BR7701169



DIMENSIONAMENTO DE COLUNAS PULSADAS INDUSTRIAIS NA PURIFICAÇÃO DE URÂNIO PARA FINS NUCLEARES, PELO MÉTODO DO H. T. U. INDIRETO

J. MONTEIRO FRANÇA JR. e J. MESSANO



INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA Caixa Postal 11049 (Pinheiros) CIDADE UNIVERSITARIA "ARMANDO DE SALLES OLIVEIRA" SÃO PAULO — BRASIL

DIMENSIONAMENTO DE COLUNAS PULSADAS INDUSTRIAIS NA PURIFICAÇÃO DE URÂNIO PARA FINS NUCLEARES, PELO MÉTODO DO H. T. U. INDIRETO

J. Monteiro França Jr. e J. Messano

Coordenadoria de Engenharia Química Instituto de Energia Atômica São Paulo - Brasil

> Publicação IEA Nº 343 Maio - 1974

Instituto de Energia Atômica

Conselho Superior

Eng⁰ Roberto N. Jafet – Presidente Prof.Dr.Emilio Mattar – Vice-Presidente Prof.Dr.José Augusto Martins Dr.Affonso Celso Pastore Prof.Dr.Milton Campos Eng⁰ Helcio Modesto da Coste

Superintendente

Rômulo Ribeiro Pieroni

INDICE

SEÇÃO

PÁGINA

| 1 | - Resumo |
|-------|---|
| 2 | - Introdução. |
| 3 | - Dados para o Projeto |
| 3.1 | - Estimativa de Produção |
| 3.2 | - Sistema Químico |
| 4 | - Parte I |
| 4.1 | - Princípio da extração em contra corrente. |
| 5 | - Parte II |
| 5.1 | - Colunas Pulsadas |
| 5.2 | - Dimensionamento das Colunas Pulsadas |
| 5.3 | - Dados obtidos no laboratório |
| 5.4 | - Cálculo do diâmetro da seccão da coluna útil de extração. |
| 5.4.1 | - Dimensionamento dos decantadores superior e inferior da coluna de extração 9 |
| 5.4.2 | - Cálculo do diâmetro da seccão útil e dos decantadores da coluna de lavagem 10 |
| 5.4.3 | - Cálculo da secção da coluna útil e dos decantadores da coluna de reextração 11 |
| 5.4.4 | - Dimensionamento dos decantadores superior e inferior da coluna de reextração 12 |
| 5.5 | - Dados para o cálculo da altura das colunas |
| 5.5.1 | - Método de obtenção da altura das colunas |
| 5.5.2 | - Altura de uma unidade de transferência (HTU) |
| 5.5.3 | - Desenvolvimento do método usado |
| 5.5.4 | - Fixação dos parâmetros desejáveis durante a operação |
| 5.5.5 | - Operação de extração no laboratório |
| 56 | - Operação de lavagem no laboracório |
| 5.6.1 | - Operação de reextração em laboratório |
| 5.7 | - Linhas de equilíbrio e de operação |
| 5.7.1 | - Linhas de equilíbrio |
| 5.7.2 | - Linhas de operação |
| 6 | - Cálculo do nº de unidades de transferência para as 3 colunas sob projeto |
| 6.1 | - Determinação de "r" |
| 6.2 | - Cálculo da altura da unidade de transferência (HTU) para as colunas a dimensionar 25 |
| 6.2.1 | - Altura das unidades de transferência (HTU) nas colunas da usina piloto |
| | em funcionamento na C.E.Q. do I.E.A |
| 6.2.2 | - Cálculo da altura de uma unidade de transferência teórica (HTU) _t |
| 6.2.3 | - Cálculo da altura das unidades de transferência (HTU)' para as colunas industriais sob |
| | projeto |
| 6.2.4 | · Cálculo das alturas teóricas H' e das alturas reais Hr' para as 3 colunas industriais sob |
| | projete |
| 6.2.5 | - Altura ua Coluna de Lavagem |
| 6.2.6 | - Altura da coluna de reextração |
| 7 | - Reextração em temperaturas mais altas |
| 8 | - Parte III |
| 8.1 | - Sistema de Pulso |

| 8.2 | - Dimensionamento do sistema de pulso | 7 |
|-------|--|---|
| 8.3 | - Gerador de pulso | 7 |
| 8.4 | - Linha de Transmissão do Pulso | 8 |
| 8.5 | - Efeitos das pressões | 9 |
| 8.6 | - Pressão de Aceleração (Pa) | 9 |
| 8.7 | - Cálculo da Pa na coluna (Pa1) | 0 |
| 8.7.1 | - Cálculo da Pa na linha lateral (Pa2) | 0 |
| 8.7.2 | - Funcionamento correto do sistema | 2 |
| 8.7.3 | - Cálculo da máxima frequência de pulso | 2 |
| 9 | - Potência máxima de carga no gerador de pulso | 3 |
| 10 | - Agradecimentos | 4 |
| 11 | - Bibliografia | 5 |

TABELAS

| 1 | • Extração. |
|-----|---|
| H | - Lavagem |
| Ш | - Reextração |
| IV | · Valores de frações mássicas calculados para FA e FO em equilíbrio |
| V | - Frações mássicas paramétricas para as linhas de operação |
| VI | - A - Extração, B - Lavagem; C - Reextração |
| VII | · Valores finais obtidos para o cálculo dos HTU |

DIMENSIONAMENTO DE COLUNAS PULSADAS INDUSTRIAIS NA PURIFICAÇÃO DE URÂNIO PARA FINS NUCLEARES, PELO MÉTODO DO H. T. U. INDIRETO.

J. Monteiro França Jr. e J. Messano

RESUMO

No presente relatório faz-se um estudo detalhado dos parâmetros que intervém no projeto teórico-prático para o dimensionamento de um conjunto industrial de 3 colunas pulsadas com seus geradores de pulso, do tipo mecânico, convencional, para uma produção média de 500 toneladas/ano em urânio de alta pureza para fins nucleares. São abordados os cálculos tendo em viste a finalidade de cada coluna: extração, lavagem e reextração.

Calcularam-se os diámetros das colunas em função das vazões das fases orgânica e aquosa.

Detalha-se o cálculo pera se obter o n⁰ de unidades de transferência para cada tipo de coluna através do processo de integração gráfica, e, com o auxífio de um trabalho de Logadai e Thornton⁽²³⁾ e um estudo de Damieni e cols.⁽²²⁾, foi possível chegar-se aos HTU das colunas sob projeto.Como etapa seguinte obtiveram-se as alturas das mesmas.

Construiram-se gráficos com as curvas de operação e equilíbrio obtidas em trabalho de laboratório e que foram usados para o cálculo do n^o de HTU. Confeccionaram-se tabelas que auxiliaram o desenvolvimento matemático do processo.

Finalmente faz-se uma demonstração das condições de pulsos adotados, com o dimensionamento do gerador, potência necessária e frequência limite de operação em função das pressões existentes no sistema

2 - INTRODUÇÃO

O Instituto de Energia Atômica, por intermédio de sua Coordenadoria de Engenharia Química, projetou e instalou uma unidade piloto de purificação de urânio pelo sistema de extração por solvente em colunas pulsadas de placas perfuradas⁽¹⁵⁾. No respectivo relatório foram detalhadas todas as operações necessárias ao seu funcionamento. Omitira-se o dimensionamento das colunas e geradores de pulso, por julgar-se que o desenvolvimento matemático daquelas unidades se afastava da finalidade do relatório e que era, precisamente, descrever o funcionamento da unidade piloto com a definição das suas operações.

O presente relatório, de certa forma, é um complemento do Relatório IEA Nº 277, com a diferença que, aproveitando-se o desenvolvimento matemático sobre as colunas existentes na planta piloto, foi feita uma extrapolação destas unidades para uma escala industrial, envolvendo produção de 500 toneladas/ano em urânio puro. Desenvolveu-se, também, o cálculo sobre os geradores de pulso e suas condições de funcionamento para as colunas sob projeto.

Este relatório tem por base teórica os trabalhos de especialistas como Thornton^{17, 23}, Richard, Cooper e Groot⁽¹⁸⁾ e Geier^(9, 12), entre outros, que estudaram em profundidade a tecnologia das colunas pulsadas na purificação do urânio pela técnica de extração por solvente. Esta técnica envolve desde a influência dos pulsos até a disposição geométrica das placas e termodinâmica deste tipo de coluna. Isto, quanto à tecnologia que deve ser observada nas operações de extração, lavagem e reextração, considerando-se o sistema químico usado. No plano do projeto do dimensionamento das colunas pulsadas e na técnica da extração líquido-líquido o apoio está baseado em trabalhos didáticos de Treybal⁽¹⁾, Alders⁽⁴⁾, McCabe⁽⁵⁾, Hobler⁽⁶⁾, Perry⁽¹⁶⁾ e outros

Apesar de todo esse apoio teórico, o presente relatório não poderia ser executado não fora a experiência adquirida na unidade piloto de purificação de urânio do I.E.A. A vivência com os problemas diários, estes surgidos com frequência, principalmente na tecnologia das colunas pulsadas, permitiu uma triagem dos conceitos verdadeiros das meras suposições

Neste trabalho poderia ser omitida a produção fixada em 500 toneladas/ano. Poderia ter sido feito um estudo teórico-prático de ordem geral sem atentar para números. Entretanto, nos pareceu mais: objetivo admitir uma ordem de grandeza. Os conceitos, cálculos e equações aqui referidas poderão, porém, ser usadas para qualquer outro dimensionamento.

As 500 toneladas/ano escolhidas se devem ao fato de que uma unidade industrial deste tipo deve, no mínimo, envolver uma produção dessa ordem para se obter bons resultados econômicos^(3,19).

3 - Dados para o Projeto

3.1 - Estimativa de Produção:

| Produção anual | : | ~500 toneladas em Uránio puro |
|------------------|---|-------------------------------|
| Produção mensal | : | 44 toneladas (mês de 22 dias) |
| Produção diária | : | 2 toneladas/dia de 24 horas |
| Produção horária | : | 84 kg/dia de 24 horas |

Fixando-se a concentração da FA em 300 g U/1 para uma produção horária de 84 kg de U tem-se uma vazão de FA de 280 1/h

3.2 - O sistema químico em estudo apresenta os seguintes componentes, em sua fase inicial:

Fase Aquosa (FA): água, nitrato de uranilo, ácido nítrico e impurezas Fase orgânica (FO): varsol, fosfato de tri-n-butila

4 - Parte I

4 1 - Princípio da extração em contra corrente

Num processo de extração líquido-líquido a relação do componente a extrair, entre as duas fases, é representado por um valor, conhecido come "fator de extração"

E = quantidade de soluto na FO quantidade de soluto na FA

Isto significa que para E = 0 (zero) o soluto não ocorre na FO, e para E = 1 indica que metade da quantidade de soluto da mistura original está presente na FO e a outra metade na FA. Para $E \Rightarrow \infty$ o soluto é completamente extraído

No caso do urânio o fator de extração E^U está relacionado com o coeficiente dc

distribuição "m" e a relação de volumes entre as fasis, variando com o nº de estágios n^(1,4,5)

$$E_{n}^{U} = m_{n}^{U} \frac{V^{o}}{V^{a}}$$
(1)

onde:

 m_n^U = coeficiente de distribuição do urânio entre as duas fases no estágio <u>n</u> V^o = Volume da fase orgânica (FO)

V^a = Volume da fase aquosa (FA)

O fator de extração E_n^U (equação 1), é essencialmente, a relação da inclinação da curva de equilíbrio para a de operação e tem significação econômica adicional no estabelecimento das condições do projeto⁽¹⁾

Para uma extração em contra-corrente, um valor de m_n^U . $\frac{V^2}{V^2} < 1$ limita definitivamente a extensão da extração mesmo com um nº infinito de estágios ou unidades de transferência.

Para reduzir a concentração do soluto da fase aquosa original a um baixo valor no refinado, devemos ter m_p^U . $V^o/V^a > 1$.

Quanto maior for o valor de E_n^U menor será o nº de unidades de transferência requeridos para um dado grau de extração.

No caso especial da purificação do urânio, em que se procura descontaminar o Th (principal impureza) da solução original⁽²⁾, o valor de E^U deverá ficar tão próximo quanto possível de 1, porém, sempre > 1.

Chama-se de "coeficiente de distribuição" "m" a relação entre as concentrações do soluto nas fases orgânica e aquosa, num determinado estágio n do processo de extração, lavagem ou reextração

O soluto, no caso, sendo urânio, m^U é dado por

$$m^{U} = \frac{Concentração do urânio na FO}{Concentração do urânio na FA} = \frac{U^{o}}{U^{a}}$$
(2)

Portanto, para se conhecer m^U, é suficiente medir quantitativamente o urânio em cada fase por unidade de volume (em g/1), ou em massa de U (massa de U + massa do líquido).

Alders^(4 pg.99) mostra graficamente que E (fator de extração) é f(n) sendo "n" o nº de estágios. Portanto a extração será tanto mais completa quanto maior for o número n de estágios, até que seja total para n $\rightarrow \infty$. Na prática admite-se como aceitável $E_0^U > 1$, isto é, com um nº de estágios tal que coloque o fator de extração E^U pouco acima de 1 (1,02; 1,002; 1,0002 por exemplo) A medida que a parte fracionária diminue, mais difícil se torna a extração, exigindo valores mais críticos de V^o/V^{a(2)}.

Quando $E_n^U < 1$, a extração será incompleta, havendo perda de U pela FA extraída, mesmo que seja infinito o nº de estágios⁽¹⁾.

5 - Parte II

5.1 - Colunas Puisadas

Coluna pulsada é um equipamento destinado à operação unitária de extração líquido-líquido, e está classificada na categoria dos contatadores diferenciais.

Em essência, uma coluna pulsada industria! é constituída de um longo tubo que pode ser de aço inox, de vidro, etc., de comprimento previamente calculado tendo em seu interior discos perfurados espaçados entre si^(12,15), (fig. 1) ou anéis de Raschig. Este conjunto é, também, chamado de "coluna útil", porque é nesse setor que se processa a transferência de massa de uma fase à outra. Nas duas extremidades do tubo, inferior e superior, há duas secções de maiores diâmetros, sem discos, para diminuir a oscilação da linha da interface pelo efeito da pulsação do líquido a aumentar o tempo de residência das fases, permitindo melhor separação entre elas pelo efeito de decantação

Lateralmente, ou pela parte inferior do decantador, há uma entrada para os pulsos.

A aplicação de um pulso produz um aumento simultâneo da turbulência e da área interfacial, resultando em maior eficiência na transferência de massa. Comparada com uma coluna não pulsada, sua eficiência é em torno de 3 vezes maior, e isso se traduz em uma substâncial redução em valores de HTU (Height Transfer Unity).

Sob o ponto de vista mecânico, a grande vantagem da coluna pulsada é a ausência de partes móveis no seu interior, o pulso podendo ser gerado distante da coluna. Estes detalhes servem de incentivos para sua utilização na indústria nuclear, em face da radioatividade dos elementos que intervéni na operação.

A alimentação da fase aquosa é feita pela parte superior, e a entrada da FO pela parte inferior da coluna A saída da FO é feita pelo topo da coluna e a saída da FA pelo fundo, através de um decantador móvel B que pode servir como regulador da interface (fig. 1).

5.2 - Dimensionamento das Colunas Pulsadas

O dimensionamento de colunas pulsadas para o uso de soluções concentradas de urânio em operações de extração líquido-líquido, não é tão simples como pode parecer à primeira vista.

Como se sabe, em operações de tal tipo, uma fase (aquosa) cede o soluto (no caso, o urânio) e a outra (fase orgânica) o absorve Intervém, então, de modo acentuado o fenômeno de difusão e, em cada dH de uma coluna de altura H, haverá uma determinada concentração de urânio nas fases aquosa e orgânica, concentrações essas que idealmente deveriam estar em equilíbrio

Na realidade, em contatadores diferenciais, as duas fases em contato nunca são levadas ao equilíbrio devido a agitação contínua e à falta de tempo de decantação entre elas. Deste modo um projeto de colunas deveria ser baseado no conceito de "altura de unidade de transferência" (10) (HTU)

4

Entretanto, as concentrações das soluções, supostas "em equilibrio", não seguem uma relação linear. Elas formam uma curva, tanto mais acentuada quanto mais concentrada for a solução em urânio e em ácido nítrico.

Segundo a literatura especializada^(1,4,5,6 e 11) tal fato impede o uso das formulas determinadas para o cálculo com soluções diluídas e só os gráficos podem fornecer informações adequadas ao dimensionamento das colunas, no caso de soluções concentradas.

McCabe⁽⁵ pag.654)</sup> relata: "O método direto do HTU (altura de uma unidade de transferência) para a determinação da altura da coluna é muito útil quando a linha de equilíbrio é reta e a curvatura da linha de operação é negligenciável.

Perry^(16, pag 743) diz que "quando a concentração da solução é alta e, portanto se afasta das leis ideais de diluição, não se podem usar as equações, mas só métodos gráficos".

Hobler⁽⁶ pag 317) relata que "sempre que nós tivermos em nosso material experimental valores de quantidade HETS (Height Equivalent Theoretical Stages) este método é útil. Mas, isto é incoveniente naqueles casos onde a linha de equilíbrio é uma curva. Pode-se provar facilmente que o valor de HETS é uma função da inclinação da linha de equilíbrio e, portanto, pode ser diferente em cada secção da coluna".

Entretanto, para se usar o método gráfico para a determinação do nº de unidades de transferência são necessários dados fornecidos pelo laboratório e/ou por pequena coluna, ou ainda por unidades piloto.

Desta forma, os cálculos para o dimensionamento das unidades aqui mencionadas decorrem, de uma parte, da experiência adquirida com as colunas existentes na unidade piloto e dados de laboratório, e de outra, das informações colhidas na literatura especializada.

5.3 - Dados obtidos no laboratório

Embora dispondo de colunas pulsadas de 4,50 m de altura úti! (6,50 m de altura total) por 0,117 m de diâmetre na unidade piloto do 1.E.A., resolveu-se coletar, também no laboratório, dados para o projeto em questão, conforme sugere a literatura especializada, utilizando as mesmas soluções aquosa e orgânica a serem usadas nas futuras colunas. Os resultados serão, então, confrontados e extrapolados. Aliás este método já foi preconizado pelo especialista Hanson⁽¹⁰⁾.

Os dados obtidos no laboratório permitem a construção de um gráfico do equilíbrio das duas fases em contato tendo-se no eixo horizontal os valores para a fase aquosa e no vertical os da fase orgânica.

O equipamento usado foi uma bateria de misturadores-decantadores operando em pseudo contra corrente, de modo a se aproximar o mais possível das condições de funcionamento da coluna, cujo esquema de mecanismo reproduzimos na fig. 2. FO representa a fase orgânica e FA a fase aquosa.

Os índices se referem à ordem das operações, que são manuais, para simular uma contra corrente Assim, a solução com a indicação 0 (zero) significa solução inicial (original) e com os

números 1, 2, 3, e 4 as operações pela ordem.

5.4 - Cálculo do diâmetro da secção da coluna útil de extração

Entende-se por secção da "coluna útil" a área da parte estreita da coluna onde se situam os discos perfurados.

Como se sabe, a literatura admite como normal (e a prática tem confirmado) uma vazão de 100 litros/dm²/h⁽³⁾ de secção da coluna dentro de 70-80% do limite de afogamento, operando em FO continua. Esta vazão é a soma das duas fases líquidas FO + FA.

A coluna de extração da unidade piloto no IEA, operando em FO contínua apresentou sufocamento (flooding) com vazão de FA + FO = 138 litros/hora. Área da secção transversal da coluna = 1.07 dm^2 . Portanto, considerando os 100 litros/dm²/h de referência, a coluna opera em 77,5% do limite de sufocamento

O fator de extração de urânio E^U para uma extração quase total, em <u>n</u> estágios, deve cumprir as condições impostas pela equação (1).

Como $E_n^U = 1$ só quando $n \to \infty$ (o que na prática não é possível), tomaremos, então, por exemplo, $E_n^U = 1.02^{(15)}$, e a relação de volumes V^0/V^a será

$$\frac{V^{o}}{V^{a}} = \frac{LO2}{m_{p}^{U}}$$
(4)

Operando-se com a FO na extração, em concentração 15% abaixo do ponto de saturação de U na FO (≈ 135 g U/1), e para FA de alimentação = 300 g U/1, o coeficiente de distribuição do urânio m^U nas duas fases, no estágio final n será⁽¹⁵⁾

$$m_n^{U} = \frac{U_n^{o}}{U_n^{a}} = \frac{135}{300} = 0.45$$
 (5)

Levando estes valores à equação (4) teremos

$$\frac{V_{-0.}^{0}}{V_{-0.}^{a}} = \frac{1.02}{0.45} = 2,266$$

e que representa a relação de vazões entre FO e FA na entrada da coluna.

Já vimos no item 3 que, para assegurar uma produção de 84 kg U/hora seria necessário um fluxo de FA de 280 litros/bora a uma concentração de 300 g U/1. Portanto, o fluxo da FO será de

FO = 2,266 x 280 = 634,48 litros/hora

FO + FA = 634,48 + 280 = 914,48 litros/hora

Fluxo Total na Coluna = 914,48 litros/hora

e



COLUNA PULSADA COM GERADOR DE PULSO.

FIG. 1





ESQUEMA PARA CONTINUAÇÃO DA OPERAÇÃO DEPOIS DE ATINGIDO O ESTÁGIO"D" (4º EST.)



FIG. 2

Para um fluxo de 100 litros $dm^{-2} h^{-1}de$ secção útil da coluna (operando em fase orgânica contínua) teremos uma área S de:

$$S = \frac{914,48}{100} = 9,144 \text{ dm}^2 \text{ ou } 0,09144 \text{ m}^2$$

O diâmetro D da coluna será, então:

e

$$S = \frac{\pi D^2}{4}$$

$$D = \left[\frac{0.09144}{0.7854}\right]^{\frac{1}{2}}$$
(6)
$$diametro da coluna = 0.35 m$$

Obs. - Durante a extração, a FO se expande 4,5% em seu volume¹³) por absorção do urânio. Portanto, na saída da coluna, sua vazão será 634,48 + $\frac{4.5}{100}$ (634,48) = 663,48 litros.h⁻¹ Esta vazão é a que se levará em conta para o cálculo das colunas de Lavagem e Kecertração, mais adiante.

5.4.1 - Dimensionamento dos Decantadores Superior e Inferior da Coluna de outração

Os decantadores de uma coluna pulsada têm duas finalidades principais:

- 19 Possibilitar um tempo de decantação razoável entre as fases, para que a fase arrastada posssa separar-se completamente evitando de ser lançada na celuit seguinte.
- 2?) Formar a interface entre a fase contínua e a fase dispersa, a ser mantida initia determinada posição, para que as vazões de saída da coluna permaneçare constantes. A observação da posição da linha de interface exige que a oscilação dessa linha seja a menor possível.

O item 1º fica dependendo do tempo julgado necessário à uma boa decantação que, pela nossa experiência na usina piloto do IEA, pode ser 45 minutos. Operando-se a coluna em FO contínua, a interface fica no decantador inferior. Admitindo-se que a interface se situe na metade do decantador, a fase a ser decantada é a aquosa. Para dar um tempo de decantação de \sim 45 minutos, o volume da metade do decantador será igual a vazão dos 3/4 de FA que entra na coluna/hora, e o decantador terá um volume $V_d = \frac{3}{4}$. V^a . $2 = \frac{3}{2}$. 280 \therefore $V_d = 420$ litros.

Sabe-se que a amplitude do pulso está na razão inversa dos quadrados dos diâmetros. Tomando-se a amplitude máxima permitida como 50% da altura entreplacas⁽¹²⁾ <u>a</u> = 0,025 m na parte útil da coluna de diâmetro D = 0,35 m, para uma amplitude a' do 0,005 m nos decantadores de diâmetros d' teremos:

$$\frac{a}{a^{*}} = \left[\frac{d}{D}\right]^{2}$$

$$d^{*} = \left[\frac{a \cdot D^{2}}{a^{*}}\right]^{\frac{1}{2}} = \left[\frac{2.5 \cdot 10^{-2} \times (0.35)^{2}}{5 \cdot 10^{-3}}\right]^{\frac{1}{2}}$$
(7)
$$\therefore \quad d^{*} = 0.78 \text{ m}$$

e a altura "h" dos decantadores será

$$h = \frac{V}{0,7854 \cdot (d^{2})^{2}} = \frac{0,420 \text{ m}^{3}}{0,7854 \cdot (0,78)^{2}}$$

$$\therefore \quad h = 0,87 \text{ m}$$
(8)

5.4.2 · Cálculo do diâmetro da Secção útil e dos decantadores da Coluna de Lavagem

O volume V^o que flue da coluna de extração para a de lavagem é de 663,4 litros/hora, conforme foi visto no item anterior. Utilizando-se uma relação de volumes V^o/V^a = 10, teremos, para a solução de lavagem = 66.34 litros/hora e o volume total líquido que percorre a coluna será

Operando-se a coluna com um fluxo de segurança de 100 litros . dm⁻² . \dot{n}^{-1} teremos uma área de utilização do 7,29 dm², e o diâmetro D da coluna será

$$D = \left[\frac{4.S}{\pi}\right]^{\frac{1}{2}} = \left[\frac{4 \times 7,29 \times 10^{-2}}{\pi}\right]^{\frac{1}{2}}$$

:. $D = 0,30 \text{ m}$

A FA de saída desta coluna será reciclada juntamente com a FA de alimentação na coluna de extração. Portanto, não convém que contenha quantidades apreciáveis de FO. Daí a necessidade de uma decantação mais prolongada, da ordem de 2 vezes maior que na coluna de extração.

Para que a posição da interface seja mantida no meio do decantador por um tempo de decantação da FA de hora e meia, considerando-se que o volume da FA é apenas 0,1 da FO, deve-se ter um volume de $66,34 \times 3 = 199,00$ litros.

Admitindo-se na coluna de diâmetro D uma amplitude máxima de pulso a de

25 mm (5.4.1) e uma amplitude a' de oscilação de 5 mm para a observação da interface no decantador de diâmetro d', teremos (equação 7)

$$d' = \left[\frac{2.5 \cdot 10^{-2} \cdot (0.30)^2}{5 \cdot 10^{-3}}\right]^{\frac{1}{2}}$$

$$\therefore \quad d' = 0.67 \text{ m}$$

e a altura h do decantador será

$$h = \frac{V}{0,785 \cdot (d')^2} = \frac{0,199 \text{ m}^3}{0,35}$$

$$\therefore \quad h = 0,57 \text{ m}$$

5.4.3 - Cálculo da recção da coluna útil e dos decantadores da coluna de reextração

A reextração é uma operação inversa da extração. Ela tem por fim transferir o urânio extraído pela FO na operação de extração, para uma FA, pois somente em solução aquosa pode o urânio ser posteriormente manipulado para a obtenção de diuranato de amônio.

A operação na coluna de reextração⁽¹⁵⁾ é realizada normalmente à temperatura de 58°C, mas deve-se admitir a possibilidade de operá-la à temperatura ambiente. Neste caso, sabe-se que o urânio máximo na FA não ultrapassará 75 g U/1^(3 e 15). Para U^o = 115 g/1 na entrada com a FO⁽¹⁵⁾, a relação de volumes será

$$\frac{V^a}{V^o} = \frac{U^o}{U^a}$$

$$\therefore V^a = \frac{U^o V^o}{U^a} = \frac{115 \times 663.4}{75} = 1015 \text{ litros/hora}$$

e a soma das vazões na coluna será

$$663,48 + 1015 \cong 1.678,48$$
 litros/hora

Aceitando-se um fluxo de 100 litros/dm²/h, teremos uma secção com área de 16,78 dm² e o diâmetro <u>D</u> da coluna será

$$D = \left[\frac{1.678,4}{0,785}\right]^{\frac{1}{2}}$$

:. $D = 46,0 \text{ cm}$

5.4.4 - Dimensionamento dos decantadores superior e inferior da coluna de reextração

Pelos mesmos motivos descritos em 5.4.1 e aceitando uma amplitude de 5 mm para a oscilação da interface no decantador tercmos:

Para

D = 0,460 m
a = 0,025 m
a' = 0,005 m
d' =
$$\left[\frac{a}{a} \cdot \frac{(D)^2}{a}\right]^{\frac{1}{2}} = \left[\frac{2.5}{5} \cdot \frac{10^{-2}}{10^{-3}} \cdot \frac{(0.460)^2}{5}\right]^{\frac{1}{2}}$$

Antes de calcularmos a altura h desse decantador, convém fazermos algumas considerações sobre o comportamento das fases.

No decantador superior da coluna teremos apenas FO com cerca de 7% de FA arrastada, mas praticamente sem urânio ($\sim 50 \text{ mg U}/1$), porque a FA que entra na parte superior da coluna é água pura.

No decantador inferior devemos considerar que a metade inferior contém FA com o urânio reextraído, puro, arrastando partículas de FO que precisam ser reduzidas ao mínimo para que não sejam envolvidas na operação de precipitação com o gás amônea na preparação do diuranato de amônio, o que equivaleria a introduzir uma contaminação do elemento fósforo (P) proveniente do fosfato de tri-n-butila (TBP), no urânio puro.

Portanto, a decantação da FA neste decantador, deveria ser prolongada, por exemplo, de uma hora. Isso, porém, implicaria num decantador de grande volume, porque a vazão aquosa é da ordem de 1015 1/h. Além disso, só poderemos usar metade do decantador para esse fim, porque teremos a linha da interface no meio separando a fase contínua (FO) da FA decantada. Para contornar o problema, usa-se um decantador à parte, precedido de filtros coalescedores. Assim, poderemos dimensionar o decantador para a FA da coluna para 30 minutos e os outros 30 minutos serão passados no 2⁰ decantador. Deste, então, é que a FA é levada ao tanque de estocagem do nitrato de uranilo puro, para posterior utilização.

Teremos, então:

Volume da FA = 1015 litros Tempo de residência = 30 minutos Volume a decantar = $\frac{1015}{2}$ = 507 litros Para a interface se situar no meio do decantador, o seu volume total deverá ser igual ao da FA, ou 1015 litros.

Portanto, para

12

$$V = 1,015 \text{ m}^{3}$$

$$d' = 1,00 \text{ m}$$

$$h = \frac{V}{\pi d^{2}} = \frac{1,015}{0,785 (1,00)^{2}}$$

$$h = 1,30 \text{ m}$$

5.5 - Dados para o cálculo da altura das coluctas

O projeto das 3 colunas pulsadas que compõe o sistema de purificação de urânio é baseado nos seguintes dados:

- a) No dimensionamento das 3 colunas da unidade piloto em funcionamento na C.E.Q do I.E.A.⁽¹⁵⁾
- b) Nas operações de laboratório com misturadores-decantadores em pseudo contra corrente, com fases aquosas e orgânicas idênticas às da operação real, para a obtenção dos dados de equilíbrio⁽¹⁰⁾, descritas no item 5.3
- c) Nos cálculos elaborados com base nos resultados obtidos no item b, aplicados conforme a literatura especializada.
- d) Especificações das FA e FO utilizadas nas respectivas colunas.

5.5.1 - Método de obtenção da altura das Colunas

De acordo com as razões a serem apresentadas no item seguinte, o método empregado foi o de obter-se a altura de uma unidade de transferência por extrapolação de uma unidade conhecida^(22,23), dos dados conseguidos em laboratório e do método gráfico.

5.5.2 - Altura de uma unidade de transferência (HTU)

Entende-se por altura de uma unidade de transferência (HTU-Height Transfer Unity) no caso presente, a altura necessária para ocorrer a transferência global de massa do soluto, de uma fase para outra, até se estabelecer a concentração de equilibrio entre elas⁽²²⁾.

Quando duas fases imiscíveis, (aquosa e orgânica) uma delas contendo um soluto que se deseja extrair, se põem em contato no interior de um extrator diferencial em contra corrente, surge uma área interfacial onde se produzem as transferências de massa entre a fase dispersa e a fase contínua.

Segundo McCabe⁽⁵⁾ quando o gráfico construído para se determinar o nº de estágios apresenta a "linha de equilíbrio" com acentuada curvatura e a linha de operação reta (volumes líquidos praticamente invariáveis no interior da coluna), o problema não pode ser resolvido por meio de equações, mas por processo gráfico. Aínda segundo aquele autor^(pag 657), pouco se sabe dos detalhes técnicos do processo. É difícil medir as resistências das fases, uma independentemente da outra e assim analisar um HTU em cada fase. Admitir-se o equilíbrio merfacial e questionável e a teoria das duas resistências à difusão é claramente uma simplificação. Sob tais circunstâncias, diz aínda McCabe, as pesquisas sobre os coeficientes de transferência de massa na coluna têm sido altamente empíricas, embora elas tenham sido orientadas por analises dimensionais.

Segundo a literatura^(1,24) a altura de uma unidade de transferência(HTU) é dada pela equação:

$$(HTU)_{L} = \frac{L}{K_{L} - a(1 - x)_{f} c \cdot S}$$
(9)

onde:

HTU = altura de uma unidade de transferência (m)

- L = Vazão Molar da FA com soluto (moles/hora)
- K_1 = Coeficiente global de transferência de massa (mol g/h m² Δ c), relativo à fase L
- a = área da interface de troca (m^2/m^3)
- x = fração molar do soluto no líquido
- f = média logarítmica
- c = concentração molar média na FA (n^{0} total de moles por unidade de volume)
- S = Área da secção transversal da coluna (m^2)

Entretanto, ainda de acordo com McCabe⁽⁵⁾, quando o gráfico construído para se determinar o nº de estágios apresenta a linha de equilíbrio com acentuada curvatura e a "linha de operação" seguindo uma reta (volumes líquidos invariáveis no interior da coluna) o coeficiente global K_L deve ser substituído pelo coeficiente individual k_L para a FA.

A utilização do coeficiente global K_{L} para o cálculo da velocidade de transferência de massa está, portanto, condicionada à forma da curva de equilíbrio. Somente quando esta linha for reta é aconselhável o seu uso, por ser <u>m</u> (coeficiente de distribuição do soluto entre as fases) constante ao longo do intervalo considerado⁽²⁴⁾.

Mas, " k_{\perp} " é um dado difícil, senão impossível de obter em nossas condições de operação, o mesmo acontecendo com "a" (área interfacial de troca), que até hoje não pode ser avaliada separadamente. Desta forma teremos os dois fatores " k_{\perp} " e "a" sem definição, formando um só conjunto no denominador da equação (9) com valor desconhecido, e o HTU a ser determinado. Isso nos conduz a três incognitas com uma só equação, e que não apresenta solução

Para se obter a altura da coluna H pelo método direto (H = N_t HTU) são necessários os seguintes elementos:

HTU = altura de uma unidade de transferência (m) N, = n^{0} de HTU's (= n^{0} de unidade de transferência)

Este último (N_t) pode ser conseguido por método de integração gráfica cujos detalhes serão vistos posteriormente no item 6.

O HTU deve ser obtido por alguma outra maneira, já que não é indicada, no caso, o uso da equação (9) Para isso um dos nieios possíveis, é o indireto. Por exemplo: Usando-se uma coluna de referência, cujo HTU é conhecido, tem-se, segundo Logsdail e Thornton⁽²³⁾ e Damiani⁽²²⁾

$$(HTU)' = HTU e^{0.016(D \cdot D)}$$
 (10)

onde

| (HTU) | ' = HTU da coluna desconhecida sob projeto (m) |
|-------|--|
| HTU | = HTU da coluna experimental (m) |
| e | = Base dos logarítmos naturais |
| D' | ,= Diâmetro da coluna sob projeto (cm) |
| D | = Diâmetro da coluna experimental (cm) |

Este foi o método seguido e a equação (10) é a que foi usada mais adiante, para a obtenção da altura das unidades de transferência.

5.5.3 - Desenvolvimento do método usado

Com os dados de laboratório (item 5.3) da Tabela I foi levantada uma curva em um sistema de coo denadas retangulares com valores de y(FO) no eixo das ordenadas e valores de x(FA) no eixo das abscissas.

Chamando de:

- x = fração mássica de urânio na FA (fase aquosa), descontado o ácido nítrico e os demais componentes do nitrato de uranilo.
- y = fração mussica de urânio na FO (fase orgânica) descontado o ácido nítrico e os demais componentes do nitrato de uranilo.
- x^{*} = correspondendo a x no equilíbrio das fases
- y* = correspondendo a y no equilíbrio das fases
- M_x = soma das massas computadas, na FA
- My = soma das massas computadas, na FO
- M^{*}_x = soma das massas computadas na FA de equilíbrio
- M_v^{*} = soma das massas computadas na FO de equilíbrio

teremos para

 $x = \frac{Massa}{M_{\odot}} \frac{de}{U}$ (12)

$$y = \frac{Massa}{M_{y}} \frac{de}{U}$$
(13)

$$\mathbf{x}^* = \frac{\text{Massa de U}}{M^*} \tag{14}$$

$$y^* = \frac{\text{Massa}}{M_{\psi}^*} \frac{\text{de } U}{(15)}$$

As diferenças de concentração em frações mássicas que vão agir como o agente motor para a transferência de urânio, na extração, serão, portanto, x-x° e y°-y.

Obtido o nº de unidades de transferência necessárias à operação desejada obtém-se a altura da coluna, que será igual ao produto do nº de unidades pela altura de cada unidade de transferência.

5.5.4 - Fixação dos parâmetros desejáveis durante a operação

Para cada coluna, fixam-se as concentrações de entrada e saída em urânio de cada fase (orgânica e aquosa).

Fixa-se a vazão da FA de alimentação em 1/h e respectiva concentração para a coluna de extração, de acordo com a programação (dados do processo).

Calcula-se a vazão do solvente orgânico (FO) requerido para uma extração quase completa, conforme as equações (1, 2, 4 e 5).

5.5.5 - Operação de extração no laboratório

As soluções originais usadas tinham as seguintes especificações:

Fase aquosa

Concentração em U = 300 g/lAcidez em HNO₃ = 1 NDensidade (25° C) = 1539 g/l

Fase Orgânica

Composição: 35% ein volume de TBP 65% em volume de Varsol Densidade (25°C) = 832 g/1 Tempo de agitação: 2 minutos Tempo de decantação: 2 minutos Nº de estágios: 4

Empregou-se uma alíquota de 150 ml de FA. Pela equação (1) calcula-se o volume V^o necessário de TBP-Varsol requerido para uma extração quase completa, fazendo-se $E_4^U = 1.02$ (item 5.3.1). Portanto,

$$V^{o} = 1.02 \frac{V^{a}U^{a}}{10^{o}} = 1.02 \frac{150 \times 300}{135} = 339 \text{ m}$$

Assim sendo, no rodízio dos misturadores-decantadores (fig. 2), para cada 150 ml de FA correspondem 339 ml de FO.

A extração foi feita em 4 estágios simulando contra corrente e os resultados analíticos quantitativos estão na Tabela I.

Parte-se, depois, para o cálculo das vazões das colunas de lavagem e reextração.

5.6 - Operação de lavagem no laboratório

16

TABELAI

Extração

| N ^o | | FASE AQUOSA | | FASE ORGÂNICA | | | |
|----------------|--------|------------------------------------|-----------------------|---------------|------------------------------------|-----------------------|--|
| do Estágio | U(g/I) | Acidez (N em HNO ₃) | Dens. (g/i) a 30°C | U(g/I) | Acidez (N em HNO ₃) | Dens. (g/l) a 30°C | |
| 1 | 231,50 | 1,38 | 1471 | 138,67 | 0,05 | 1022 | |
| 2 | 116,65 | 1,77 | 1340 | 133,32 | 0,10 | 1016 | |
| 3 | 0,148 | 1,67 | 1214 | 8,99 | 0,54 | 870 | |
| 4 | 0,037 | 0,9 | 1170 | 1,6 | 0,36 | 850 | |
| | | | 1 | | | 4 | |

Efetua-se, agora, como em 5.5.5, nos misturadores-decantadores de laboratório, a operação de lavagem, que foi conduzida em 4 estágios.

Tomando-se para cada estágio um volume de FO de 400 ml e com uma relação de volumes $V^o/V^a = 10$, teremos 40 ml de água desionizada inicial e nas fases aquosas subsequentes.

Os resultados analíticos das fases em equilíbrio são apresentados na tabela II:

TABELA II

Lavagem

| NO | | FASE AQUOS | A | FASE ORGÂNICA | | |
|---------------|------------------|------------------------------------|----------------------|------------------|------------------------------------|-----------------------|
| do Estágio | Conc. U (g/l) | Acidez (N em HNO ₃) | Dens a 30°C (g/l) | Conc. U (g/l) | Acidez (N em HNO ₃) | Dens. a 30°C (g/l) |
| 1 | 239,85 | 0,29 | 1333 | 134,50 | 0,04 | 1018 |
| 2 | 213,78 | 0,1 | 1289 | 132,72 | 0,03 | 1014 |
| 3 | 180,70 | 0,05 | 1247 | 127,67 | 0,03 | 1010 |
| 4 | 129,30 | 0,03 | 1175 | 114,87 | 0,02 | 989 |

A operação de lavagem é um caso particular de reextração e a prova disso é que a sua linha de equilíbrio se situa abaixo da linha de operação (fig. 4) Portanto, é inevitável um arraste de urânio pela FA de lavagem que retira da FO cerca de 20 g U/1. Neste caso, a concentração do U da FO ficará reduzida a ~ 115 g U/1.

5.6.1 - Operação de reextração em laboratório,

Da mesma maneira que as anteriores foi feita a operação de reextração, porém, em 6 estágios.

Partindo-se de 100 ml de FO lavada, calculou-se a quantidade de água desionizada necessária para uma reextração quase completa⁽¹⁵⁾. Temos então:

$$V^{a} = \frac{U^{o} - V^{o}}{U^{a}} = \frac{115 \times 100}{75} = 153$$
 ml de água

Portanto, foran. usados 153 ml de água desionizada para cada 100 ml de FO, em estágios sucessivos.

Os resultados analíticos das fases em equilíbrio são mostrados na tabela III.

TABELA III

| NO | | FASE AQU | DSA | FASE ORGÂNICA | | |
|---------------|-----------------|-----------------------|----------------------|------------------|------------------------------------|-----------------------|
| do Estágio | Conc U (g/t) | Acidez (Niem HNO3) | Dens a 30°C (g/i) | Conc. U (g/l) | Acidez (N em HNO ₃) | Dens. a 30°((g/l) |
| 1 | 71,06 | 0,015 | 1096 | 83,62 | 0,015 | 945 |
| 2 | 51,89 | 0,01 | 1068 | 62,34 | 0,01 | 917 |
| 3 | 38,32 | 0,02 | 1051 | 43,60 | 0,015 | 893 |
| 4 | 26,54 | < 0,01 | 1036 | 25,11 | 0,02 | 867 |
| 5 | 14,84 | < 0,01 | 1019 | 7,21 | 0,015 | 343 |
| 6 | 4,15 | < 0,01 | 1010 | 0,428 | < 0,01 | 834 |

Reextração

5.7 - Linhas de equilíbrio e de operação

5.7.1 - Linhas de equilíbrio

Com os valores das tabelas I, II e III, modificados convenientemente, constroem-se as linhas de equilíbrio para as 3 colunas a dimensionar. Essa modificação consiste na transformação da concentração do urânio em g/l para fração mássica de urânio. A base de cálculo é a seguinte:

densidades - (massa de ácido nítrico + massa dos elementos do nitrato de Uranilo, exceto o urânio)

Foi adotado esse método de cálculo considerando-se que o material que constitue as impurezas e que passa para a FO(na extração) é desprezível em reiação aos outros componentes. Assim, não influe nos cálculos a serem feitos.

Com mais razão ainda este critério é válido para a lavagem e a reextração.

Sejam, então, $x^* e y^*$ as frações mássicas de urânio nas condições de equilíbrio para as FA e FO, respectivamente, de acordo com as equações 14 e 15.

Chamemos de

M_u = Massa de urânio M_i = Massa de impurezas M_a = Massa de água M_e = Massa do TBP-Varsol

Na extração:

$$x^* = \frac{M_u}{M_u + M_s + M_i}$$
(16)

$$\mathbf{y}^{\bullet} = \frac{\mathbf{M}_{u}}{\mathbf{M}_{u} + \mathbf{M}_{s}} \tag{17}$$

Na lavagem e reextração:

$$x^{\bullet} = \frac{M_u}{M_u + M_a}$$
(18)

$$y^* = \frac{M_u}{M_u + M_s}$$
(19)

Fazendo-se as transformações, obtém-se a tabela IV.

Estes valores serão usados para a construção das linhas de equilíbrio (figs. 3,4 e 5).

5.7.2 - Linhas de Operação

As concentrações de urânio em g/1 das FA e FO nas entradas e saídas das colunas serão transformadas em frações mássicas.

De acordo com as equações 12 e 13, temos:

Na extração:

$$x = \frac{M_u}{M_u + M_a + M_i}$$
$$y = \frac{M_u}{M_u + M_s}$$

TABELA IV

-

Valores de frações mássicas calculados para FA e FO em equilíbrio

| Nº | Extra | ção | Lav | agem | Reex | tração |
|---------------|---------|--------------|-------|-------|--------|---------|
| do Estágio | x* | y• | x* | y* | x• | x* |
| 1 | 0,187 | 0,149 | 0,206 | 0,145 | 0,067 | 0,093 |
| 2 | 0,101 | 0,144 | 0,187 | 0,143 | 0,050 | 0,070 |
| 3 | 0,00013 | 0,010 | 0,160 | 0,138 | 0,037 | 0,050 |
| 4 | 0,00004 | 0,002 | 0,119 | 0,126 | 0,026 | 0,029 |
| 5 | - | _ | - | _ | 0,0095 | 0.0086 |
| 6 | _ | - | | _ | 0.0026 | 0.00051 |

Na lavagem e reextração:

$$x = \frac{M_u}{M_u + M_a}$$
$$y = \frac{M_u}{M_u + M_s}$$

O ácido nítrico foi previamente descontal? em cada cálculo, bem como os elementos do nitrato de uranilo exceto o urânio.

Os valores de x_1 , x_2 , y_1 e y_2 , frações mássicas de U das entradas e saídas das colunas, foram calculados e tabelados abaixo (Tabela V) de acordo com os dados obtidos em laboratório (Tabelas I, II e III).

Através das tabelas IV e V constroem-se as linhas de equilíbrio e operação respectivamente, para as 3 colunas, figs. 3, 4 e 5).

6 - Cálculo do nº de unidades de trans erência para as 3 colunas sob projeto

20

TABELA V

Frações mássicas paramétricas para as linhas de operação

(Estes valores serão usados para construir as linhas de operação)

| <u>Colore</u> | Fase | Aquosa | Fase O |)rgânica |
|--|--|--|---|---------------------------------------|
| Coluna | Entrada | Saída | Entrada | Saída |
| Extração Lavagem Reextração (temp. ambiente) 20-25°C | $x_1 = 0,24$ $x_2 = 0$ $x_2 = 0$ | $x_2 = 3 \times 10^{-4} x_1 = 0,175 x_1 = 0,070$ | $y_2 = 0$ $y_1 = 0,145$ $y_1 = 0,125$ | $y_1 = 0,145 y_2 = 0,125 y_2 = 0,002$ |

Obs. Os parametros das linhas de operação poderão, também, ser fixados de acordo com quarquer programação. Os parámetros aqui adotados acompanham de perto aqueles fixados para as colunas da unidade piloto do IEA ⁽¹⁵⁾, O número de unidades de transferência N_t para um processo de extração líquido-líquido em contra-corrente, operação contínua, é dado pela expressão⁽¹⁾:

$$N_{t} = \int_{y_{2}}^{y_{1}} \frac{dy}{y^{*} - y} + \frac{1}{2} \ln \frac{1 - y_{2}}{1 - y_{1}} + \frac{1}{2} \ln \frac{y_{2}(t - 1) + 1}{y_{1}(t - 1) + 1}$$
(20)

e para a lavagem e reextração, temos⁽¹⁾:

$$N_{t} = \int_{y_{2}}^{y_{1}} \frac{dy}{y - y^{*}} + \frac{1}{2} \ln \frac{1 - y_{2}}{1 - y_{1}} + \frac{1}{2} \ln \frac{y_{2}(r - 1) + 1}{y_{1}(r - 1) + 1}$$
(21)

r = quociente do peso molecular do solvente pelo peso molecular do soluto⁽¹⁾.

Obs. - Os cálculos foram conduzidos tomando-se os valores das fases orgânicas, porque as colunas operam com fase orgânica contínua.⁽¹⁵⁾

Determinação do 1º termo da soma, ou seja da integral (equações 20 e 21, parte a):

$$\int_{y_2}^{y_1} \frac{dy}{y^* - y} e \int_{y_2}^{y_1} \frac{dy}{y - y^*}$$

Pelos gráficos temos:

fig. 3

(y − y⁴)

e figs. 4 e 5

porque, na fig. 3 a linha de equilíbrio está acima da linha de operação, enquanto que nas figs. 4 e 5 as linhas de equilíbrio estão abaixo da linha de operação.

A integral corresponde a uma função $\frac{1}{(y^* \cdot y)} = f(y)$, para a extração e $\frac{1}{(y \cdot y^*)} = f(y)$, para a lavagem e reextração.

Isto significa que nos gráficos 3, 4 e 5, a cada valor de y da ordenada da reta de operação, corresponde uma diferença no eixo das ordenadas $y^* - y$ na fig. 3 e $y \cdot y^*$ nas figs. 4 e 5. São segmentos paralelos aos eixos dos y e compreendidos entre as curvas de operação e equilíbrio. Com os inversos desses valores constroi-se a tabela VI A, B e C para as colunas de extração, lavagem e reextração.

Pela tabela VI constroem-se os gráficos correspondentes, com y nas abscissas e $\frac{1}{y^*-y}$ (extração) ou $\frac{1}{y-y^*}$ (lavagem e reextração) nas ordenadas. São as figs. 6, 7 e 8.

A integração gráfica das áreas abaixo das curvas desses gráficos nos darão, respectivamente, os valores de

$$\int_{y_2}^{y_1} \frac{dy}{y^* - y} \quad \text{para o caso da extração}$$

$$\int_{y_2}^{y_1} \frac{dy}{y - y^*} \text{ para o caso da lavagem e reextração}$$

| A - Extração | | B - | Lavagem | C·R | extração |
|----------------------------|---------------------------------------|-----------------|---------------------------------------|--------------------------|---------------------------------------|
| $\frac{1}{y^* - y} = f(y)$ | | <u>1</u> y - | $\frac{1}{y^*} = f(y)$ | $\frac{1}{y-y^*} = f(y)$ | |
| у | $\frac{1}{\mathbf{y}^* - \mathbf{y}}$ | у | $\frac{1}{\mathbf{y} - \mathbf{y}^*}$ | у | $\frac{1}{\mathbf{y} - \mathbf{y}^*}$ |
| 0.145 | 200 | 0.125 | 8 | 0.125 | 32.2 |
| 0,132 | 59 | 0.127 | 11.2 | 0.114 | 38.5 |
| 0,120 | 34,5 | 0,129 | 15,2 | 0,104 | 43,5 |
| 0,108 | 24,6 | 0,132 | 21,2 | 0,093 | 52.6 |
| 0,096 | 19,2 | 0,134 | 31,2 | 0,082 | 57,2 |
| 0,084 | 15,9 | 0,136 | 47,6 | 0.072 | 60.6 |
| 0,072 | 13,5 | 0,138 | 83,4 | 0,061 | 60,6 |
| 0,060 | 11,9 | 0,140 | 143 | 0,051 | 55,5 |
| 0,047 | 11,1 | 0,143 | 200 | 0,0405 | 51,3 |
| 0,036 | 10,9 | 0,145 | 250 | 0,030 | 55,5 |
| 0,023 | 11,4 | - | _ | 0,019 | 71,4 |
| 0,011 | 13,5 | - | - | 0,009 | ·118 |
| 0 | 80 | - | - | 0 | 500 |

TABELA VI

Os valores restantes das expressões (20) e (21), (parte b)

$$\frac{1}{2} \ln \frac{1-y_2}{1-y_1} + \frac{1}{2} \ln \frac{y_2(r-1)+1}{y_1(r-1)+1}$$

serão empregados nos 3 casos

е

6.1 - Determinação de "r"

De acordo com a definição (item 6):

O solvente orgânico, sendo mistura de fosfato de \cdot -tributila e varsol, possuirá um peso molecular médio (M_m).

Seja também:

- $\begin{array}{ll} m_V & \mbox{ massa do varsol em 1 litro de solução orgânica pure (gramas)} \\ m_{\mathsf{TBP}} & \mbox{ massa do fosfato de n-tributila em 1 litro de solução orgânica pura (gramas)} \\ M_V & \mbox{ peso molecular do varsol (gramas)} \\ M_{\mathsf{TBP}} & \mbox{ peso molecular do fosfato de n-tributila (gramas)} \\ \delta_V & \mbox{ densidade do varsol (g/1) a 30°C} \\ \delta_{\mathsf{TBP}} & \mbox{ densidade do fosfato de n-tributila (g/1) a 30°C} \\ M_{gu} & \mbox{ átomo grama de urânio} \end{array}$
- **Obs.** O M_V é o peso molecular médio do diluente (Varsol), uma vez que o produto é uma mistura de hidrocarbonetos. Sua determinação foi feita a título de colaboração pelo laboratório químico da Shell BRASIL S.A., São Paulo.

Os valores das grandezas para os dois constituintes são:

 $M_V = 145$ $\delta_V = 760 g/l$ $M_{TBP} = 266,3$ $\delta_{TBP} = 965 g/l$

Em 1 litro de solução, temos 0,35 litros de fosfato de n-tributila e 0,65 litros de varsol. Então, as massas respectivas serão:

$$M_{TBP} = 965 \times 0.35 = 338 \text{ g}$$

 $M_{V} = 760 \times 0.65 = 493 \text{ g}$

A fórmula do peso molecular médio da mistura (Mm) é a seguinte⁽⁵⁾:

$$M_{m} = \frac{m_{V} + m_{TBP}}{m_{V}} + \frac{m_{TBP}}{M_{TBP}}$$
(23)

24

Então

$$M_{m} = \frac{338 + 493}{\frac{338}{266,3} + \frac{493}{145}}$$

$$\therefore M_{m} = 170$$

Sabemos (equação 22) que

$$\mathbf{r} = \frac{\mathbf{M}_{m}}{\mathbf{M}_{gu}} = \frac{170}{238}$$
$$\therefore \mathbf{r} = 0,715$$

Podemos, então, completar a parte b das equações 20 e 21:

$$\frac{1}{2} \ln \frac{1-y_2}{1-y_1} + \frac{1}{2} \ln \frac{y_2(0.715-1)+1}{y_1(0.715-1)+1}$$

Agora, tem-se todos os elementos para o cálculo das unidades de transferência de cada coluna. As equações 20 e 21 podem ser escritas sob a forma:

$$N_{t} = \int_{y_{2}}^{y_{1}} \frac{dy}{y^{*} - y} + \frac{1}{2} \ln \frac{1 - y_{2}}{1 - y_{1}} + \frac{1}{2} \ln \frac{y_{2} (0,715 - 1) + 1}{y_{1} (0,715 - 1) + 1}$$
(24)

$$N_{t} = \int_{y_{2}}^{y_{1}} \frac{dy}{y - y^{*}} + \frac{1}{2} \ln \frac{1 - y_{2}}{1 - y_{1}} + \frac{1}{2} \ln \frac{y_{2} (0,715 - 1) + 1}{y_{1} (0,715 - 1) + 1}$$
(25)

$$\int_{a}^{y_{1}} \frac{dy}{y - y^{*}} + \frac{1}{2} \ln \frac{y_{2} (0,715 - 1) + 1}{y_{1} (0,715 - 1) + 1}$$
(25)

Os valores de y₁ e y₂ são os da tabela V

Os valores da integração gráfica, parte <u>b</u> das equações 24 e 25 e do n⁹ de unidades de transferência (N_t) estão na tabela VII.

6.2 - Cálculo da altura da unidade de transferência (HTU) para as colunas a dimensionar

6.2.1 - Altura das unidades de transferência (HTU) nas colunas da usina piloto em funcionamento na C.E.Q. do I.E.A.

TABELA VII

Valores finais obtidos para o cálculo dos HTU

| Coluna | Valor da int e gração gráfica | Valor da soma dos termos em logarítimos | Nt |
|------------|---|--|------|
| Extração | 4,050 | 0,099 | 4,15 |
| Lavagem | 1,549 | 0,013 | 1,56 |
| Reextração | 8,865 | 0,083 | 8,95 |

O valor médio do HTU é dado por (1)

$$HTU = \frac{\text{altura util da coluna}}{n^{0} \text{ de unidades de transferência}} = \frac{H}{N_{\star}}$$
(26)

A altura útil das colunas da usina piloto é de 4,50 m. Essa é a parte da coluna onde se processa a transferência de massa. Essa altura já engloba o rendimento, estimado em 75%.

Portanto, para as colunas já instaladas (piloto), temos, aplicando a equação (26):

Coluna de extração (HTU)_E

$$(\text{HTU})_{\text{E}} = \frac{\text{H}}{\text{N}_{\text{t}}} = \frac{4,50}{4,15}$$

... $(\text{HTU})_{\text{E}} = 1,1 \text{ m}$

Coluna de Lavagem (HTU)L

$$(HTU)_{L} = \frac{H}{N_{t}} = \frac{4.50}{1.56}$$

 $\therefore (HTU)_{L} = 2.9 \text{ m}$

Coluna de Reextração (HTU)_R

 $(\text{HTU})_{\text{R}} = \frac{\text{H}}{\text{N}_{\text{t}}} = \frac{4,50}{8,95}$

| | (HTU) _R | = | 0,50 m |
|-----|---------------------|---|--------|
| ••• | (IIIO) _R | - | 0,50 m |

6.2.2 - Cálculo da altura de uma unidade de transferência teórica (HTU),

Na coluna de extração

$$(HTU)_{E_{1}} = 1,1 \times 0,75 \cong 0,82 \text{ m}$$

Na coluna de lavagem

 $(HTU)_{L1} = 2.9 \times 0.75 \cong 2.17 \text{ m}$

Na coluna de reextração

$$(HTU)_{Rt} = 0,50 \times 0,75 \cong 0,37 \text{ m}$$

6.2.3 - Cálculo da altura das unidades de transferência (HTU)' para as colunas industriais sob projeto:

De acordo com Logsdail⁽²³⁾ e Damiani⁽²²⁾ a altura teórica $(HTU)'_t$ da unidade de transferência para uma coluna de diâmetro D', conhecida a altura teórica da unidade de transferência de uma coluna de diâmetro D que opera nas mesmas condições, será dada pela expressão

$$(HTU)' = (HTU)_t \cdot e^{0,016(D' \cdot D)}$$
(27)

Essa relação é dimensional. Só é válida para os valores de D e D' medidos em centímetros⁽²²⁾. Como os diâmetros D' a empregar serão maiores que 30 cm (exceto na coluna de lavagem), introduziremos um fator de correção⁽²²⁾, que estimou-se em 1,1 para a coluna de extração (D' = 35 cm) e 1,15 para a coluna de reextração (D' = 46,0 cm).

Aplicando a equação 27 para as 3 colunas a dimensionar, teremos:

Coluna de extração:

$$(\text{HTU})'_{\text{E1}} = 1,1 \ge 0,82 \ge e^{0,016(35-12)} = (1,1 \ge 0,82 \ge e^{0,368}) = 1,1 \ge 0,82 \ge 1,445.$$

Coluna de Lavagem:

$$(\text{HTU})'_{\text{Lt}} = 2,17 \cdot e^{0,016} (30 - 12)$$

= 2,17 \cdot e^{0,288} = 2,17 \text{ x } 1,334

Coluna de reextração:

$$(\text{HTU})'_{\text{Rt}} = 0.37 \text{ x } e^{0.016(46.0 - 12)} \text{x } 1.15 = 0.37 \text{ x } 1.72 \text{ x } 1.15$$

Assim, teremos as 3 alturas teóricas de unidade de transferência(HTU) necessárias para a determinação das alturas das colunas requeridas.

6.2.4 - Cálculo das alturas teóricas H' e das alturas reais Hr' para as 3 colunas industriais sob projeto

a) - Altura da coluna de extração

Número de unidades de transferência: $N_t = 4,15$ Altura da unidade de transferencia (HTU)'_{Et} = 1,30 m Da equação(26) tiramos a altura teórica da coluna

$$H' = N_t (HTU)'_t = 4,15 \times 1,30$$

Estimado o rendimento da coluna em 75%⁽¹⁾, a altura real da coluna H'r será

$$H'r = \frac{5,40}{0,75}$$

$$H'r = 7,20 \text{ m}$$

6.2.5 - Altura da Coluna de Lavagem

N⁰de unidades de transferência: $N_t = 1,56$ Altura da unidade de transferência- (HTU)'_{Lt} = 2,89 m Da equação 26 tira-se a altura teórica

$$H' = N_t(HTU)'_{Lt} = 1,56 \times 2,89$$

Rendimento da coluna = 75%

... Altura real H'r será

6.2.6 - Altura da coluna de reextração

N⁰ de unidades de transferência: N_t = 8,95 Altura da unidade de transferência: h'_t = 0,73 m Da equação 26 tiramos a altura teórica

∴ H' = 6,55 m

Rendimento da coluna = 75%

: Altura real H'r será

H'r =
$$\frac{6,55}{0,75}$$

∴ H'ı = 8,75 m

Obs. - Os valores de H'r para as 3 colunas referem-se somente a "coluna útil" isto é, da parte estreita onde se situam as placas perfuradas.

7 - Reextração em temperaturas mais altas

A título de ilustração, cpresenta-se na fig. 9 o gráfico do comportamento da coluna de reextração operando a 58°C.

Temperaturas mais elevadas levariam o TBP à decomposição, o que obriga a operar em 58-60°C como limite superior de temperaturas para a reextração.

Os valores de equilíbrio foram obtidos em laboratório, através de misturadores-decantadores operando a 58°C em pseudo contra-corrente.

O tratamento matemático conveniente desses valores permitiu a construção da linha de equilíbrio do sistema a 58°C.

A reta de operação foi construída, levando em consideração os valores desejáveis para o sistema, extremos inferior e superior da coluna, em distribuição de massa (fração mássica) para o U e os solventes (água na fase aquosa e TBP na fase orgânica).

A 58°C, a reextração do urânio é facilitada, o que aumenta a concentração do mesmo na fase aquosa. Numericamente, temos na reextração à temperatura ambiente (20-25°C), 75 g/1 de U contra 100 g/1 de U a 58°C.

Comparando-se as equações, à temperatura ambiente $(20-25^{\circ}C)$ e a 58°C, tem-se respectivamente:

75 V^a = 115 V^o
$$\therefore \frac{V^a}{V^o} = \frac{115}{75} = 1,53$$





FIG. 3



31

FIG 4



CURVAS DE EQUILÍBRIO E OPERAÇÃO DA COLUNA DE REEXTRAÇÃO

FIG. 5



Fig. 6



Fig. 7



Fig. 8



FIG. 9

,

$$100 V^a = 115 V^o$$
 ... $\frac{V^a}{V^o} = \frac{115}{100} = 1.15$

Verificou-se assim que a 58° C, $\frac{V^a}{V^o}$ diminue, e como esse valor representa o coeficiente angular da reta de operação, isto significa maior aproximação entre as duas linhas: a de operação e a de equilíbrio.

Se pensarmos não em alturas de unidade de transferência, mas em nº de estágios existentes na coluna, isso significará maior número de estágios a 58°C que à temperatura ambiente.

Graficamente, obtém-se a 58°C o nº de 11 estágios teóricos, ou seja 14,5 reais, ao passo que à temperatura ambiente tem-se 6 estágios teóricos e 8 reais (valores levando em consideração uma eficiência de 75% na coluna, em relação ao valor teórico).

8 - PARTE III

8.1 - Sistema de Pulso

Nos tipos de contatadores diferenciais, dos quais faz parte a coluna pulsada, a energia derivada só das diferenças de densidade, normalmente é insuficiente para produzir uma fina dispersão da fase dispersa na fase contínua de modo a acelerar o fenômeno de difusão e melhorar o rendimento no interior da coluna, principalmente quando se necessitam de vários estágios para um dado tipo de operação.

Se o processo envolve substâncias corrosivas ou radioativas, os equipamentos que usam agitadores munidos de pás, podem apresentar problemas de manutenção. São nestes casos, portanto, que se indicam, preferencialmente, as colunas pulsadas.

Os pulsos podem ser provocados por várias maneiras, mas, convencionalmente, se adota o gerador mecânico de pulso, tipo bomba de pistão, acionado por um motor de velocidade constante.

O sitema de pulso se compõe de um gerador de pulsos e linha de transmissão, e pode ser colocado à distância ou junto da coluna.

8.2 - Dimensionamento do sistema de pulso

Determinada a frequência de pulso que deve atuar no sistema, passaremos a dimensionar os demais componentes.

A frequência escolhida para o caso atual é de 58 ciclos/minuto, de acordo com estudos nesse sentido realizados por Geier e outros pesquizadores^(4,9,12,21), ou $f = \frac{58}{60} = 0.966$ c/s.

8.3 - Gerador de puiso

Na Usina Piloto do IEA⁽¹⁵⁾ o gerador de pulso é constituído por uma bomba dosadora modificada (pois não funciona como bomba) que, em essência, se compõe de um pistão acionado por uma biela, acoplado a um pulmão de teflon cujo volume pode ser regulado por um dispositivo mecânico manual que varia o curso do pistão e que poderia também ser usado neste projeto.

O gerador de pulso, por razões de ordem econômica, deveria atuar de preferência com curso fixo e frequência variável, de modo que se possa obter um "af" (amplitude x frequência) desejado dentro do sistema considerado. Mas também pode ser usada uma bomba tipo dosadora, de curso de pistão regulável e frequência fixa.

De qualquer modo, o gerador de pulso deve, na aspiração (passagem da posição 2 a 4 na fig. 10) admitir em sua câmara, um volume tal de líquido que satisfaça as condições de pulso na coluna. Partindo-se do princípio de que o máximo volume provocado pelo deslocamento de pulso, dentro da coluna, não deve ser maior do que o volume entre as placas adjacentes^(12,14), teremos, então, como limite, a altura <u>a</u> entre placas (= 5 cm); e o volume máximo (V_m) a ser pulsado será⁽¹⁸⁾

$$V_{\rm m} = \frac{\pi D^2}{4}$$
 a = 0,7854 x (0,35)² x 0,05 (25)

..
$$V_m = 4.8 - 10^{-3} \text{ m}^3$$
 (= 4,800 litros)

k sendo o volume de 1/2 ciclo, teremos: k = $\frac{4.8}{2}$ = 2,4 litros

O gerador de pulso sob projeto, gerando uma onda senoidal, sua vazão V_z na unidade de tempo é dada por⁽¹⁴⁾

$$\mathbf{V}_{\mathbf{r}} = \mathbf{k}\pi\,\mathbf{f}\,\cos\theta\tag{26}$$

A admissão de líquido na câmara A do cilindro é máxima quando o pistão estiver na posição 3 (fig. 10). Mas, nesse ponto, o ângulo $\theta = 0$ (zero) e cos 0 = 1. Portanto, o volume máximo k a ser pulsado na coluna sendo conhecido, poderemos calcular seu dimensionamento em função das outras variáveis:

$$V_{r} = k\pi f x I = 2.4 x 3.14 x 0.966$$

:. Vazão do gerador de pulso = 7,3 litros/segundo

Conhecida a vazão V_z , os valores da área do pistão e o curso serão determinados em $f(V_z)$.

8.4 - Linha de Transmissão do Pulso

O pulso adequado obtido no gerador de pulso é transmitido à coluna por uma linha lateral, ligando o gerador com o decantador inferior, através do próprio líquido circulante na linha. A conexão de altura "L" (fig. 1) deve ser suficiente para contrabalançar, pelo menos uma parte da carga hidrostática da coluna, aliviando a pressão no gerador de pulso e, consequentemente, evitando eventuais vazamentos no sistema. A linha de transmissão deve ser convenientemente dimensionada para prevenir "cavitação". Quando um líquido está sendo pulsado dentro de uma tubulação com uma amplitude e frequência tais que a sua massa não possa acompanhar os deslocamentos do pulso, a coluna líquida rompe-se, dando lugar a uma cavidade a qual é chamada de "cavitação". Evidentemente, isto não pode ocorrer no sistema gerador de pulso-coluna por que seria eliminado o "sincronismo" necessário que deve ser mantido no conjunto.

Além disso, a cavitação é acompanhada por golpes de pressão que podem danificar a parte mecânica do equipamento.

Em vista disso, o sistema de transmissão de pulso deve ser projetado de tal modo que a pressão total atuante sobre ele nunca deve ser mais baixa do que a pressão de vapor do líquido que está sendo pulsado⁽¹⁴⁾.

8.5 · Efeitos das Pressões

Admite-se que a pressão total P num sistema pulsado é a soma de 3 diferentes pressões: pressão estática (Ps), pressão de fricção (Pc) e pressão de aceleração (Pa)⁽¹⁸⁾.

$$\mathbf{P} = \mathbf{P}\mathbf{a} + \mathbf{P}\mathbf{c} + \mathbf{P}\mathbf{s} \tag{27}$$

O gerador de pulso estando situado a uma altura conveniente, de modo que Ps da coluna = Ps da linha lateral, teremos cobre o pistão do gerador Ps = zero.

A pressão de fricção Pc é muito baixa e pode ser negligenciada⁽¹⁸⁾. Portanto, só restam calcular as pressões de aceleração Pa que atuam no sistema.

Considerando que a curva do deslocamento do líquido em função do tempo é quase senoidal, a velocidade e a aceleração estão defasadas em 90°. Isto significa que a pressão de aceleração (Pa) e a perda de pressão estão fora de fase⁽⁹⁾, quer dizer, quando uma está no seu valor máximo a outra está em zero.

8.6 - Pressão de aceleração (Pa)

É a mais importante das pressões numa coluna pulsada e ela se desenvolve principalmente na tubulação que conecta o gerador de pulso à coluna. Esta pressão deve ser computada para qualquer ponto do ciclo.

O valor mínimo (mais negativo) da pressão de aceleração Pa é dado por⁽¹⁸⁾

$$Pa_{min} = -\frac{-8\delta k}{d^2 g} \frac{L\pi f^2}{g} . \text{ sen } 2\pi \text{ ft}$$
(28)

onde

k = volume de meio ciclo do pulso (m³)

L = comprimento da tubulação (m)

- $\delta = \text{densidade da solução na tubulação (kg/m³)}$
- f = ciclos por unidade de tempo (c/seg.)

d = diâmetro da tubulação (m)

g = aceleração da gravidade (m/s²)

8.7 - Cálculo de Pa na Coluna (Pa1)

No caso particular da coluna sob projeto teremos J em lugar de L, e os seguintes valores:

 $k = 2,4 \cdot 10^{-3} \text{ m}^{3}$ $J = 7,20 + 0,87 + \frac{0,87}{2} = 8,50 \text{ m}$ $\delta = 992,8 \frac{\text{kg}}{\text{m}^{3}} \text{ (densidade média da FO na coluna)}$ $f = 58 \text{ ciclos/minuto} = 0,966 \text{ ciclos/segundo ou f}^{2} = 0,934$ $D = \text{diâmetro da coluna} = 0,35 \text{ m ou } (D)^{2} = 0,1225 \text{ m}$ $g = \text{aceleração da gravidade} = 9,81 \text{ m} \cdot \text{seg}^{-2}$ $Pa_{1} = \frac{-8 \times 2,4 \cdot 10^{-3} \times 8,50 \times 992,8 \times 3,14 \times 0,934}{0,1225 \times 9,81} = \frac{-482}{1,20}$

$$\therefore$$
 Pa₁ = -401 kgf m⁻²

8.7.1 -Cálculo de Pa na linha lateral (Pa2)

Operando-se a coluna em FO contínua, o líquido da linha lateral é composto, apenas, de FA de saída da coluna (refinado).

O dimensionamento L da linha lateral deverá ser tal que sua pressão hidrostática anule a da coluna. Portanto

$$\frac{L\delta'}{g} = \frac{J\delta}{g} \therefore L = \frac{J\delta}{\delta'}$$
(33)

J = 8,50 m (altura da coluna líquida entre o topo e a interface) (J na fig. 1)

 $\delta = 992.8 \text{ kg/m}^3$ (densidade média da solução na coluna)

 $\delta' = 1130 \text{ kg/m}^3$ (densidade da FA na linha lateral)

Substituindo em (33)

$$L = \frac{8,50 \times 992,8}{1130} = 7,45 \text{ m}$$

e de acordo com a equação (28):

$$Pa_2 = \frac{-8kL\,\delta^2 f^2\pi}{d^2g} , \text{ sen } 2\pi ft$$

L = Comprimento da linha lateral = 7,45 m

 δ' = densidade (= 1130 kg/m³) da FA na linha L

d = 100 mm (diâmetro de L)





DIAGRAMA EM SEQÜÊNCIA DAS POSIÇÕES DO PISTÃO EM UM GERADOR DE PULSO MECÂNICO E SUA CORRESPONDÊNCIA GRAFICA

FIG. 10

sen 2π ft = 1

substituindo

$$Pa_2 = \frac{-8 \times 2.4 \cdot 10^{-3} \times 7.45 \times 1130 \times 0.934 \times 3.14}{(0.1)^2 \times 9.81} = -4831 \text{ kgf} \cdot \text{m}^{-2}$$

... Pressão de aceleração mínima total no sistema (Pa,

$$Pa_t = (-Pa_1) + (-Pa_2) = -401 - 4831 = -5232 \text{ kgf} \cdot \text{m}^{-2}$$

 $\therefore Pa_t = -5232 \text{ kgf} \cdot \text{m}^{-2}$

8.7.2 - Funcionamento correto do sistema

A condição para o funcionamento correto do sistema, sem cavitação, é a pressão de aceleração mínima (Pa_{min}) disponível no gerador de pulso ser maior do que a tensão de vapor (ov) do líquido pulsado^(9, 12). Esta Pa é avaliada pela diferença entre a pressão atmosférica (P_{atm}) e a soma das pressões de aceleração no sistema. A tensão do vapor ov da FA de saída da coluna de extração sendo igual a 167 kg. m⁻², teremos⁽¹⁸⁾

$$Pa_{min} = P_{atm} - (Pa_1 + Pa_2) = 10000 - 5232 = 4768 \text{ kgf. m}^{-2}$$
 (34)

Pamin (= 4768) é maior do que ov(= 167). Portanto o sistema será operável.

8.7.3 - Cálculo da máxima frequência de pulso

No projeto de um sistema pulsado, é útil conhecer o limite máximo em que ele pode operar, isto é, saber qual a frequência máxima de pulsação que pode suportar o sistema sem que haja cavitação, pois, se esta se apresentar ele não será operável (item 8.4)

A pressão de aceleração admissível (Pa) no gerador de pulso é⁽¹⁸⁾

$$Pa = (-P_{atm}) + (\sigma v) = -10000 + 167 = -9833 kg. m^{-2}$$

mas

$$Pa = \frac{-8 \, kL \, f^2 \delta' \pi}{d^2 g}$$

ou

$$-9833 = \frac{-8 \times 2.4 \cdot 10^{-3} \times 7.45 \times 1130 \times 3.14 \times f^{2}}{(0,1)^{2} \times 9.81}$$

$$\cdot f^{2} = \frac{Pa}{8 \times L \delta^{2} \pi} = \frac{9833 \times 0.01 \times 9.81}{8 \times 2.4 \cdot 10^{-3} \times 7.45 \times 1130 \times 3.14} = \frac{964}{508}$$

$$\cdot f = \left[\frac{964}{508}\right]^{\frac{1}{2}} = 1.38 \text{ ciclos} \cdot \text{seg}^{-1}$$

42

Portanto, 83 ciclos/minuto será a máxima frequência de pulsação admissível no sistema, sem haver cavitação.

9 - Potência máxima de carga no gerador de pulso

Se o gerador de pulso é constituído por um pistão, biela e volante, então, a forma de onda gerada é bem próxima de uma linha senoidal.

O ponto de máxima potência está, portanto, no maior valor do ângulo de fase do pulso do ciclo e que está 90° fora de fase com o ponto de maior pressão.

De acordo com a fig.10 o ponto de maior potência é o referente à posição 1, e o de maior pressão é na posição 2. A diferença de fase, é portanto, de 90°, e o $\cos\theta \sec a = -1$.

A equação que nos possibilita conhecer a potência em um gerador de pulso é o produto da vazão do gerador (V_2) (em m³. seg⁻¹) pela pressão total P que atua sobre ele (em kg. m⁻²). Então⁽¹⁴⁾

$$W = V_z \cdot P = \left[k\pi f \cdot \cos \theta\right] \left[P_a + P_c + P_s\right]$$
(35)

ou

$$W = \left[7,3 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3 (-1)\right] \left[-5232 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-2}\right] = 38,2 \text{ kgm}$$

ou

$$\frac{38,2}{75}$$
 = 0,5 C.V

Fator de segurança = 50%

$$\therefore$$
 W = 0,5 + 0,25 = 0,75 (= 3/4 C.V.)

Os geradores de pulso para as outras colunas (lavagem e reextração) seriam calculados da mesma maneira.

ou

10 - Agradecimentos

Os autores não poderiam encerrar este relatório sem enviar seus agradecimentos àqueles que colaboraram direta ou indiretamente para o bom andamento deste trabalho.

Em especial, temos de citar:

Sr. Dr. Alcídio Abrão, DD Coordenador Geral de Engenharia Química, pelo apoio e estímulo recebido durante o desenvolvimento teórico-prático do presente trabalho.

Dra. Ludmila Federgrün, e sua equipe do Laboratório Analítico da C.E.Q., pelas análises realizadas, cuja precisão e acerto colaboraram decisivamente para se chegar aos resultados visados nas diversas etapas deste trabalho.

Sra. Jurany Barranqueiro, Srs. Amado Tobias de Andrade e Fuad Souza Curi pela colaboração prestada nas operações com os misturadores-decantadores de laboratório, cuja experiência nesse campo foi de grande valor.

D. Augusta Viana da Silva pelas seguidas transcrições datilografadas deste relatório.

Sr. Lauro Nakagami, pelos desenhos que ilustram este trabalho.

Abstract

In this paper is made a detailed study about the parameters that are necessary in the measurement of three industrial pulsed columns set, together its pulse generator, of mechanic conventional type, for a average/year production of 500 tons in high uranium purity for nuclear designs. The calculations are shown considering the objectives of each column: extraction, scrubbing and stripping.

The diameters of the columns as a function of the flows both organic and acquose fases were calculated.

The calculation to get the unity transfer number for each column type was detailed, through the graphic integration method, and, with the help of Logsdail and Thornton's work⁽²³⁾ and Damiani and cols⁽²²⁾ study, was possible to arrive to the columns' HTU under project, getting as following step the heights of those columns

Plottings with operation and equilibrium curves were prepared in laboratory works which were used later for the HTU's calculation. Lists which helped the mathematic development of this process were made.

Finally it was made a demonstration of pulses conditions adopted with generator's measurement, necessary power and limit frequency of operation in function of the pressions existent in the system.

RÉSUMÉ

On a étudié en détail les paramètres qui interviennent sur le projet théorique-pratique pendant le détaillement d'un ensemble industriel avec 3 colonnes pulsées, garnis des générateurs de pulses, du type mécanique, conventionnel, pour donner une production en moyenne de 500 tonnes par an d'uranium avec une pureté élevé pour l'applications nucléaires. On a abordé les calculs d'utilisation pour chaque collone; suivant sa finalité: extraction, lavage et réextraction.

On a effectué le calcul des diamètres des colonnes en function des vidanges organique et aqueuse.

On a détaillé le calcul pour obtenir le numéro de unités de transfert(HTU) pour chaque type de colonne laxtraction, lavage et réextraction) en utilisant le procédé graphique et a l'aide d'un travail de Logsdail et Thornton⁽²³⁾ et d'un étude de Damiani et colaborateurs⁽²²⁾ a été possible obtenir les HTU de chaque colonne. Ensuite on a obtenus les hauteurs des colonnes à projeter.

On a tracé les graphyques avec les courbes d'opération et d'équilibre obtenu dans le laboratoire et utilisé dans la détermination de les numéros de HTU. On a fait les tableaux pour aider le développement mathématique du procédé.

A la fin on fait une démonstration des conditions des pulses adoptables avec détaillement du générateur, puissance nécessaire et fréquence limite de opération en function des pressions qu'existe dans le système

11 · Bibliografia

- 1) TREYBAL, R. E. "Liquid-Extraction; McGraw-Hill Book Co., Inc. 1951
- BRIL, K. J. e KRUMHOLZ, P. "Production of Nuclearly Pure Uranium Study on the Descontamination of U from Th and Rare Earths by extraction with Tributylphosphate". Inter-Am Symp. Peaceful Appl Nucl. Energy - 3rd, Rio de Janeiro, 1960.
- 3) BRIL, K. J. "Usina Piloto de Urânio Nuclearmente Puro" Relatório interno IEA 1964.
- 4) ALDERS, L. "Liq-Liq-Estraction" Elsevier Publ. Co 1955
- 5)-CABE, Mc and SMITH "Unit Operat. of Chemical Eng. 2nd edition, McGraw-Hill-Kogakusha Co⁻¹.td - Tokio
- 6) HOBLER, T. "Mass Transfet and Absorbers" Varsovia 1966
- 7) DYRSSEN, D., LIENGENZIN, J. O., RYDBERG, J. "Solvent Extraction Chemistry" -1967 - Amsterdam.
- 8) WITTE, R. de "The Eurochemic Pulse cols. for Counter-Courrent Liq-Liq-Extraction" -Eurochemic Co., - Belgica - 1966 - Atompraxis 12 Heft 1-1966
- 9) GEIER, R. G., "Reactor Handbook" Vol.II-Fuel Reproc. (pg.570) 2nd edition N. York - Interscience - 1960
- 10) HANSON, CARL. University Of Bradford UK. "Chemical Eng. Vol.75 Nº 18 August 26-1968"
- 11) BENNETT, C. O., MYERS, J. E. "Momentum, Heat and Massa Transfer" McGraw Hill Book Co. - 1962
- 12) GEIER, R. G. "Proc. Nat. Int. Conf. on The Peaceful Uses of At. Energy" Vol.17 Geneva, 1-13 sept. 1958-U. N. (pg.192-199).
- 13) DURANDET, J., et als. "A Study of Pulsed Columns in solvent Extraction (Institut Français du Petrole)". Proceeding of the 2nd U. N. Interm. Conf. on the Peaceful of Atomic Energy" - Geneve-1-13-9-1958. Vol.17, pg.192.
- 14) RICHARDSON, G. L. and PLATT, A. M. "The Design and operat. of Industr. Scale Pulse Col. for Purex Service" - Progr. in Nucl. Energy, Series IV, 4, 1961.
- 15) FRANÇA Jr., J. M. "Usina Piloto de purificação de urânio por colunas pulsadas em operação no I.E.A. - "Publ. I.E.A. Nº 277-1972.
- 16) · PERRY, JOHN. H. "Chemical Eng. Handbook" McGraw-Hill Kogakusha Third Ed. -1951
- 17) THORNTON, J. D. "Recent Development in Pulsed Column Techniques" Chemical Eng. Symposium - Series n.º 13-Part III-pg.39-52-1954.
- 18) RICHARDS, R. B., COOPER, V. R. and GROOT, C. "Design Considerations for a Pulse Column System-HW-20305-1954 (micro ficha)
- 19) HARRINGTON, C. D. and RUEHLE, A. E. "Uranium Production Technology" D. Van Nostrand Co., Inc. Princeton, New Jersey, 1959
- 20) WOODFIELD, F. W. and SEGE, G. "A Louver-plate Redistributor for large-diameter

pulse columns" Hanford Atomic Prod. Op., Richland, Wash. Nucl. Eng. - Part III - 1954 pg.14-17

- 21) STEVENSON, R. L. and SMITH, P. E. "Reactor Handbook, 2nd Edition, Vol.II--Chapter 4 - N. York - Interscience - 1960.
- 22) DAMIAMI, L., DORIA, A., FATTORE, V. "Le Colonne pulsate nell estrazione líquido-líquido" Parte II - Progettazione-Revista Energia Nucleare-Vol.7 - nº 7 - julho-1960-pg. 463.
- 23) LOGSDAIL, D. H., and THORNTON, J. D. "Liq-liq. extraction Part XIV: The effect of Column diameter upon the performance and through put of pulsed plate column" - Inst. Chem. Eng. Vol. 35-pg.331-1957
- 24) VIAN, A. "Elem. de Ing. Quim. 2? ed. Aguilar-1957-(Madrid).

