXF con la mezcla hexano/etanol (48:52)

4. CONCLUSIONES

El líquido de centelleo Instalgel-XF (IGXF) está conformado básicamente por tres elementos fundamentales: un solvente (1,2,4 trimetilbenceno), un material centellador (2,5 difeniloxazol) y por una mezcla de agentes surfactantes (TTAB, nonilfenol, fenilalcanos (1-propildencil benceno, 1-metildodecil benceno), etc.

Las arcillas provenientes del CADER están constituidas principalmente por albitas $[\text{Na}(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_8]$, cristobalita $[\text{SiO}_2]$, cuarzo $[\text{O}_2\text{Si}]$ y ferroactinolita $[(\text{Ca}, \text{Na}, \text{K})_2\text{Fe}_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2]$ y en promedio pueden absorber como máximo, entre 33 y 44 % en peso del líquidos de centelleo en su estructura.

Al formar emulsiones líquido de centelleo-agua, se conserva la estructura de los líquidos de centelleo, sin embargo la presencia de agua causa ligeros cambios en la distribución molecular del centellador posiblemente por su solvatación.

El líquido de centelleo no sufre modificaciones en su estructura al estar en contacto con la arcilla.

La aplicación de temperatura (termodesorción) para recuperar los líquidos de centelleo de las mezclas líquido de centelleo-arcillas estudiadas en este trabajo, genera la formación de un precipitado difícil de separar de las arcillas, que no ha sido plenamente identificado.

La desorción de los líquidos de centelleo mediante extracción por solventes (thiner y mezclas hexano-etanol) también produce la formación de una fase sólida sobre las arcillas, una vez que éstas se han secado, cuya composición estamos aún determinando.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Fis. Javier Reyes Luján por la revisión y observaciones hechas a este trabajo.

6. REFERENCIAS

- [Alo-98] Alonsoa M.C, Puiga D, Silgonerb I, Grasserbauerb M, Barcelo D. Determination of priority phenolic compounds in soil samples by various extraction methods followed by liquid chromatograph atmospheric pressure chemical ionisation mass spectrometry. *Journal of Chromatography A*, 823 (1998) 231–239.
- [Bom-97] Bombén, A.M. Centelleo Líquido. Apuntes del Curso Metodología y Aplicación de Radioisótopos. ENRN, Buenos Aires, Argentina, 1997.
- [DON-91] Donnelly, L.A. Apparatus and method for removing volatile contaminants from the ground. US Patent No. 4,982,788, Jan. 8, 1991.
- [EM-97] Guidance for low-level radioactive waste (LLRW) and mixed waste (MW) treatment and handling. Engineer Manual. EM 1110-1-4002, CEMP-R/CECW-E. U.S. Department of the Army. 30 Jun 1997.
- [Eva 07] EVA 13,0,0,3,,; Copyright ®Broker-AXS, 1996-2207.

MEMORIAS

Sección Química Nuclear

45 Congreso Mexicano de Química
29 Congreso Nacional de Educación Química
18 al 22 de septiembre de 2010, Riviera Maya Quintana Roo.

- [Liz-09] Lizcano Cabrera, D. Inventario de envases con desechos sólidos, líquidos y material contaminado. 30 marzo 2009. ININ. Depto. Desechos Radiactivos.
- [MON-08] Monroy-Guzmán, F., Emeterio Hernández, M., Jiménez Domínguez, J. Gestión de Desechos Radiactivos. Actividad Científica y Tecnológica en el ININ. Ed. L. Escobar Alarcón, F. Monroy-Guzmán, P. Morales Ramírez, S. Romero Hernández.
- [MON-09] Monroy-Guzmán, F., Emeterio Hernández, M. Prospección de Generación de Desechos Radiactivos. *Memorias de la sección de Química Nuclear del XLIV Congreso Mexicano de Química, SQM*, 1-14, 2009. www.quimicanuclear.org
- [NOM-94] Clasificación de los Desechos Radiactivos. Norma Oficial Mexicana NOM-004-NUCL-1994.
- [NOM-05] Que establece las características, el procedimiento de identificación, clasificación y los listados de los residuos peligrosos. Norma Oficial Mexicana, NOM-052-SEMARNAT-2005.
- [Rao-63] Rao, C.N.R., Chemical Applications of Infrared Spectroscopy, Academia Press, London, 1963.
- [TRS-402] Handling and Processing of Radioactive Waste from Nuclear Applications. Technical Reports Series No. 402, IAEA, Vienna, 2001.
- [VAN-76] Van der Marel, H.W., Beutelspacher, H. Atlas of Infrared Spectroscopy of Clay Minerals and their Admixtures. Elsevier, Amsterdam, 1976.