

BR 710 10 87



**CONTRIBUIÇÃO TÉCNICA PARA PROJETO E OPERAÇÃO
DE COLUNAS PULSADAS**

Isabel Bekefi Kromek e Alvaro Ikuta

**INFORMAÇÃO IEA 50
CEQ 2**

JULHO/1976

**CONTRIBUIÇÃO TÉCNICA PARA PROJETO E OPERAÇÃO
DE COLUNAS PULSADAS**

Isabel Bekefi Kromek e Alvaro Ikuta

**COORDENADORIA DE ENGENHARIA QUÍMICA
(CEQ)**

**INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA
SÃO PAULO - BRASIL**

APROVADO PARA PUBLICAÇÃO EM FEVEREIRO/1976

CONSELHO SUPERIOR

Eng^o Roberto N. Jafet — Presidente
Prof. Dr. Emilio Mattar — Vice-Presidente
Prof. Dr. José Augusto Martins
Dr. Ivano Humbert Marchesi
Eng^o Heicio Modesto da Costa

SUPERINTENDENTE

Pr. Dr. Rômulo Ribeiro Pieroni

INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA
Caixa Postal 11.049 (Pinheiros)
Cidade Universitária "Armando de Salles Oliveira"
SÃO PAULO — BRASIL

NOTA: Este trabalho foi conferido pelo autor depois de composto e sua redação está conforme o original, sem qualquer correção ou mudança.

ÍNDICE

	Página
I – INTRODUÇÃO	1
II – PRINCÍPIO DE FUNCIONAMENTO DA COLUNA PULSADA	3
II.1 – Características Gerais de funcionamento	3
II.2 – Principais fatores que afetam o funcionamento da coluna pulsada	4
II.2.1 – Variáveis de projeto ou de fabricação da coluna	4
a) Amplitude do pulso e forma de onda	5
b) Características de aderência das fases na superfície dos materiais utilizados no enchimento da coluna e escolha da fase contínua	5
c) Geometria das placas perfuradas	7
d) Altura das secções da coluna pulsada	9
e) Diâmetro da coluna	9
II.2.2 – Variáveis de operação da coluna	9
a) Frequência do pulso	10
b) Vazão	10
c) Razão do fluxo	10
d) Concentração do soluto	10
e) Propriedades físicas dos líquidos	10
f) Temperatura	12
II.2.3 – Problemas Especiais	12
a) Retromistura	12
b) Canalização	13
c) Arraste	13
III – PROJETO DAS COLUNAS PULSADAS	13
III.1 – Evolução do projeto da coluna pulsada	13
III.1.1 – Capacidade da coluna pulsada	13
III.1.2 – Trabalhos desenvolvidos	14
III.1.3 – Escolha do conjunto de placas	14
III.1.3.1 – Escolha do conjunto de placas na secção de extração	14
III.1.3.2 – Escolha do conjunto de placas na secção de lavagem	14
III.1.3.3 – Escolha do conjunto de placas na secção de reversão	15
III.1.3.4 – Colunas de enchimento com anéis de Paschig	16
III.1.3.5 – Regeneração do solvente em colunas pulsadas	16
III.2 – Projeto do gerador de pulsos	16
III.2.1 – Gerador de pulsos tipo pistão	16
III.2.2 – Gerador de pulsos de ar comprimido	18
III.2.3 – Gerador de pulsos de membrana ou diafragma	18

	Página
III.3 -- Instrumentação para a coluna pulsada	18
III.3.1 – Controle da interface das fases nos decantadores	19
III.3.1.1 – Controle das interfaces dos líquidos por meio de purgadores de ar	19
III.3.1.2 – Controle das interfaces dos líquidos por meio de sondas de capacitância	19
III.3.1.3 – Controle das interfaces dos líquidos por meio de mecanismos tipo bóia	20
III.3.1.4 – Controle do peso específico na coluna pulsada	20
III.3.1.5 – Controle da pressão diferencial na coluna	20
 IV – APLICAÇÃO DO MÉTODO DE EXTRAÇÃO POR SOLVENTES À PURIFICAÇÃO DE NITRATO DE TÓRIO DESENVOLVIDO NO IEA-CEQ. USO DE COLUNAS PULSADAS EM ESCALA DE USINA PILOTO – DESCRIÇÃO DO MÉTODO E DOS EQUIPAMENTOS .	 20
IV.1 – Purificação de nitrato de tório em colunas pulsadas	21
IV.1.1 – Extração Fracionada do urânio e do tório e Lavagem do substrato orgânico .	21
IV.1.2 – Reversão Fracionada e Tratamento do Solvente	21
IV.1.3 – Tratamento do Solvente	25
IV.2 – Descrição das Colunas Pulsadas	26
IV.2.1 – Coluna composta de extração-lavagem	26
IV.2.2 – Coluna composta de reversão-lavagem	28
IV.3 – Componentes auxiliares das colunas pulsadas	26
IV.3.1 – Dispositivos de alimentação das colunas pulsadas	26
IV.3.2 – Gerador de pulsos das colunas pulsadas	31
IV.3.3 – Medidores de vazões dos líquidos influentes nas colunas pulsadas	32
IV.3.4 – Controladores de interfaces das colunas pulsadas	32
 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	 32

CONTRIBUIÇÃO TÉCNICA PARA PROJETO E OPERAÇÃO DE COLUNAS PULSADAS

Isabel Bekefi Kromek e Alvaro Ikuta

RESUMO

Nesta contribuição descrevem-se as características gerais e os fatores que afetam o funcionamento das colunas pulsadas utilizadas na purificação de metais como o tório, o urânio e o plutônio. Descrevem-se também os geradores de pulsos e a instrumentação de controle dessas colunas pulsadas.

Como as colunas pulsadas são contactadores líquido-líquido quase que exclusivamente utilizadas pelas indústrias de materiais nucleares, fez-se esta contribuição técnica a fim de servir de orientação aos técnicos que irão operar a primeira coluna experimental de extração-lavagem, que está montada na unidade piloto de purificação de tório da CEQ-IEA, e que em breve deverá entrar em fase de operação, e também orientar os posteriores estudos e modificações.

Esta contribuição está baseada principalmente nos trabalhos realizados por Richardson⁽¹⁵⁾, e nas adaptações realizadas no projeto e instalação da primeira coluna pulsada composta de extração-lavagem da CEQ.

I – INTRODUÇÃO

A coluna pulsada, descrita inicialmente por Van Dieck⁽¹⁴⁾, é uma coluna de extração com placas perfuradas, na qual um movimento pulsante, para cima e para baixo, é imposto a um fluxo de duas fases líquidas em contra-corrente. Este movimento pulsante dos conteúdos líquidos da coluna fornece energia suficiente para que haja uma mistura íntima das duas fases, à medida que passam através das placas perfuradas, permitindo importante redução na altura necessária a uma dada separação, freqüentemente reduzindo-a para menos da metade pela introdução do movimento pulsante.

O esboço esquemático de uma coluna pulsada é visto na Figura 1. Como alternativa, pode-se substituir as placas perfuradas horizontais espaçadas, por qualquer enchimento convencional, tais como: anéis de Raschig, selas de Berl, etc.

Inicialmente utilizaram-se as colunas pulsadas nos processos de separação nuclear em Hanford, pela General Electric Company, em 1948. Esta primeira planta piloto rapidamente se expandiu para outras atividades da Comissão de Energia Atômica Americana e levou, em 1950, à aplicação em grande escala na recuperação de urânio a partir de despejo estocado do processo fosfato de bismuto na Hanford TBP Plant⁽¹⁸⁾. Em 1955, empregou-se este tipo de coluna no aproveitamento de plutônio⁽¹²⁾ refugido na Recuplex Plant e na Hanford Purex Plant, uma das maiores plantas de separação de urânio nos EUA^(6,7). Entre outras instalações importantes que utilizaram as colunas pulsadas citam-se: Idaho Chemical Processing Plant, Oak Ridge National Laboratory e National Lead's Feed Materials Production Center, nos EUA, a planta brasileira de purificação de urânio da CEQ-IEA de São Paulo^(1,3,4,5) e a planta francesa de Le Bouchet, que já encerrou suas atividades.

Os principais competidores das colunas pulsadas são outros contactadores bem desenvolvidos, tais como colunas de enchimento e misturadores-decantadores. Cada tipo tem seu mérito particular. Um desenho esquemático comparando o tamanho relativo de cada contactador, exigido para um processo típico de separação, é mostrado na Figura 2. A altura excessiva, requerida pela coluna de enchimento, representaria um investimento apreciavelmente maior de capital para construção da usina. A escolha entre

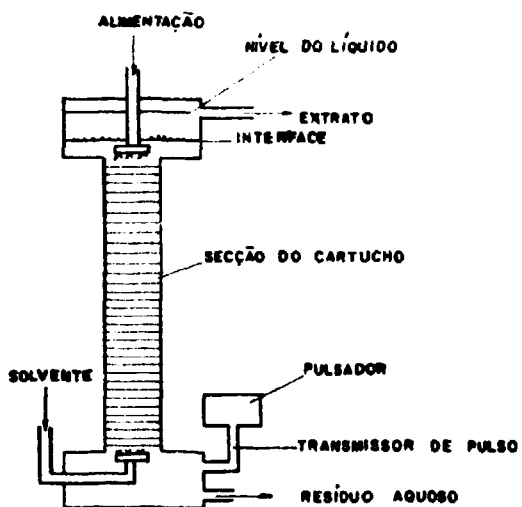


Figura 1 - Esquema gráfico de coluna pulsada

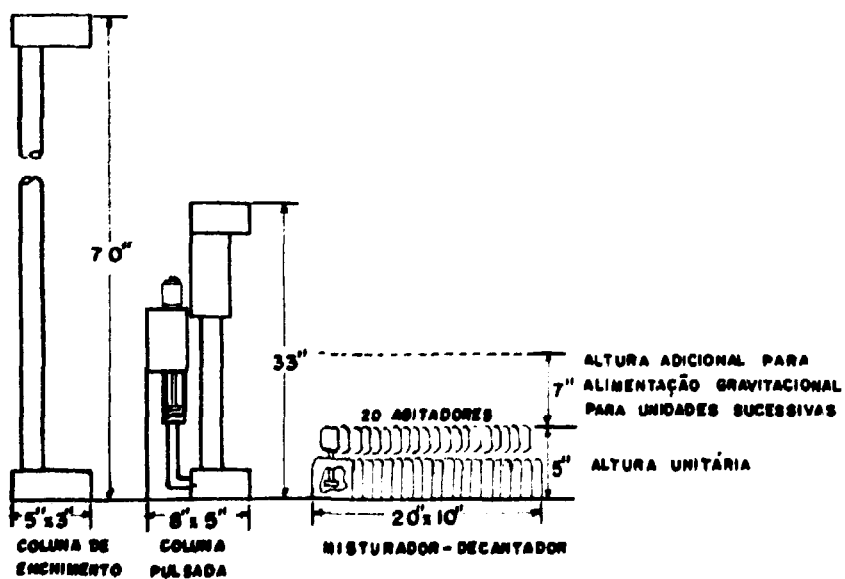


Figura 2 - Escolha do contactador de extração por solventes

colunas pulsadas e misturadores-decantadores de modo algum está claramente definida, pois o custo, a segurança e a versatilidade de ambos são equivalentes. Para fins nucleares, na purificação e transformação de concentrados de tório em produtos de elevada pureza química, as colunas pulsadas como contactadores para a extração por solventes apresentam as seguintes vantagens:

- Sua geometria é mais segura no controle da massa crítica;
- Os sólidos são mais facilmente removidos;
- O tempo de residência é menor, resultando na menor decomposição do solvente e detecção mais rápida dos desvios das condições padrões;
- Pode-se modificar rapidamente para fluxogramas alternativos;
- Há somente uma única interface para controlar, enquanto que nos misturadores-decantadores há várias interfaces

II – PRINCÍPIO DE FUNCIONAMENTO DA COLUNA PULSADA

II.1 – CARACTERÍSTICAS GERAIS DE FUNCIONAMENTO

Nas colunas pulsadas convencionais de placas perfuradas, observam-se cinco tipos distintos de comportamento, como uma função direta da velocidade de passagem e das condições de pulsação. Na Figura 3(10,16), mostra-se um gráfico típico da vazão em função do produto amplitude-freqüência do pulso (uma maneira conveniente de medir a energia introduzida ao sistema). A primeira área "inundada" é devida à pulsação insuficiente pois não há fluxo contra-corrente nas colunas com placas perfuradas sem a ação bombeadora do gerador de pulsos. Normalmente, na literatura especializada de língua inglesa, o fenômeno de inversão no sentido de uma das fases ou a ausência do fluxo contra-corrente em uma coluna de extração é chamada de "inundada" (flooded). Um tipo de operação denominada "misturador-decantador" ocorre à medida que a freqüência é intensificada além do início do fluxo contra-corrente. Esta operação é caracterizada pela presença de bolhas da fase dispersa e pela coalescência pronunciada das duas fases, em camadas discretas, durante as frações quiescentes do ciclo do pulso. Embora muito estável, este tipo de operação é relativamente ineficiente, (a não ser que sejam usadas, nas placas, perfurações muito pequenas, mais ou menos 1/32", como em colunas pulsadas em escala de laboratório). A operação tipo "emulsão" ocorre com uma aplicação de energia ainda maior. Esta operação altamente eficiente é caracterizada pelo aparecimento de pequenas gotas e por uma dispersão completamente uniforme através do ciclo do pulso. Se a velocidade de passagem do líquido ou a freqüência do pulso for ainda aumentada, resultará na inversão gradual do sentido de fluxo de uma das fases. Frequentemente, ocorre uma região "instável" de operação, quando a vazão ou a freqüência é aumentada para valores próximos da inversão de uma das fases. Esta região normalmente é caracterizada por uma coalescência periódica da fase dispersa, em uma região de grande subsistência desta fase, e subsequente canalização de grandes gotas através da coluna. Este tipo de instabilidade é típico de sistemas coalescentes. Em tais sistemas a facilidade de dispersão e coalescência parece estar relacionada com a velocidade de transferência de massa; uma alta velocidade de transferência de massa favorece a coalescência e uma baixa velocidade favorece a dispersão. Geralmente a eficiência da extração é prejudicada na região instável e freqüentemente flutua muito.

A curva típica de funcionamento de uma coluna pulsada de enchimento é semelhante à da coluna pulsada de placas perfuradas, exceto que não é exigido o pulso para produzir o fluxo contra-corrente, e a operação do tipo "misturador-decantador" não descreve propriamente a região de aplicação do pulso de baixa energia.

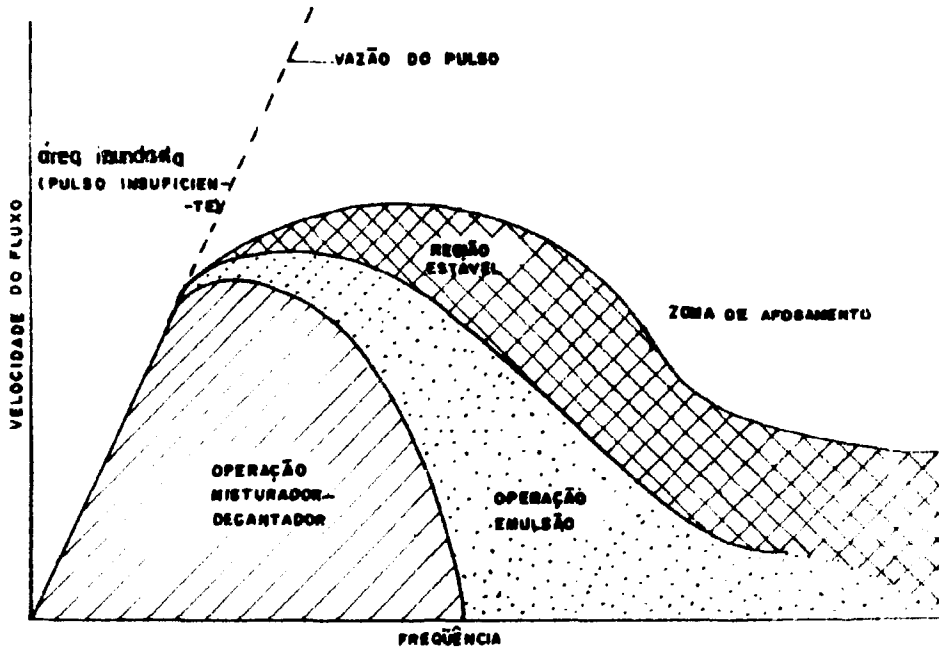


Figura 3 — Cinco tipos de comportamento da dispersão

II.2 – PRINCIPAIS FATORES QUE AFETAM O FUNCIONAMENTO DA COLUNA PULSADA

Pode-se dividir os fatores que afetam o funcionamento da coluna pulsada em dois grandes grupos: aqueles que são fixados no projeto ou na fabricação da coluna e do gerador de pulso associado, e aqueles que variam no decorrer da operação de uma coluna instalada.

II.2.1 – VARIÁVEIS DE PROJETO OU DE FABRICAÇÃO DA COLUNA

As principais variáveis que influem na eficiência e na capacidade da coluna pulsada são:

- a) Amplitude do pulso e forma de onda
- b) Características de aderência das fases na superfície dos materiais utilizados no enchimento da coluna e escolha da fase contínua

- c) Geometria das placas perfuradas
- d) Altura das secções da coluna pulsada
- e) Diâmetro da coluna

a) AMPLITUDE DO PULSO E FORMA DE ONDA

A amplitude do pulso afeta fundamentalmente o desempenho da coluna, como componente contribuinte de energia aplicada, que é uma função do produto aritmético da amplitude pela frequência. Este produto representa um meio simples e útil de correlacionar as condições de pulsação com o desempenho da coluna.

Usando um sistema não coalescente, a capacidade de inundação (vazão na qual ocorre a inversão na direção de deslocamento de uma das fases), na região de pulso de alta energia, pode-se facilmente correlacionar por uma equação da forma:

$\log(\text{vazão volumétrica}) = c(\text{amplitude} \times \text{frequência})$ onde c é uma constante para um dado sistema.

Com sistemas sujeitos a fácil coalescência⁽¹⁹⁾, todavia, observou-se que a inversão no sentido de uma das fases, operação do tipo boa emulsão e valor mínimo de HTU (altura de um estágio unitário) ocorrem com valores mais baixos do produto amplitude-frequência, e de preferência com amplitude de 0,5 polegada que com amplitude de 1,0 polegada. Isto sugere que com tais sistemas, o produto amplitude-frequência elevado à mesma potência entre um e dois dá uma correlação mais exata.

Com ajuste adequado na frequência pode-se usualmente variar a amplitude do pulso na faixa de 1,5 a 2 vezes, sem efeitos maiores na capacidade e no HTU, cujas variações se encontram dentro da faixa dos erros experimentais normais. Este fato permite a seleção de um número mínimo de tamanhos de geradores de pulso para uma dada instalação que utiliza colunas pulsadas de diâmetros diferentes. A melhor amplitude está entre 0,5 e 1,1 polegada. Geralmente amplitudes menores exigiram frequências excessivamente altas para bom desempenho, enquanto que, amplitudes maiores não apresentam vantagem significativa de capacidade. Normalmente as amplitudes dos pulsos são de 25 a 50% do valor do espaçamento entre as placas perfuradas, um fator que se acredita importante para ótimo desempenho e minimização da retromistura excessiva (ou reciclo) da fase dispersada pelo pulso.

O produto amplitude-frequência utilizado deverá estar na faixa de 3 a 4 cm/seg.

A forma de onda do pulso utilizada é aproximadamente senoidal, porém alguns experimentos mostraram que a forma de onda do pulso desviada substancialmente da senóide dá valores ótimos de HTU. Verificou-se, também, que as ondas de forma serrada reduzem a capacidade da coluna pulsada.

b) CARACTERÍSTICAS DE ADERÊNCIA DAS FASES NA SUPERFÍCIE DOS MATERIAIS UTILIZADOS NO ENCHIMENTO DA COLUNA E ESCOLHA DA FASE CONTÍNUA

Geralmente considera-se vantajoso, do ponto de vista da eficiência de extração, estabelecer a fase contínua com o líquido que tem a menor vazão e dispersar a fase de maior vazão. Entretanto, em separações nas quais se requer alta pureza do extrato que sai da coluna, esta vantagem é pequena comparada com os benefícios que surgem mantendo a interface na extremidade do resíduo aquoso da coluna, Figura B. As impurezas são carregadas continuamente para a interface, pelos filmes que circundam as gotas da fase dispersa, e após se desenvolverem até uma profundidade estável na interface, tendem a deixar a coluna pela linha efluente mais próxima. Esses sólidos e filmes interfaciais, constituídos de substâncias como sílica ou produtos de degradação do solvente, normalmente se encontram contaminados por impurezas absorvidas e

seu arraste no fluxo do produto pode limitar severamente a purificação do produto

Para uma operação satisfatória é necessário que a fase dispersa não molhe as placas perfuradas. Quando molhadas, as gotas coalescem em filme, tendendo a sair relutantemente em correntes ou como bolhas envolvendo gotas da fase contínua. Neste caso a eficiência e a capacidade são menores do que da operação do tipo emulsão normal

Em colunas cujas placas são molhadas pela fase aquosa contínua, normalmente usam-se placas de aço inox e para colunas em que as placas são molhadas pela fase orgânica contínua usam-se placas de materiais plásticos como polietileno e fluoroteno

Para haver maior capacidade e eficiência na coluna, com qualquer das fases contínua, usam-se com sucesso placas de aço inox cobertas com plástico na face em que a fase orgânica é introduzida na coluna. A superfície primeiramente encontrada pela fase dispersa favorece a sua coalescência, evitando assim a formação de emulsões espessas; a outra face, a qual não é molhada pela fase dispersa, evita que a fase coalescida se apegue à placa, permitindo assim a sua fácil dispersão pelo pulso. Há algumas restrições sobre a durabilidade do plástico de revestimento quando sujeito à radiação e por esta razão estas placas não são recomendadas para operações com soluções altamente radioativas.

Para qualquer uma das fases contínua, usam-se também placas tipo "bocal" (nozzle), Figura 4 B, isto é, placas de aço inoxidável com furos escareados. A ação destas placas difere da ação das placas de duas faces, pelo fato de que a fase dispersa quando molha a placa não se adere às bordas do bocal, permitindo assim que esta fase redispersa-se facilmente pelo pulso. A capacidade destas placas, praticamente, é a mesma que a obtida com as placas de duas faces, e é mais alta comparada às placas perfuradas de mesma geometria. Geralmente obtém-se excelentes HTU

Em colunas com fase aquosa ou orgânica contínua, usam-se conjuntos compostos por diversos tipos de placas, ou seja, conjuntos constituídos por placas de aço inoxidável de geometria simples ou placas tipo bocal intercaladas com placas de plástico, em intervalos regulares. Com pulsos de alta energia, as placas de aço inoxidável formam uma emulsão espessa de gotas orgânicas em uma matriz aquosa, com qualquer fase suposta contínua. Neste caso, a inundação normalmente ocorreria se não fosse pela ação coalescente das placas de plástico. Estudos da eficiência com este tipo de conjunto de placas são muito limitados, mas acredita-se que conjuntos de placas mistas possuem eficiência e capacidade mais altas do que qualquer dos conjuntos anteriores com geometrias equivalentes.

O uso da coluna pulsada na purificação do tório inicialmente pareceu desvantajoso, pois o regime de operação é descontínuo, e ao cessar a introdução de pulsos na coluna, através de uma bomba, o movimento vertical do fluxo disperso aquoso ou orgânico, considerando uma das fases contínua, prossegue até que haja decantação total de uma das fases. Isso não é de interesse, pois uma vez cessada a introdução de pulsos, o movimento vertical das fases também deverá cessar. Para tanto, foram introduzidas modificações no conjunto de placas perfuradas, cuja função é evitar que haja fluxo contra-corrente na ausência de pulsos.

Considerando, por exemplo, a fase orgânica dispersa, ao se interromper a introdução de pulsos e a alimentação das fases na coluna, a fase orgânica sendo menos densa que a aquosa, possui na coluna fluxo vertical de baixo para cima, que ao atingir as placas perfuradas coalesce e forma uma camada impedindo a passagem da fase aquosa que desce

No reinício da operação, com a introdução dos pulsos e da alimentação das fases, uma vez que as fases na coluna se acham distribuídas em porções discretas, a dispersão da fase descontínua é imediata em toda a coluna, e a operação prossegue como se não tivesse havido descontinuidade, superando desta forma, uma desvantagem que a coluna pulsada possuía em relação ao misturador-decantador

Do exposto, conclui-se que, quanto à escolha da fase dispersa, isto é, da interface superior ou inferior, o fator determinante sobre todas as outras variáveis é a pureza do produto obtido. A interface deve ser mantida no extremo oposto à saída do produto purificado, ficando a saída do resíduo próximo à interface.

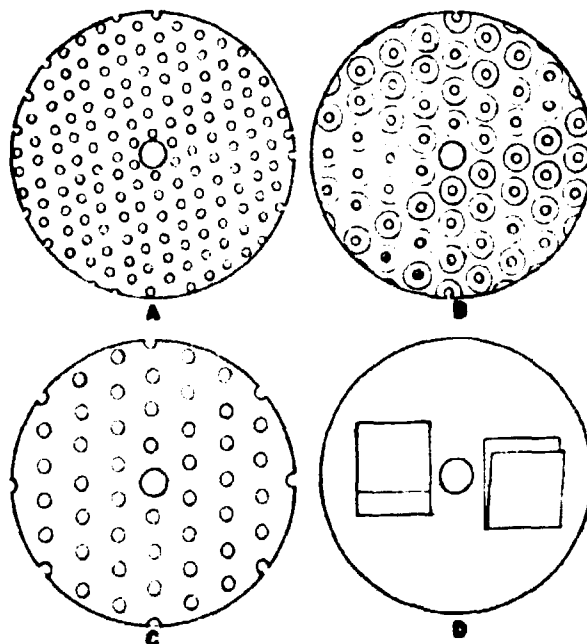


Figura 4 – Placas perfuradas típicas usadas no estudo da coluna pul:ada.

- (A) Placa perfurada tipo "Padrão", de aço inox, furos 1/8", área livre 23%.
- (B) Placa "nozzle" de aço inox, furos 1/8", área livre 10%, profundidade do nozzle 0.04".
- (C) Placa perfurada de polietileno linear, furos 3/16", área livre 23%.
- (D) Placa redistribuidora tipo "respiradouro", de aço inox, área livre 25%.

c) GEOMETRIA DAS PLACAS PERFURADAS

A capacidade e o HTU da coluna aumentam com o aumento do diâmetro dos orifícios das placas perfuradas, com a distância entre as placas e com a porcentagem de área livre das placas perfuradas.

Designou-se "conjunto padrão" ao conjunto formado por placas perfuradas de aço inoxidável com espaçamento de 2", diâmetro dos furos de 1/8" e área livre de 23%.

Considerando um conjunto aproximadamente igual ao padrão, verifica-se que são encontradas variações de até duas vezes na capacidade e no HTU da coluna, quando o tamanho dos orifícios, o

espaçamento entre as placas, ou a área livre são variados de três a quatro vezes. Observou-se que folgas de até 1/8" entre a placa perfurada e a parede de uma coluna de 3", não afetam o valor do HTU; para colunas com diâmetros maiores usam-se folgas de até 3/8" para permitir uma instalação remota dos conjuntos de placas.

As placas de aço inoxidável tipo bocal constituem uma classe especial de placas perfuradas, que se caracterizam por orifícios bocais orientados para a saída da fase dispersa na coluna, embora obtenha-se boa operação com os orifícios orientados para a outra direção. Conjuntos destas placas bem projetados aumentam a capacidade em cerca de 50%, e diminuem o HTU em até 30% quando comparadas às placas perfuradas de geometria equivalente. Figuras 4 e 5.

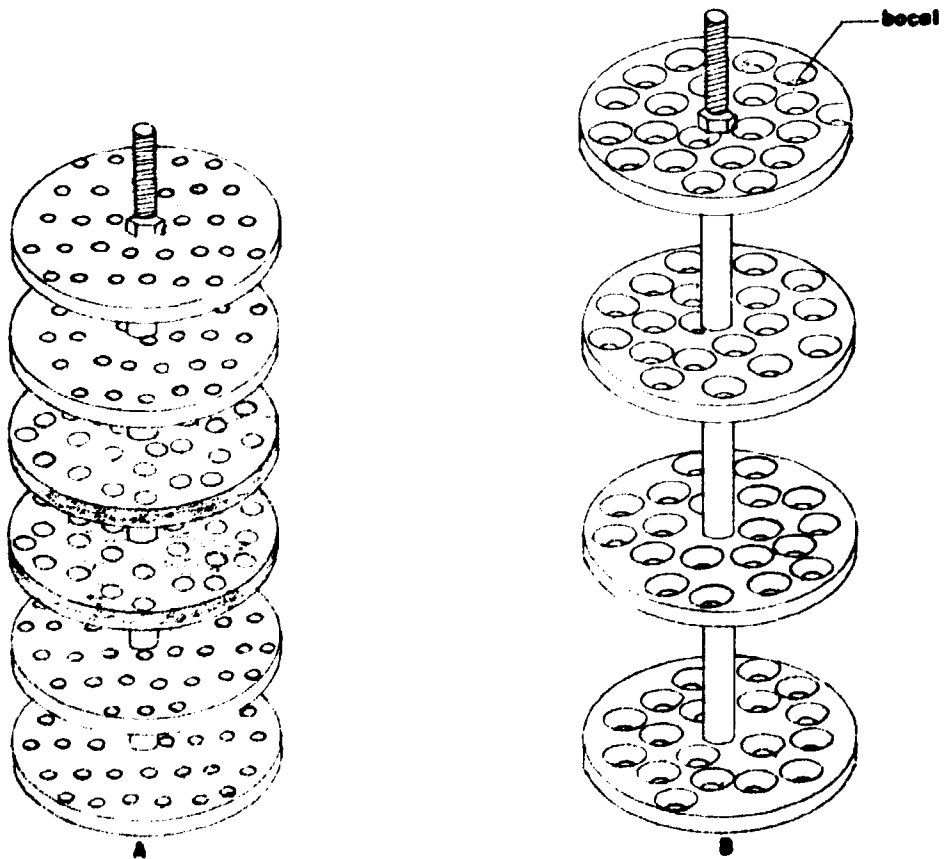


Figura 5 – Seções dos conjuntos da típica coluna pulsada

(A) Conjunto tipo "zebra" usado na secção de lavagem

(B) Conjunto de placas "nozzle" usado na secção de extração

Como já fora discutido, as placas tipo bocal operam bem com qualquer fase dispersa; para um bom desempenho da coluna a profundidade do orifício é no mínimo de 0,035 polegada, da base ao topo do bocal.

O desempenho excelente obtido com estas placas relaciona-se à melhor separação das fases contínua e dispersa (as gotículas são impelidas pelo jato produzido na pulsação, a uma distância adequada que reduz o número de gotas que voltam com o reciclo do pulso) e ao abrandamento característico do fluxo no bocal, como contrastado pelos orifícios pontiagudos.

d) ALTURA DAS SECÇÕES DA COLUNA PULSADA

Os valores relativos à altura da secção teórica, geralmente, aumentam com o aumento da altura da coluna. Acredita-se que é devido à tendência de os valores de HTU aumentarem com o decréscimo da concentração do componente de difusão. Escolhe-se, geralmente, as alturas dos conjuntos de placas da instalação, de forma a se igualar com o produto do número exigido de unidades de transferência e da altura máxima da secção teórica obtida em estudos de planta piloto, nas condições ótimas, acrescida de uma margem de segurança de 25 a 100% (o valor adicionado está na dependência da altura do conjunto de placas da planta piloto calculada).

Normalmente a altura da coluna pouco influi na capacidade de inundação; no entanto, notaram-se casos onde a capacidade na operação estável diminui de 15 a 30% com aumentos de 50 a 100% na altura da coluna, e possivelmente exige-se uma altura mínima para estabelecer a dispersão definitiva.

Avalia-se, pelo projeto de uma coluna em escala piloto, a variação da altura do estádio teórico HETS durante a operação, isto é, possibilita a coleta de amostras relativas às fases aquosa e orgânica em alturas intermediárias e também possibilita o aumento ou diminuição da altura da coluna; ou seja, é versátil.

Como o HETS (altura equivalente a um estádio teórico), conforme dados coletados (experimentos feitos na CEQ), varia em torno de 700 mm, projetou-se a coluna para coletar amostras em cada secção de 700 mm, tanto da fase orgânica como da fase aquosa, e medir a temperatura relativa a estas fases. Construiu-se cada secção de 700 mm de tal forma que independe das outras secções.

e) DIÂMETRO DA COLUNA

À medida que o diâmetro da coluna aumenta, as fases do líquido em contra-corrente mostram uma tendência crescente de se canalizarem em vez de se distribuírem uniformemente através da secção transversal da coluna. Tal canalização diminui apreciavelmente a eficiência da coluna. A canalização ocorre mais frequentemente nas colunas de extração em que a densidade da fase contínua é bem maior no topo do que na base.

II.2.2 – VARIÁVEIS DE OPERAÇÃO DA COLUNA

As principais variáveis de operação aqui discutidas são:

- a) Frequência do pulso
- b) Vazão
- c) Razão do fluxo
- d) Concentração do soluto

e) Propriedades físicas dos líquidos

f) Temperatura

a) FREQUÊNCIA DO PULSO

Discutiu-se já o efeito da frequência do pulso e a correlação do produto amplitude-frequência. Como mostra a Figura 6, geralmente os valores de HTU decrescem acentuadamente com o aumento da frequência na região de operação estável. No limite de instabilidade existe uma ligeira inversão desta tendência. Experimentos indicam que os valores mínimos de HTU se encontram normalmente na região de 75 a 95% da frequência de inundação.

b) VAZÃO

Na coluna pulsada os valores de HTU quase não são afetados pelas variações da vazão. Nas condições de pulsação constante, a curva do HTU em função da vazão, Figura 7, geralmente apresenta-se convexa, para baixo e rasa; isto significa que obtém-se valores quase constantes de HTU em uma larga faixa de variações da vazão dos líquidos, através de um ajuste apropriado da frequência.

c) RAZÃO DO FLUXO

Embora de pouca importância prática, os valores de HTU e da capacidade da coluna aumentam ligeiramente com o aumento da razão entre o fluxo da fase contínua e da fase dispersa. Devido à tendência de canalização ou de retromistura, a razão entre o fluxo do extrato e do resíduo é mantida normalmente de 15 a 20% acima do valor teórico mínimo requerido.

d) CONCENTRAÇÃO DO SOLUTO

Os valores de HTU geralmente são maiores na extremidade da coluna em que é introduzida a fase aquosa. Isto resulta no fato de os valores de HTU aumentarem com o aumento da concentração do soluto.

e) PROPRIEDADES FÍSICAS DOS LÍQUIDOS

Usando sistemas não coalescentes mostrou-se que a capacidade de inundação (CI) da coluna pulsada é aproximadamente proporcional à potência 0,7 da diferença de densidades entre as fases ($D_a - D_o$), à potência 0,4 da tensão superficial (T_s) e é inversamente proporcional à potência 0,3 da viscosidade (ν) da fase contínua

$$CI \propto \frac{(D_a - D_o)^{0,7} \times T_s^{0,4}}{\nu^{0,3}}$$

Em colunas de 3 a 4" de diâmetro, mostrou-se que a capacidade de inundação pode ser aumentada com a adição de 50 mg de "Mistron" (talco finamente dividido) ou bentonita por litro de fase dispersa. Esta adição aumenta a tendência de coalescimento da fase dispersa, reduzindo o tempo de separação de uma emulsão de volumes iguais de solução com 30% de TBP e água, de 60 a 15 segundos. Observou-se que a presença de outros aditivos ou impurezas como sílica coloidal ou complexos metálicos de produtos da degradação do solvente, diminuem a capacidade, pois aumentam a tendência de formação de emulsões. A interação de tais traços de impurezas aumenta a dificuldade de se prever o valor da capacidade de inundação através das equações fundamentais.

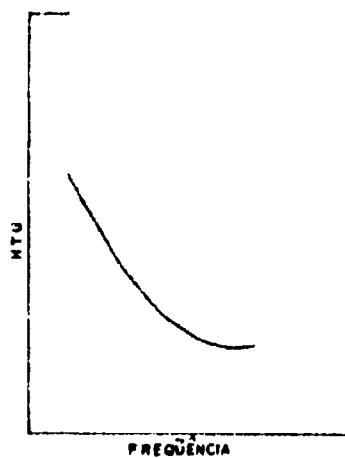


Figura 6 – Efeito da freqüência do pulso na eficiência da coluna pulsada

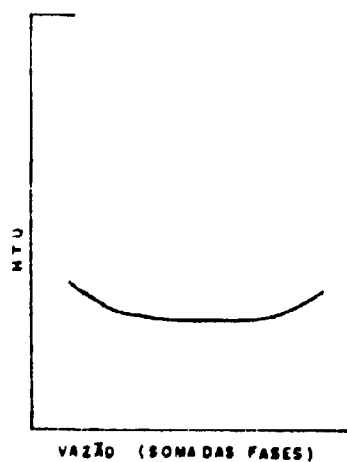


Figura 7 – Efeito da vazão na eficiência da coluna pulsada

Desde que os valores de HTU individuais variam aproximadamente com o número adimensional de Schmidt (relação entre a viscosidade e o produto da densidade pela difusibilidade do componente de difusão), elevados a potência 0,6, baixos valores de viscosidade e alta difusibilidade favorecem valores baixos de HTU.

f) TEMPERATURA

Um aumento de temperatura aumenta a capacidade de inundação e diminui o valor do HTU, provavelmente a temperaturas mais altas há redução da viscosidade e aumento das velocidades de difusão envolvidas.

As colunas pulsadas geralmente são operadas a temperaturas de até 50° C, pois a temperaturas mais altas aumenta-se o risco de acelerar a degradação do solvente e a possibilidade de se aproximar ou ultrapassar o ponto de fulgor do solvente.

II 2.3 – PROBLEMAS ESPECIAIS

Retromistura, canalização e arraste constituem os três problemas básicos na operação da coluna pulsada, e estão presentes na maior parte das operações de difusão.

a) RETROMISTURA (BACKMIXING)

Considera-se a retromistura como o transporte de uma ou de ambas as fases na direção oposta à pretendida. Ocorre de duas maneiras: pela ação recíproca do pulso e pelas correntes em remoinho, induzidas na fase contínua pelo movimento da fase dispersa.

Experimentos⁽²⁰⁾ demonstraram que nas colunas pulsadas este fenômeno segue a relação de difusão em regime de equilíbrio:

$$\frac{E}{L} \frac{d^2C}{dx^2} - \frac{dC}{dx} = 0$$

onde

E = difusibilidade turbulenta (poleg²/min)

L = fluxo linear da fase contínua (poleg/min)

C = concentração do componente de difusão na fase contínua

x = distância em relação a um plano de referência

Os valores típicos da difusibilidade turbulenta para uma coluna de 4" de diâmetro com a fase aquosa contínua variam de 10 a 40 poleg²/min. Estes valores aumentam com o produto frequência-amplitude, com a razão entre a fase dispersa e a contínua, e com a vazão das fases⁽¹³⁾.

A retromistura é uma característica inerente à maior parte das operações de extração em contra corrente líquido-líquido, e seu efeito no HTU é geralmente desprezível comparado com o efeito de outras variáveis importantes.

Leva-se em consideração a retromistura nos trabalhos muito precisos pois produz uma curvatura considerável na linha de operação e a composição das duas fases em qualquer ponto da coluna é mais

próxima do valor de equilíbrio do que do valor calculado pelo balanço global de material. Assim, a determinação dos valores exatos de HTU requer uma resolução simultânea das equações diferenciais relativas à difusão turbulenta e à transferência de massa.

b) CANALIZAÇÃO (CHANNELING)

A canalização é resultante da distribuição irregular da fase dispersa através da secção transversal da coluna. É resultante não somente da má distribuição inicial da fase dispersa, mas também da situação instável, que ocorre quando a fase contínua é significativamente mais densa no topo do que na base da coluna. Esta última situação acentua-se somente em colunas com diâmetro maior que 16", aparentemente devido à incapacidade da corrente natural de turbulência, provocada pela pulsação, se opor à tendência de canalização, à medida que o diâmetro (ou a razão do diâmetro pelo espaçamento entre as placas perfuradas) excede de um certo valor. Em tais casos, para evitar a canalização, adicionam-se aos conjuntos de placas perfuradas, dispositivos de redistribuição em intervalos de aproximadamente 4 pés. Os dispositivos de redistribuição são constituídos pelas denominadas placas redistribuidoras, isto é, placas horizontais de aço inox, com algumas aberturas localizadas radialmente, nas quais o fluxo pulsado é orientado tangencialmente, Figura 4 D. Para o desenvolvimento da turbulência é necessário que haja um espaço livre de 6", abaixo e acima da placa redistribuidora.

A má distribuição do líquido nos pontos de injeção é evitada pelo uso de distribuidores do fluxo influente, que fornecem uma distribuição uniforme da fase a ser injetada através da secção transversal da coluna. Cada fluxo é introduzido por meio de distribuidores anulares nos quais o fluxo escoou através de 3 a 32 bocais ou furos. O número de bocais utilizados depende da vazão do fluxo e do diâmetro da coluna. A velocidade de escoamento do fluxo é de 1 a 2 pés/seg, suficientemente alta para causar alguma mistura. Para assegurar um fluxo uniforme, através de todas as aberturas, deve-se utilizar uma velocidade de cerca de 10 a 20% deste valor no tubo de alimentação do distribuidor.

c) ARRASTE (ENTRAINMENT)

Define-se o arraste como o transporte da fase não desejada nos fluxos efluentes. Esta fase é indesejável devido à contaminação em potencial dos produtos, à perda de solvente no resíduo aquoso e à possível oclusão de solvente nos concentrados do produto aquoso. Nas secções de separação das fases são obtidas boas separações com um tempo de residência menor que 2 minutos, porém, geralmente são empregados 10 minutos.

Em escala de usina piloto usam-se dispositivos anti-arraste tipo filtro, com resultados satisfatórios, mas devido aos problemas de instalação e manutenção por controle remoto em reprocessamento estes dispositivos não são recomendados para uso em planta industrial.

Quanto ao projeto das secções de decantação das fases nenhum problema incomum é apresentado. Usa-se uma variedade de projetos, desde chapas levemente inclinadas até cilindros verticais ou horizontais de grande diâmetro e caixas retangulares criticamente seguros. Uma precaução observada é a de assegurar que a secção de decantação inferior seja suficientemente rígida para impedir o movimento com o pulso.

III – PROJETO DAS COLUNAS PULSADAS

III.1 – EVOLUÇÃO DO PROJETO DA COLUNA PULSADA

III.1.1 – CAPACIDADE DA COLUNA PULSADA

Como base de projeto tem-se a capacidade máxima de operação das colunas pulsadas, recomendadas para o serviço Purex, variando entre 325 e 815 l/dm²/h; e o valor do HTU na extração do urânio, em colunas de 3 a 8 polegadas de diâmetro, variando entre 1 e 2 pés^(2,11).

III.1.2 – TRABALHOS DESENVOLVIDOS

No primeiro trabalho desenvolvido na Hanford Purex Plant utilizaram-se colunas de vidro Pyrex com diâmetros de 3 a 4 ; bombas, para introduzir as correntes influentes nas colunas e remover a fase mais densa numa velocidade comandada pela instrumentação de controle da interface; a fase menos densa transborda por gravidade. Aplicava-se o pulso na base da coluna através de uma linha preenchida com a fase aquosa estagnada. Usou-se diafragma de Terlon movido por um pistão excêntrico como gerador de pulsos, com amplitude e frequência variáveis.

O conhecimento ganho nestes primeiros estudos serviu para o desenvolvimento posterior de várias outras colunas.

III.1.3 – ESCOLHA DO CONJUNTO DE PLACAS

Projetaram-se colunas que operam com a fase aquosa contínua, devido a alta relação entre o fluxo orgânico e o aquoso, que favorece esta operação, e devido a falta de um conjunto padrão adequado para a operação orgânica contínua.

Mais tarde, estudos em planta piloto indicaram que o conjunto padrão fornecia eficiência excelente, mas a dispersão no centro da secção de extração era muito fina em relação a qualquer uma das duas extremidades, aparentemente porque as altas velocidades de transferência de massa na base da coluna e no ponto de alimentação favoreciam a coalescência e o aparecimento de bolhas relativamente grandes da fase orgânica. Uma dispersão muito mais uniforme formava-se pela graduação do conjunto, aumentando o diâmetro dos furos, a área livre e o espaçamento entre as placas nas secções onde a dispersão era mais fina. Obtem-se dispersões uniformes nas secções de lavagem com os conjuntos de placas padrões, porém, para concordar o produto amplitude/frequência, nas secções de extração com o de lavagem necessitou-se aumentar o diâmetro da secção de lavagem de 33%. A fim de evitar o efeito da canalização adicionaram-se ao conjunto padrão as placas tipo redistribuidor em intervalos de 4 pés.

Tornou-se evidente após poucos meses de operação com essas colunas com a interface no topo, que prejudicava-se seriamente a descontaminação pelo arraste de depósitos interfaciais altamente contaminados na saída do produto.

Conseqüentemente efetuou-se um programa de desenvolvimento a fim de produzir um conjunto adequado para a operação na qual se mantém a fase orgânica contínua, podendo assim deslocar a interface para a extremidade do resíduo da coluna e ainda obter a capacidade e eficiência necessárias.

III.1.3.1 – ESCOLHA DO CONJUNTO DE PLACAS NA SECÇÃO DE EXTRAÇÃO

Na secção de extração obtiveram-se resultados satisfatórios com um conjunto composto por placas de aço inox espaçadas de 2" com furos escareados de 3/16" de diâmetro e bocais de 0,04" de profundidade, e 23% de área livre, dirigidos para baixo com a finalidade de trabalhar com a interface inferior, isto é, com a fase orgânica contínua; a capacidade e a eficiência desses conjuntos era tão boa quanto os primeiros conjuntos com a vantagem de operarem também, igualmente bem, com a fase aquosa contínua.

III.1.3.2 – ESCOLHA DO CONJUNTO DE PLACAS NA SECÇÃO DE LAVAGEM

O desenvolvimento do conjunto da secção de lavagem orgânica contínua foi um pouco mais difícil. Embora placas escareadas, com 10% de área livre e 1/8" de diâmetro dos furos, produzissem dispersões aceitáveis nas colunas de dois diâmetros necessitou-se desenvolver um conjunto mais eficiente para garantir a adequada descontaminação. Desenvolveu-se, então, um conjunto composto de grupos alternados de duas placas de fluoroteno ou polietileno e duas a quatro placas de aço inox, todas espaçadas entre si de 1", as

placas de plástico possuíam uma área livre de 23% e diâmetro dos furos de 3/16", enquanto que as placas de aço inox apresentavam furos de 0,08" e área livre de 21%.

Esses cartuchos quando colocados na secção de lavagem, em colunas de dois diâmetros, produziam uma emulsão muito espessa, possivelmente inundação, nas áreas das placas de aço inox em frequências ótimas para um bom desempenho da extração. A tendência natural da inundação, todavia, foi controlada eficazmente pela ação coalescente das placas plásticas.

O conjunto acima descrito é chamado "zebra" devido à aparência listrada das bandas de emulsão. Acredita-se que a operação "zebra" seja altamente eficiente quanto à sua forma e ao HTU medido com a transferência de íons. O fator de descontaminação na coluna foi melhorado cerca de 10 vezes com a instalação desses conjuntos que operam com a fase orgânica contínua, e possibilitou a remoção de um ciclo de extração por solvente, reduzindo portanto o número de colunas praticamente à metade.

Pode-se substituir os conjuntos tipo "zebra" por conjuntos de placas com furos escareados de aço inox, apesar de sua eficiência mais baixa, para reduzir a frequência na troca dos conjuntos tipo "zebra" que têm vida útil de 8 a 12 meses.

Ensaiou-se um outro tipo de separação em colunas com o conjunto padrão para operação com a fase aquosa contínua; todavia, experimentos em duplicata de inundação nesta coluna indicaram que a capacidade de inundação variava de até o dobro. Não se conhece a razão dessa variação, porém supõe-se que as maiores causas sejam as características de molhagem das placas e a presença de traços de impurezas na alimentação. Para garantir a capacidade volumétrica adequada, aumentaram-se o diâmetro dos furos, a área livre e o espaçamento entre as placas para 3/16", 33% e 4" respectivamente, e a fim de minimizar quaisquer possíveis tendências de canalização, adicionaram-se aos conjuntos seis placas redistribuidoras.

Estudaram-se outros conjuntos para esta coluna: um com placas de furos escareados espaçadas entre si de 4", tendo 23% de área livre; outro com placas de aço inox normais espaçadas de 2", com 33% de área livre. Intercalaram-se as placas destes conjuntos a uma distância de 10" com placas de polietileno linear de área livre de 23%. Verificou-se que o conjunto de placas escareadas tende a minimizar os efeitos desfavoráveis das placas de aço inox molhadas pela fase orgânica. Apesar de molhadas pela fase orgânica, obtém-se vazões mais altas, embora este ganho seja contrabalanceado pela dispersão mais deficiente da fase. As placas plásticas utilizadas no último conjunto agem para coalescer emulsões espessas da fase orgânica e permitem uma operação estável no trecho da subsistência da fase dispersa, que seria suficientemente alto para causar inundação. A placa plástica nesse caso age como uma válvula de segurança que ajuda o transporte da fase orgânica de uma secção da placa de aço inox à outra.

III.1.3.3 – ESCOLHA DO CONJUNTO DE PLACAS NA SECÇÃO DE REVERSÃO

Observou-se em colunas de reversão que o desempenho do conjunto padrão era deficiente; extensos estudos levaram à recomendação do conjunto com placas de fluoroteno espaçadas de 4", com 3/16" de diâmetro dos furos e 23% de área livre, porém este conjunto é somente adequado para a operação com a fase orgânica contínua. Um ensaio inicial, realizado nas colunas, provou que os conjuntos de placas de fluoroteno tinham capacidade e eficiência satisfatórias, contudo foi difícil detectar e controlar a interface na base das colunas. Admitiu-se também, que estando a interface localizada na base da coluna, poderia gerar contaminação dos produtos devido às impurezas contidas na interface.

Comparados com as placas de fluoroteno, os conjuntos com placas de furos escareados além de maior estabilidade estrutural, apresentam a vantagem de se obter alta capacidade e eficiência, e boa operacionalidade, mantendo a interface no topo ou na base da coluna. Por estas razões as placas com furos escareados de aço inoxidável tornaram-se preferíveis em relação às placas de fluoroteno.

Os primeiros conjuntos de placas com furos escareados possuíam um espaçamento entre as placas de 4", 10% de área livre e 1/8" de diâmetro dos furos, a espessura do escareado variava de 0,04 a 0,05

polegada e era dirigida para baixo. Operou-se com este conjunto durante muitos anos, contudo foi descoberto que o limite de instabilidade às vezes era muito menor que o normal.

Mais tarde verificou-se que uma impureza emulsificante era introduzida no extrator, proveniente da unidade catiônica do desmineralizador de água. Para reduzir o efeito de tais impurezas, instalaram-se novos conjuntos formados de placas com furos escareados, com 3/16" de diâmetro e 23% de área livre. Espaçaram-se as placas, na metade superior da coluna, de 2" e na metade inferior da coluna, onde a tendência de emulsificação é maior, espaçaram-se de 4". Ao se virar os bocais das placas para cima, os furos escareados facilitavam o escape das gotas orgânicas sempre que as placas eram molhadas pela fase orgânica, porém chegou-se à conclusão que os conjuntos de placas deste tipo eram eficientes apenas na operação com a fase aquosa contínua.

III.1.3.4 – COLUNAS DE ENCHIMENTO COM ANÉIS DE RASCHIG

Projetou-se uma coluna com o diâmetro limitado a 7" para segurança sob o ponto de criticalidade nuclear, e operando com a fase orgânica contínua para permitir a dispersão da fase aquosa, que tem maior vazão, e a fim de deslocar os depósitos interfaciais para a extremidade da saída do resíduo.

Esta coluna tinha como enchimento anéis de Raschig de fluoroteno de 1" de diâmetro e 1" de comprimento, e ao contrário das colunas pulsadas, opera sem pulso. Na extração podem ser obtidos valores baixos de HTU, embora o HTU seja diminuído de cerca de 30 a 40% pela adição de energia do pulso. A capacidade da coluna na seção de lavagem se iguala ou excede a da seção de extração. As frequências ótimas da seção de extração fornecem boas dispersões na seção de lavagem, obtendo-se resultados satisfatórios empregando-se uma única coluna com o mesmo enchimento e diâmetro para ambas as seções.

Fizeram-se experimentos, os quais demonstraram que os anéis de Raschig são satisfatoriamente substituídos pelo conjunto de placas de furos escareados espaçadas de 2" com 23% de área livre e diâmetro dos furos de 3/16". Esta coluna possui uma capacidade quase que equivalente a coluna original; bom funcionamento da operação orgânica contínua, alta eficiência nas frequências ótimas da seção de extração, boa combinação das características de dispersão das seções de lavagem e extração. Este conjunto, totalmente metálico, evita alguns efeitos danosos ocasionados pela radiação ou pela exposição química que ocorrem normalmente nos anéis de fluoroteno.

III.1.3.5 – REGENERAÇÃO DO SOLVENTE EM COLUNAS PULSADAS

Para a regeneração do solvente projetou-se uma coluna operando com a fase orgânica contínua, com conjunto de placas perfuradas de fluoroteno espaçadas de 4", com 23% de área livre e diâmetro dos furos de 3/16", devido ao alto tempo de residência necessário para contactar as duas fases. O teste realizado, com os conjuntos de placas de furos escareados similares aos instalados nas colunas de reversão, mostraram que é muito difícil se obter a operação estável.

III.2 – PROJETO DO GERADOR DE PULSOS

III.2.1 – GERADOR DE PULSOS TIPO PISTÃO

O gerador de pulsos típico é constituído pela denominada bomba de pistão, formada por um pistão de bordos grafitados movido por um motor elétrico de velocidade variável agindo através de engrenagens de redução e de um arranjo convencional de manivela. Normalmente os pistões dos geradores têm um furo de 3/32" de diâmetro para prevenir a formação de bolsas de ar na linha de pulso e para amortecer a transmissão do pulso. A presença de bolsas de ar na linha de pulso causa um desvio considerável da onda, que é do tipo senoidal, aumentando ou diminuindo a amplitude do pulso. O desvio depende do volume do ar e da frequência do pulso. A base do pistão localiza-se a 10 ou 18 pés acima da base da coluna, para

reduzir o vazamento da solução do processo pelo pistão e para permitir que este vazamento flua por gravidade para um recipiente apropriado. Durante as interrupções, aplica-se pressão de ar debaixo dos pistões para prevenir a drenagem da coluna através dos orifícios de purga do pistão. O sistema de transmissão do pulso é projetado para evitar cavitação, que ocorre em sistemas líquidos quando a ação da pressão sobre ela cai abaixo da pressão de vapor do líquido. Em um sistema pulsado, a pressão total é o resultado da soma de três efeitos: pressão estática, perda de carga através das placas perfuradas e pressão de aceleração (pressão resultante da variação contínua do momento no sistema de pulso)

A pressão de aceleração é calculada pela lei de Newton: Força é igual ao produto da massa pela aceleração. Em um sistema de pulso senoidal a pressão de aceleração é dada por⁽⁸⁾.

$$P_a = \frac{7,83 \text{ K L } \rho f^2 \text{ sen } \theta}{10^6 \left[\frac{\text{D}^2}{\text{D}^2} \right]}$$

onde

P_a = pressão de aceleração (lb/poleg²)

D = diâmetro do pistão (poleg)

K = volume do pulso (poleg³)

L = comprimento do pistão (pes)

ρ = densidade do líquido

f = frequência do pulso (ciclos/min)

θ = ângulo de fase do ciclo do pulso

Para determinar a pressão de aceleração em qualquer ponto no sistema pulsado, os valores de P_a de todas as secções do sistema situados entre o ponto e o topo da coluna, são somados. A maior pressão de aceleração ocorre na superfície do pistão gerador de pulso. A perda de carga da coluna é principalmente uma função da velocidade do fluxo pulsado. Para coluna com placas perfuradas, vale a expressão:

$$P_c = \pm \frac{1,285 \text{ N K}^2 f^2 \rho (1 - v^2) \cos^2 \theta}{10^7 \text{ C}^2 \text{ A h}^2}$$

onde

P_c = perda de pressão através da coluna (lb/pol²)

N = número de placas

v = área livre (fração)

C = coeficiente de orifício

Ah = área livre da placa (pol²)

(k, f, ρ, θ) previamente definidos

A onda de pulso derivada da combinação de um braço de manivela excêntrico desvia ligeiramente da senóide. Para cálculos exatos da pressão de aceleração e perda de carga é necessário usar a equação exata do movimento do pistão pulsante. Para a senóide, a pressão de aceleração máxima e a pressão da velocidade máxima ocorre a 90° assim usualmente, apenas o efeito da pressão que tenha o maior máximo necessita consideração.

A força máxima no gerador de pulsos é igual ao produto da pressão pelo fluxo

$$F = (krf \cos \theta) (P_a + P_c + P_s)$$

onde

P_s = pressão estática

O ponto de força máxima ocorre sempre no valor mais alto do ângulo de fase do ciclo pulsante e não no ponto de pressão máxima.

III.2.2 – GERADOR DE PULSOS DE AR COMPRIMIDO

Outro tipo de gerador⁽²¹⁾ é o de ar pressurizado cujas vantagens sobre o de membrana e pistão são:

- não há contacto direto entre o líquido processado e as partes mecânicas que se movem, evitando-se assim vazamento do líquido ou qualquer possível corrosão;
- a manutenção do sistema de distribuição de ar se torna mais fácil de ser realizada, uma vez que é feita fora da coluna;
- a atividade do ar que vaza é baixa;
- a amplitude do pulso fica bastante estável após a calibração, e a curva de pulso é suave e quase uma senóide.

Deverá haver na parte inferior da coluna um guarda hidráulico, para permitir que a amplitude desejada seja alcançada sem que haja entrada de ar na coluna. A pressão do pulso é sempre menor que a pressão estática da coluna, para evitar a entrada de ar se a pulsação parar repentinamente. Sabendo-se a razão entre o diâmetro da coluna e o diâmetro do tubo de pulsação, achar-se-á facilmente a amplitude exata na coluna. Este método é usado desde que a amplitude possa ser medida no tubo de pulsação.

III.2.3 – GERADOR DE PULSOS DE MEMBRANA OU DIAFRAGMA

São ainda utilizados como geradores de pulso as bombas de diafragma nas quais o pulso é fornecido à coluna por meio de uma bomba de diafragma. Este sistema apresenta a vantagem de o líquido não entrar em contacto com as partes móveis da bomba. O diafragma é feito normalmente de teflon.

III.3 – INSTRUMENTAÇÃO PARA A COLUNA PULSADA

O funcionamento físico da coluna pulsada é indicado por instrumentos que medem a posição da interface, o peso específico de um dos fluidos do processo e a diferença de pressão de uma secção da coluna ou de toda a coluna.

III.3.1 – CONTROLE DA INTERFACE DAS FASES NOS DECANTADORES

Um problema importante a ser considerado é o controle da interface de separação das fases orgânica e aquosa. Para tal utilizam-se registradores de interface que além de detectar sua posição controlam também esta posição por transmissão de um sinal para uma válvula de diafragma localizada na linha efluente aquosa; uma leitura alta no registrador, por exemplo, ocasionará uma maior abertura da válvula até que a interface desloque-se para o nível desejado.

III.3.1.1 – CONTROLE DAS INTERFACES DOS LÍQUIDOS POR MEIO DE PURGADORES DE AR

Um dos métodos utilizados será mediante o uso de purgadores, tubos de imersão tipo purga de ar, colocados em cada lado da posição da interface. Esses instrumentos utilizam um fluxo de ar através dos tubos de imersão, com as extremidades abertas, para contrabalancear a altura hidrostática do líquido. A pressão de retorno nos tubos de imersão é medida por um manômetro e/ou por um transmissor de pressão diferencial.

Dois tubos de imersão colocados a alturas diferentes, pré-determinadas, são usadas para a detecção da interface. A densidade média entre os extremos dos tubos de imersão será então igual à pressão diferencial medida em altura equivalente de uma coluna de água dividido pela diferença em altura dos extremos inferiores dos tubos. O instrumento é utilizado para controlar a interface pela medida e manutenção de um valor intermediário de densidade em relação às fases orgânica e aquosa, entre os extremos inferiores dos tubos. Pelo fato de as colunas serem pulsadas, uma modificação na frequência do pulso acarretará variações de pressão na linha de imersão. Os tubos transmissores, ocasionando portanto, variações na leitura da pressão diferencial, o que dificultará a detecção satisfatória da interface na base das colunas, que trabalham com fase orgânica contínua.

Para o controle da interface superior, o sistema descrito é bastante comum; a pressão diferencial é transmitida ao controlador o qual regula a posição da interface mudando a pressão do ar na válvula automática que controla a vazão de saída da fase mais densa.

Na interface inferior necessita-se de mais atenção quanto ao diâmetro do tubo de imersão que não deve ser maior que 6 mm para um comprimento mínimo de 1 m, medido a partir da parede externa do decantador (o diâmetro do tubo remanescente até a célula de pressão diferencial é de 10 a 12 mm); os ângulos agudos no tubo de imersão são evitados; a vazão de ar em cada tubo é mantida constante e em torno de 10 l/n.

As vantagens apresentadas deste sistema são: simplicidade no projeto; tempo de resposta bastante curto; evita a necessidade de se retirar amostras; permite variação de vazão. As desvantagens são: necessidade de calibrar o controlador pneumático em função do produto amplitude-frequência, isto é devido ao fato de a saída da fase aquosa ser regulada indiretamente pela calibração da pressão diferencial, inicialmente medida entre os tubos de imersão, e este ser função do produto amplitude-frequência.

III.3.1.2 – CONTROLE DAS INTERFACES DOS LÍQUIDOS POR MEIO DE SONDAS DE CAPACITÂNCIA

Durante vários anos usaram-se sondas de capacitância para detectar a interface de colunas, particularmente nas de interface inferior⁽¹⁷⁾. Essas sondas detectam a interface por meio da diferença nas constantes dielétricas das fases aquosa e orgânica. A sonda de capacitância é composta por dois eletrodos: um de cilindro metálico vertical, outro de bastão isolado localizado no eixo central do cilindro, com o líquido ocupando o espaço anular entre os dois eletrodos. Os eletrodos são conectados por um cabo de baixa capacitância a uma ponte de capacitância a qual é regulada conforme a posição da interface em relação à sonda.

Usaram-se as sondas de capacitância satisfatoriamente na operação de usina piloto, porém estão

sujeitas a freqüentes falhas, podem interpretar uma emulsão espessa como sendo a fase aquosa e deslocar a interface verdadeira ao tentar controlar uma pseudo interface de emulsão.

III.3.1.3 – CONTROLE DAS INTERFACES DOS LÍQUIDOS POR MEIO DE MECANISMOS TIPO BÓIA

As sondas de capacitância atualmente são substituídas por um mecanismo sensível tipo bóia⁽⁹⁾, que é constituído por uma bóia de aço inox projetada e calibrada para boiar na interface. A bóia flutua numa gaiola, um imã é locado na parte superior da bóia, e a sua posição relativa é detectada por uma bobina de indução selada, localizada na gaiola. Uma mudança na posição da interface causa uma alteração na impedância em um circuito modificado da Ponte de Wheatstone.

III.3.1.4 – CONTROLE DO PESO ESPECÍFICO NA COLUNA PULSADA

Os registradores de peso específico são valiosos na indicação da densidade das soluções do processo indicando se a coluna opera em regime de equilíbrio. Originalmente, localizavam-se adjacentes às sondas de interface para auxiliar a interpretação das leituras da posição da interface. Normalmente todos os detectores de peso específico localizam-se no topo das colunas, a fim de medir a densidade do extrato que transborda na parte superior da coluna. Como elementos sensores são usados tubos de imersão tipo purga de ar.

III.3.1.5 – CONTROLE DA PRESSÃO DIFERENCIAL NA COLUNA

A pressão diferencial através da coluna, em relação ao efeito da altura estática, é uma medida indireta da quantidade do soluto e das quantidades relativas das fases orgânica e aquosa presentes na coluna. Numa alimentação constante do soluto as variações na pressão estática constituem uma excelente indicação da instabilidade ou da inundação da coluna. Para determinar a pressão diferencial da coluna usam-se tubos de imersão tipo purga de ar.

IV – APLICAÇÃO DO MÉTODO DE EXTRAÇÃO POR SOLVENTES À PURIFICAÇÃO DE NITRATO DE TÓRIO DESENVOLVIDO NO IEA – SEQ. USO DE COLUNAS PULSADAS EM ESCALA DE USINA PILOTO – DESCRIÇÃO DO MÉTODO E DOS EQUIPAMENTOS

A tecnologia relacionada com o ciclo do combustível tem merecido especial atenção, por parte do Instituto de Energia Atômica, uma vez que a política nacional de Energia Nuclear aponta, como um dos objetivos a alcançar, a produção dos combustíveis necessários ao atendimento do Programa Nacional de Reatores Nucleares. Dentro deste programa iniciou-se, na Coordenadoria de Engenharia Química do IEA de São Paulo, o projeto de uma instalação piloto de purificação de sais de tório cuja qualidade se enquadre nos padrões de pureza exigidos pela tecnologia de combustíveis nucleares a partir de concentrados de tório provenientes da industrialização das areias monazíticas brasileiras.

O projeto visou, inicialmente, o estudo em escala de laboratório com a finalidade de obter dados para o estabelecimento de um processo de purificação, dados estes, que permitissem posteriormente o projeto e detalhamento dos equipamentos, planejamento, instalação e operação de uma unidade piloto de purificação.

O método escolhido, para atingir a pureza desejada, foi o de extração por solventes em colunas pulsadas, pois estas constituem o equipamento básico para a operação de contactação líquido-líquido, para fins nucleares, na purificação e transformação de concentrados de tório em produtos de elevada pureza química.

Chama-se a atenção do leitor, que a coluna pulsada aqui discutida, se relaciona a uma coluna composta, na qual é realizada em seqüência a operação de extração e a de lavagem; a alimentação é introduzida na altura intermediária da coluna.

Este esclarecimento se faz necessário, uma vez que na CEO IEA e na planta francesa de Le Bouchet, utilizam-se colunas e geradores de pulso separados para realizar as operações de extração e de lavagem.

Pelo fato de a solução de nitrato de tório bruto conter impurezas dissolvidas, a finalidade da extração por solventes é a de obter uma solução de nitrato de tório puro, adequada para a precipitação de oxalato de tório, que constitui uma das fases do método de purificação de concentrados de tório. A purificação da solução de nitrato de tório bruto, por meio de solventes em colunas pulsadas, faz-se em várias fases, descritas a seguir (Fluxogramas 1 e 2 e Tabela I)

IV.1 – PURIFICAÇÃO DE NITRATO DE TÓRIO EM COLUNAS PULSADAS

IV.1.1 – EXTRAÇÃO FRACIONADA DO URÂNIO E DO TÓRIO E LAVAGEM DO SUBSTRATO ORGÂNICO

A solução impura de nitrato de tório contendo urânio, tório e impurezas e contactada com o solvente em contra-corrente na coluna composta de extração, retendo o urânio e o nitrato de tório na fase orgânica e conservando as impurezas na fase aquosa

De acordo com a Figura 8, a fase aquosa de alimentação, constituída pela solução de nitrato de tório à concentração de 320 g ThO_2 /l, ácido nítrico 0,8 – 1,0 M e nitrato de sódio 2,2 – 3,0 M, é introduzida na parte central da coluna composta de extração-lavagem a uma vazão de 8 l/h. A fase orgânica constituída pelo solvente, 50% v/v de TBP em varsol, equilibrado com uma solução de ácido nítrico 0,36 M e água a menos que 1%, introduzida na base da coluna, por meio de bombas dosadoras, à vazão de 20 l/h

Após a contactação das duas fases e lavagem das mesmas, a fase orgânica denominada de extrato e retirada pelo topo da coluna com uma concentração situada na faixa de 120 – 150 g ThO_2 /l, sendo armazenada no tanque de homogeneização do extrato que servirá como solução de alimentação da fase orgânica na reversão fracionada. A fase aquosa é constituída pelo chamado resíduo, com menos de 1 g ThO_2 /l, retirada pela base da coluna e armazenada em um tanque de resíduos aquosos

As operações de extração e lavagem são realizadas em uma única coluna

A lavagem da fase orgânica saturada com tório pode ser feita com nitrato de sódio 2,2–3,0 M – ácido nítrico 0,8 – 1,0 M; com água desionizada; e ainda com a solução de nitrato de tório com concentração de 100 g ThO_2 /l – ácido nítrico 0,1 – 0,2 M. Verifica-se no último caso a utilização do próprio tório como agente coadjuvante de extração obtendo-se um produto com maior pureza e concentração

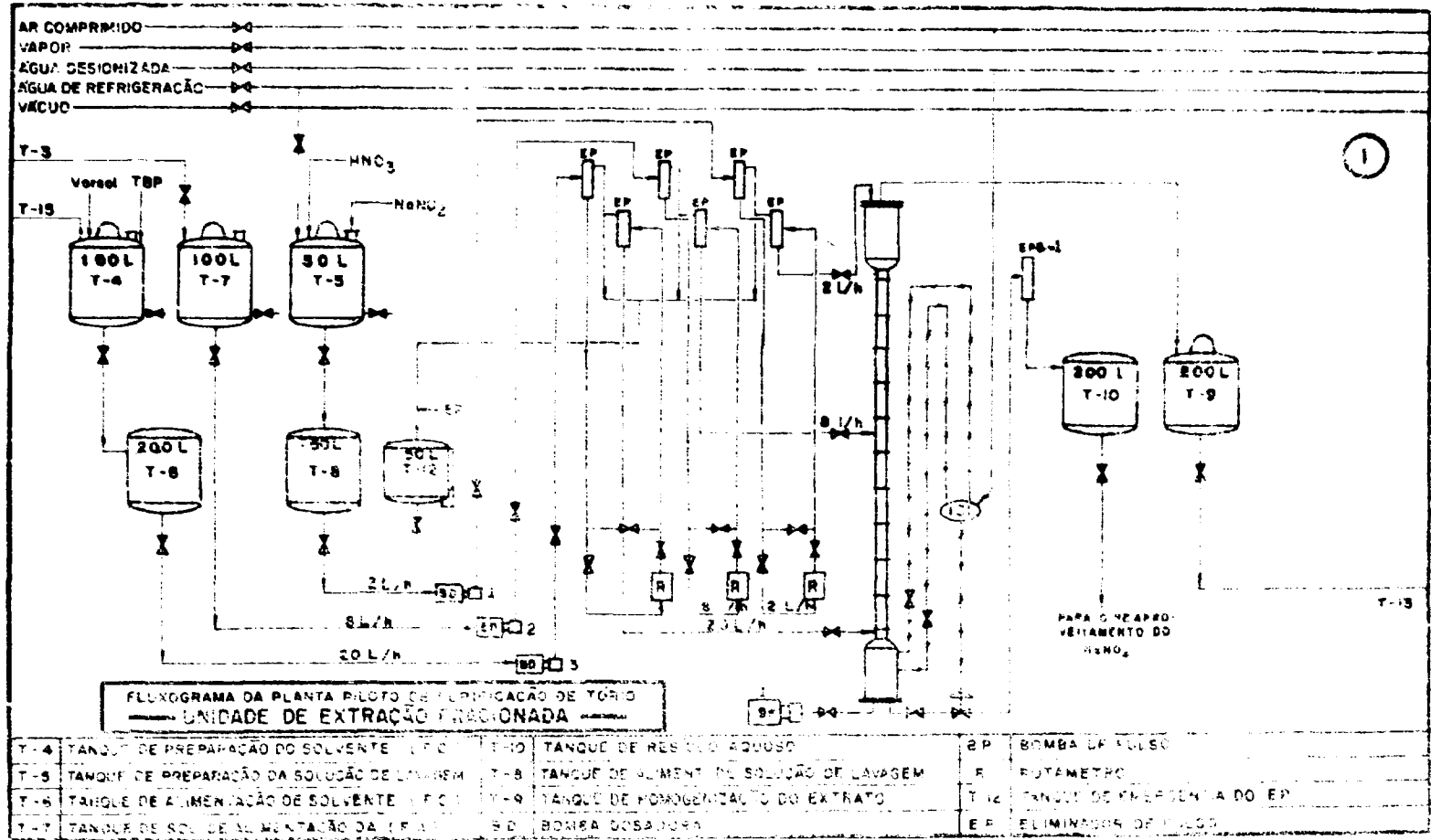
A solução de lavagem é introduzida no topo da coluna a uma vazão de 2 l/h, que ao fluir pela coluna se junta à fase aquosa de alimentação e é retirada pela base da coluna de extração, praticamente isenta de nitrato de tório, sendo desta forma armazenada no tanque de estocagem de resíduo aquoso.

IV.1.2 – REVERSÃO FRACIONADA E TRATAMENTO DO SOLVENTE

A operação de reversão fracionada tem como finalidade transferir seletivamente o tório contido no extrato orgânico lavado, vindo da coluna composta de extração-lavagem, para a fase aquosa e recuperar o solvente utilizado, a fim de reciclar para a fase de extração, como esquematizado na Figura 8

A fase orgânica contendo tório e urânio, denominada extrato, é introduzida na altura mediana da coluna composta de reversão à vazão de 20 l/h. É contactada em contra-corrente com a fase aquosa que é constituída de água desionizada, no caso do extrato orgânico conter pouco urânio; ou se utiliza água desionizada levemente acidificada (0,2 M HNO_3), no caso de a solução referida conter muito urânio, sendo desta forma transferida para a fase aquosa quase a totalidade do nitrato de tório

A solução de lavagem da fase aquosa, constituída por TBP 50% v/v em varsol contendo ácido nítrico 0,36 M e menos que 1% de água, é introduzida na base da coluna composta de reversão a uma vazão de 2 l/h, a qual se junta ao extrato introduzido na altura mediana da coluna e sai pela parte superior da coluna com concentração inferior a 1 g ThO_2 /l com o urânio, e é armazenado no tanque de extrato orgânico para posterior purificação do solvente. A fase aquosa que escoar em sentido contrário à fase orgânica é retirada pela base da coluna contendo o nitrato de tório extraído a uma concentração de aproximadamente 100 g ThO_2 /l indo para o tanque depósito de nitrato de tório para posterior alimentação do reator de precipitação de oxalato de tório e coagulação de nitrato de tório



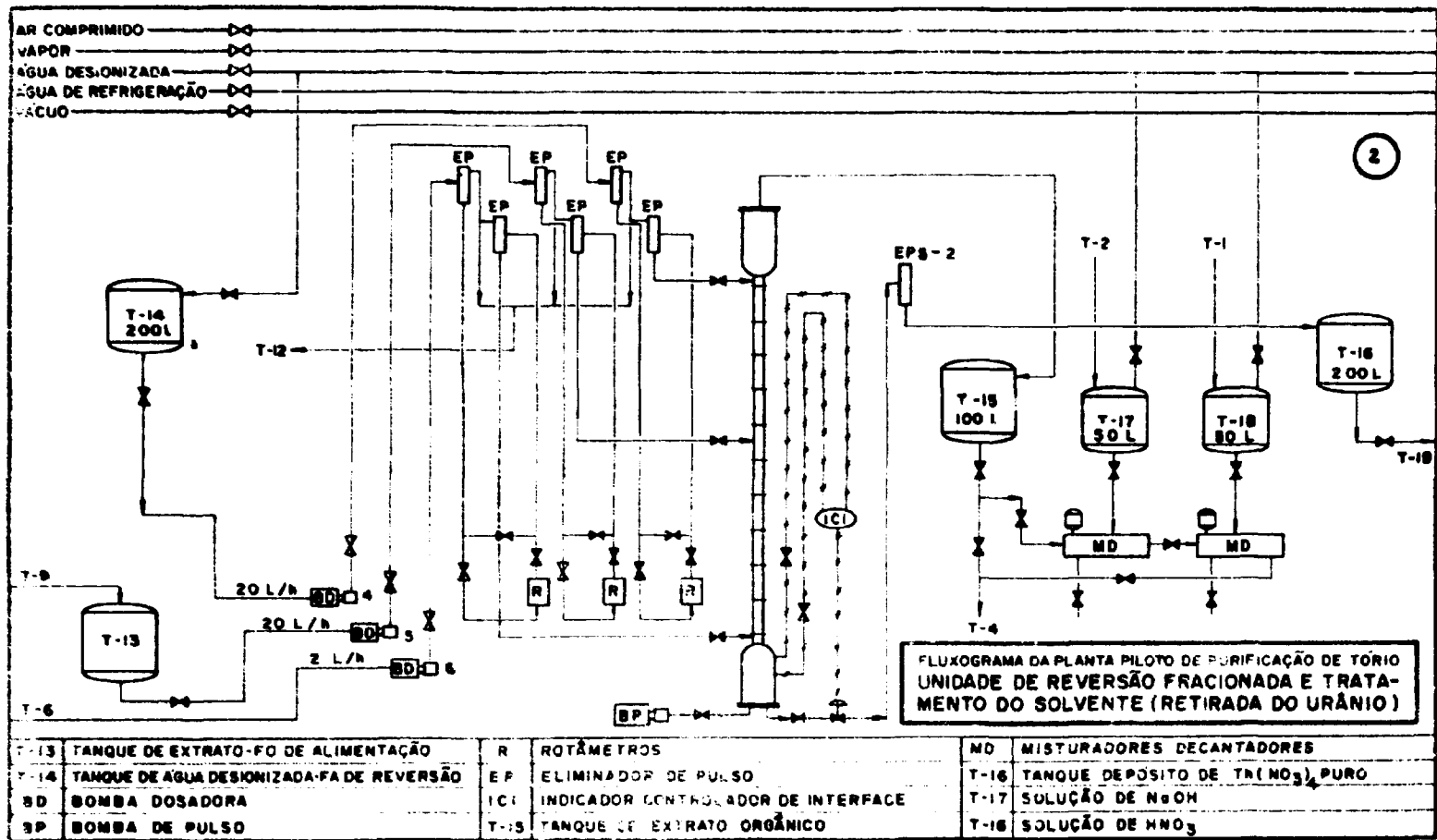


Tabela I

Dados Iniciais de Operação

1 – Coluna Composta de Extração-Lavagem

a) Extração

Relação O/A	2
Frequência x Amplitude	3 – 4 cm/s
Vazão de alimentação da FA	8 l/h
Vazão de alimentação da FO	20 l/h
Concentração de alimentação da FA	320 g ThO ₂ /l
Concentração de alimentação da FO	1 g ThO ₂ /l
Componentes principais da FA de alimentação	HNO ₃ 0,8 – 1,0 M NaNO ₃ 2,2 – 3,0 M Th(NO ₃) ₄ 320 g ThO ₂ /l
Componentes principais da FO de alimentação	TBP 50% v/v Varsol 50% v/v HNO ₃ 0,36 M H ₂ O 1%

b) Lavagem

Relação O/A	10
Frequência x Amplitude	3 – 4 cm/s
Vazão de alimentação da FA	2 l/h
Componentes principais da FA de lavagem	NaNO ₃ 2,2 – 3,0 M – HNO ₃ 0,8 – 1,0 M ou H ₂ O desionizada; ou Th(NO ₃) ₄ ~ 100 g ThO ₂ /l – HNO ₃ 0,1 – 0,2 M

2 – Coluna Composta de Reversão-Lavagem

a) Reversão

Relação O/A	0,85
Frequência x Amplitude	3 – 4 cm/s
Vazão de alimentação da FA	20 l/h
Vazão de alimentação da FO	20 l/h
Concentração de alimentação da FO	120 g ThO ₂ /l
Componentes principais da FO de alimentação	solução de tório e urânio ~ 120g ThO ₂ /l
Componentes principais da FA de alimentação	H ₂ O desionizada ou HNO ₃ 0,2 M.

b) Lavagem

Relação O/A	0,1
Frequência x Amplitude	3 – 4 cm/s
Vazão de alimentação da FO	2 l/h
Componentes principais da FO de lavagem	TBP 50% v/v Varsol 50% v/v HNO ₃ 0,36 M H ₂ O 1%

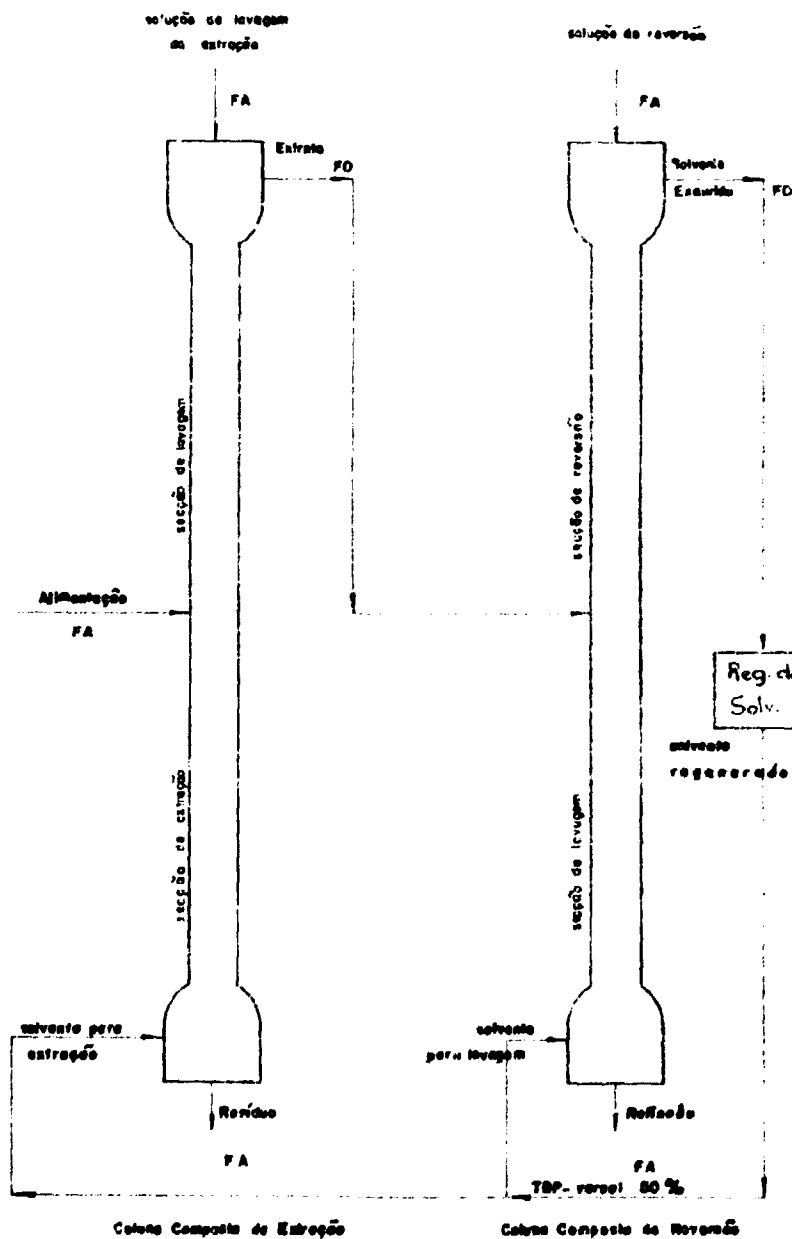


Figura 8 — Colunas Compostas

IV.1.3 – TRATAMENTO DO SOLVENTE

A purificação do solvente utilizado faz-se por meio de dois misturadores-decantadores. Pode-se utilizar as colunas pulsadas para purificar o solvente, o que requer apenas dois estádios, em separado; porém é mais econômico o uso de misturadores-decantadores. No primeiro misturador-decantador, 20% do solvente utilizado, contendo ácido nítrico 0,1 M, aproximadamente 20 ppm de urânio, e aproximadamente 1 g ThO_2 /l de nitrato de tório, são contactados com uma solução alcalina (hidróxido de sódio ou carbonato

de sódio 1 M); em seguida o solvente que sai deste decantador é lavado com uma solução ácida (ácido nítrico 1 M) para neutralizar a alcalinidade adquirida no primeiro misturador-decantador e dar condições de ser novamente utilizado no ciclo extração-lavagem-reversão. Esta operação é feita continuamente.

O solvente assim recuperado volta ao tanque de alimentação da fase orgânica juntando-se ao restante do solvente sem tratamento, para o ajuste da concentração de TBP antes de voltar para a extração, reiniciando o ciclo.

IV.2 – DESCRIÇÃO DAS COLUNAS PULSADAS

IV.2.1 – COLUNA COMPOSTA DE EXTRAÇÃO-LAVAGEM

Quanto ao aspecto físico (Figura 9 e 10 e Tabela II), pode-se dizer que a coluna pulsada composta de extração-lavagem projetada é constituída por onze elementos de vidro borossilicato termoresistente, dos quais dois dos elementos são de reto-redução com diâmetros de 1 1/2" e 4" nas extremidades, 600 mm de comprimento; e nove elementos retos de diâmetro 1 1/2" e 700 mm de comprimento. Dispõe-se dos seguintes acessórios: nove jogos de flanges de diâmetro 1 1/2" com junta de Teflon, nove jogos ou conjuntos de placas perfuradas de aço inox de 1 1/2" de diâmetro, duas flanges dos elementos decantadores das fases, de diâmetro de 4", com juntas de teflon tipo Ring Joint e nove flanges de amostragem de 1 1/2".

O conjunto dos elementos retos é chamado de coluna útil, pois é nessa secção que se processa a transferência de massa de uma fase à outra. Para separar as fases orgânica e aquosa projetaram-se duas secções que constituem os dois elementos reto-redução descritos, denominados decantadores superior e inferior, de diâmetros maiores que os dos elementos retos, para permitir o aumento do tempo de residência das fases, possibilitando assim uma melhor separação pelo efeito da decantação. Desta forma, os decantadores de uma coluna pulsada possuem duas finalidades: a primeira é a de possibilitar um tempo de decantação razoável entre as fases, para que a fase arrastada possa separar-se, evitando sua introdução na coluna seguinte; e a segunda seria a de formar a interface entre a fase contínua e a fase dispersa numa determinada posição para que as vazões de saída da coluna permaneçam constantes.

IV.2.2 – COLUNA COMPOSTA DE REVERSÃO-LAVAGEM

Projetou-se, para a reversão de tório puro, uma coluna formada de onze elementos de vidro borossilicato termoresistente, com dois elementos reto-redução com diâmetro de 6" em uma das extremidades e 2" de diâmetro na outra, e 600 mm de comprimento; e nove elementos retos de diâmetro de 2" e 700 mm de comprimento, com nove jogos de flanges de diâmetro 2", nove flanges suportes de amostragem de 2" e duas flanges dos elementos decantadores das fases, de 6".

Maiores detalhes das colunas são fornecidos na Tabela II

Projetou-se ainda uma coluna de reserva, a qual permitirá também a obtenção de urânio puro pelo tratamento futuro de um concentrado denominado torta II, com alto teor de urânio e terras raras.

IV.3 – COMPONENTES AUXILIARES DAS COLUNAS PULSADAS

IV.3.1 – DISPOSITIVOS DE ALIMENTAÇÃO DAS COLUNAS PULSADAS

Na coluna composta de extração – lavagem utilizar-se-á uma bomba dosadora tipo NSP-O/Triplex com as seguintes características:

I cabeça: fluido – Fase Aquosa de lavagem

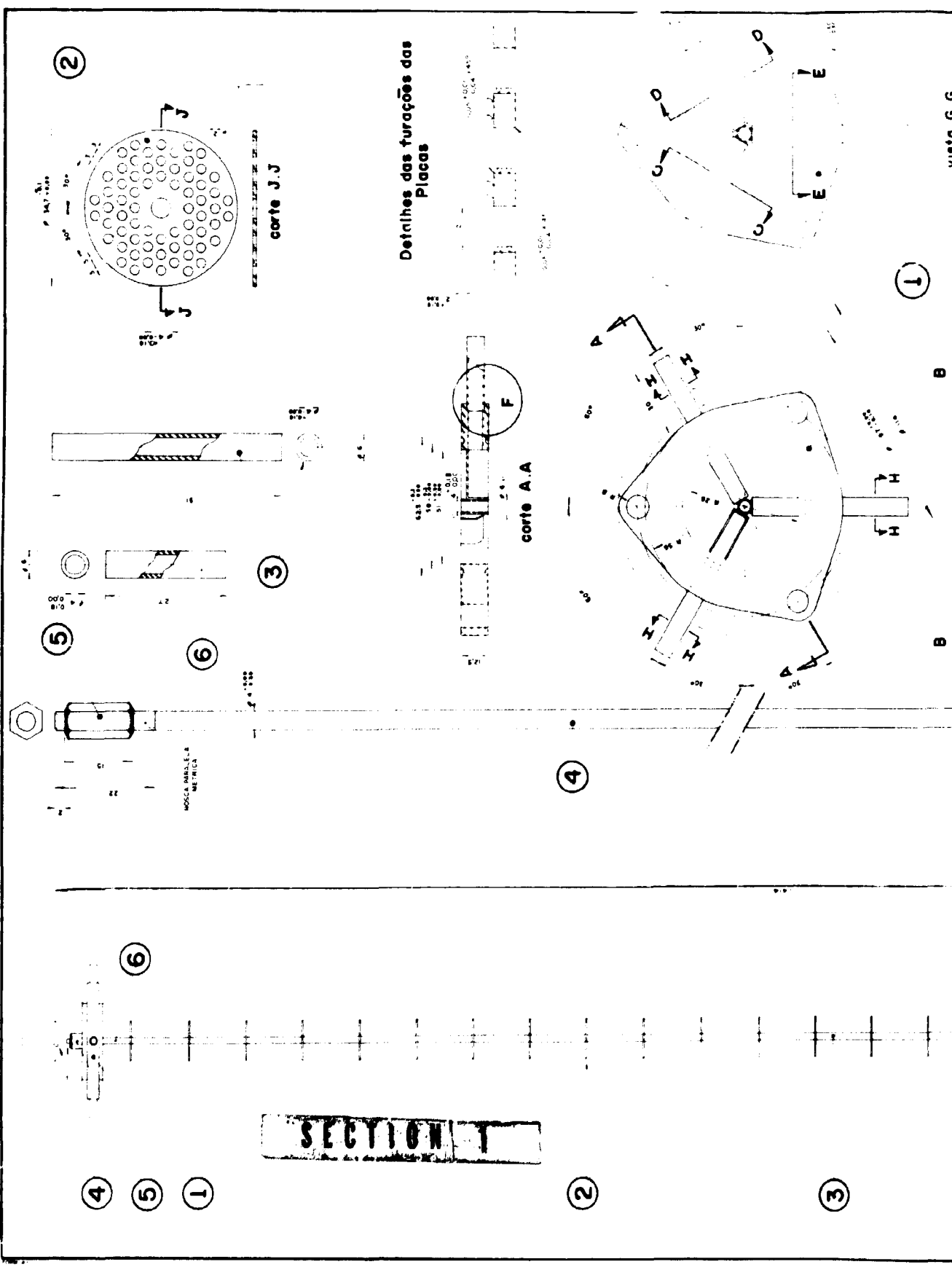


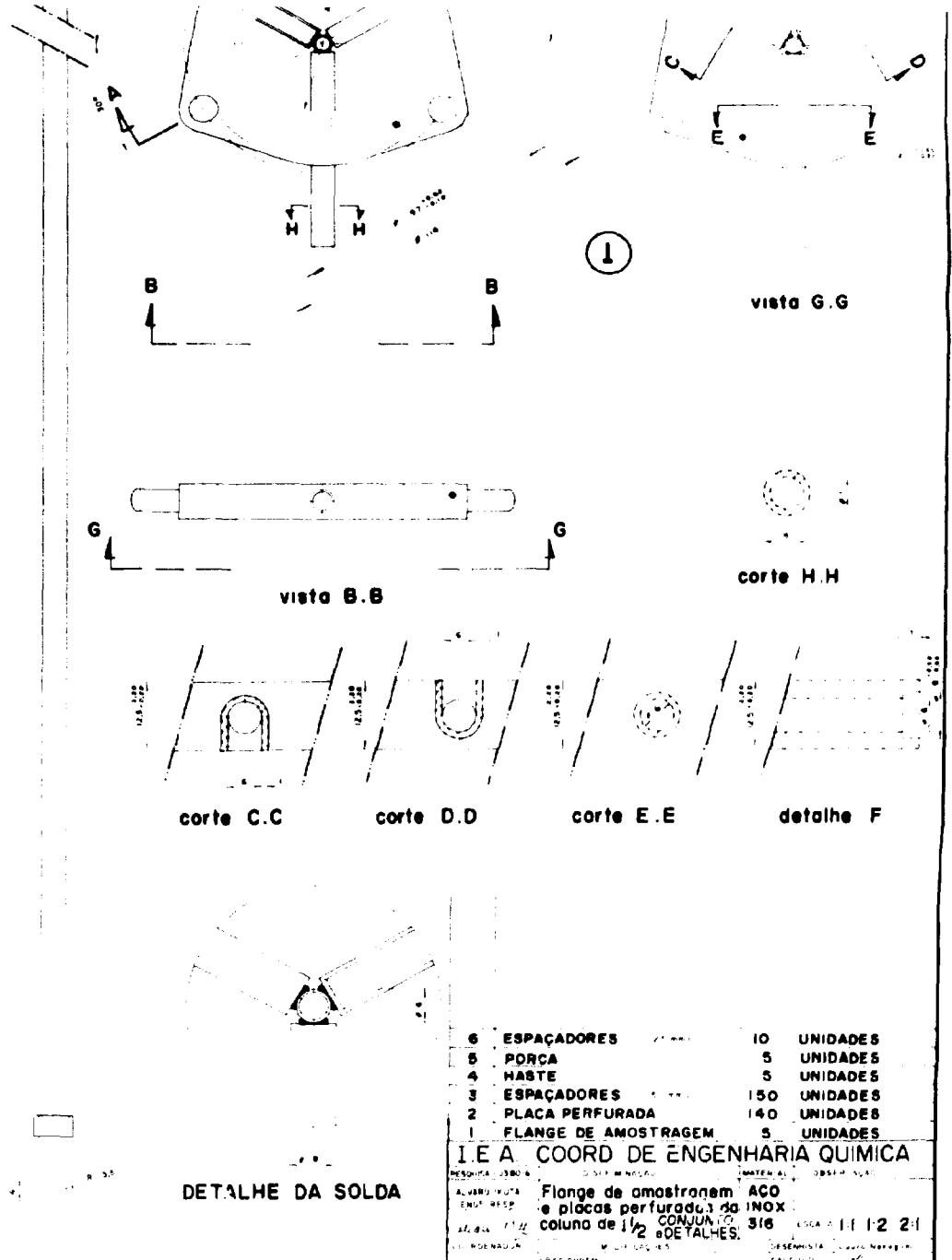
Figura 9 - Conjunto e detalhes da co

3

SECTION 2

4

5



6	ESPAÇADORES	10	UNIDADES
5	PORCA	5	UNIDADES
4	HASTE	5	UNIDADES
3	ESPAÇADORES	150	UNIDADES
2	PLACA PERFORADA	140	UNIDADES
1	FLANGE DE AMOSTRAGEM	5	UNIDADES

I E A COORD DE ENGENHARIA QUIMICA
 Flange de amostragem e placas perfuradas de coluna de 1 1/2" de detalhes.
 MATERIAL: AÇO INOX 316
 ESCALA: 1:1 1/2 2:1

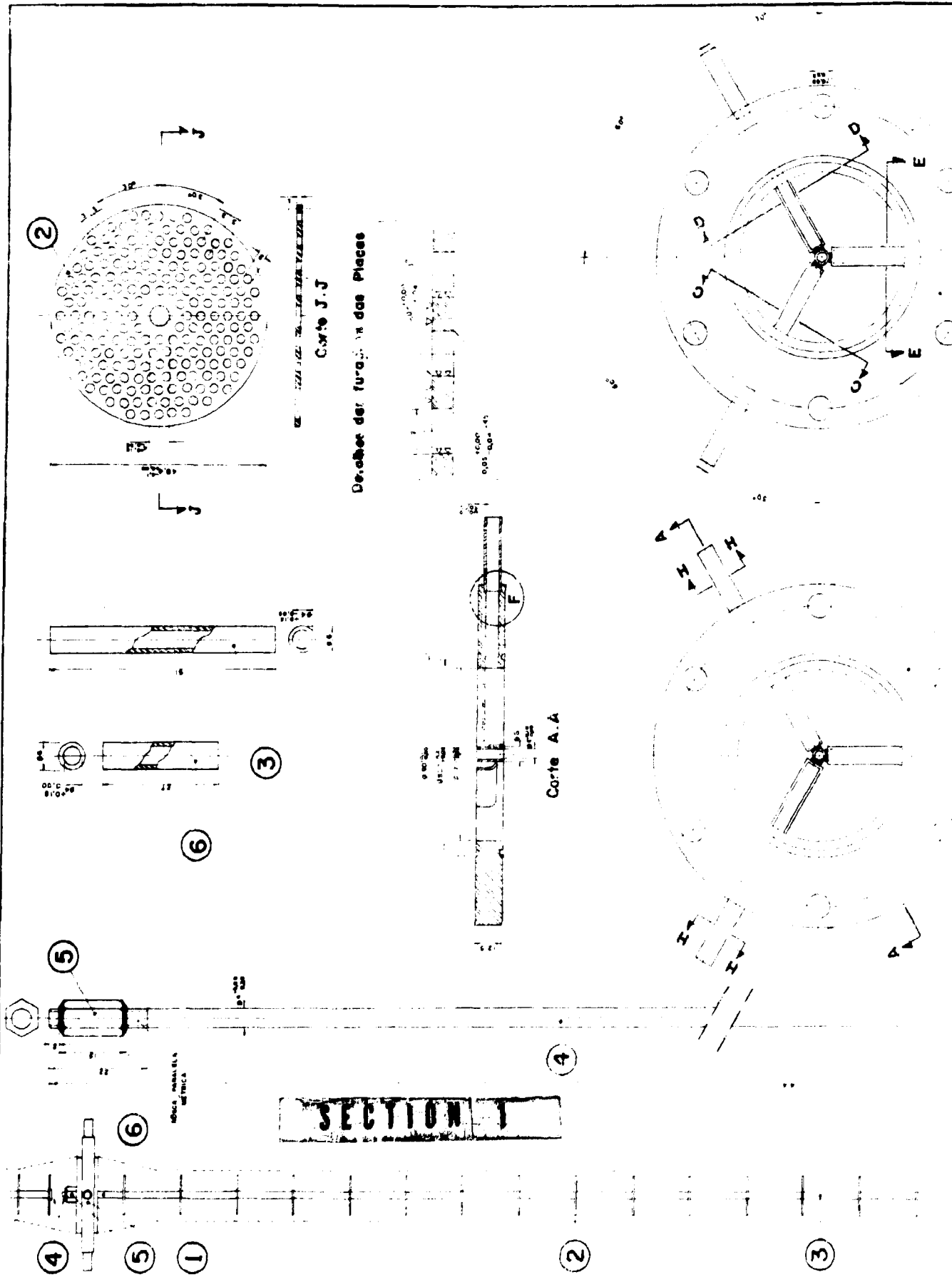
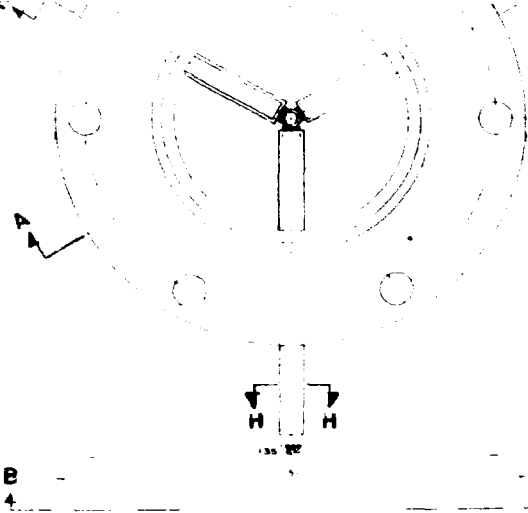


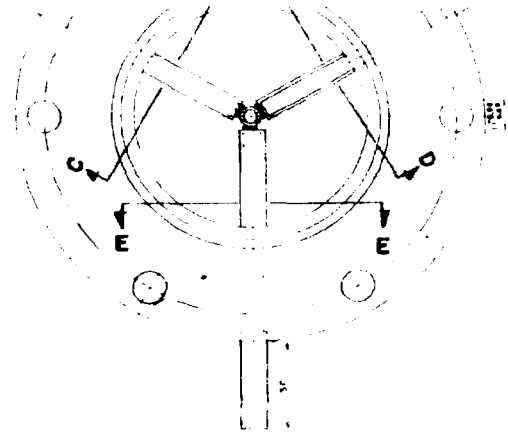
Figura 10 - Conjunto e detalhes da co

3



Vista B.B

1

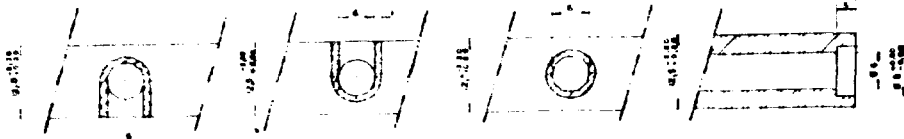


Vista G.G



Corte H.H

SECTION 2

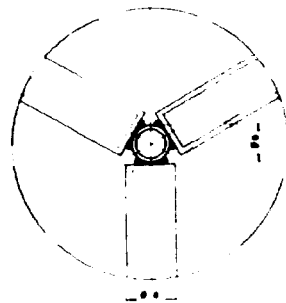


Corte C.C

Corte D.D

Corte E.E

Detalhe F



4

5

1

6	ESPAÇADORES (27mm)	10	UNIDADES
5	PORCA	5	UNIDADES
4	HASTE	5	UNIDADES
3	ESPAÇADORES (51mm)	150	UNIDADES
2	PLACA PERFORADA	140	UNIDADES
1	FLANGE DE AMOSTRAGEM	5	UNIDADES

I.E.A. COORD. DE ENGENHARIA QUIMICA

Flange de amostragem AÇO
e placa perfurada do INOX
coluna de 2" CONJUNTO DE TALHES 316

Tabela II

Características Gerais da Coluna Pulsada e das Placas Perfuradas

	EXTRAÇÃO DO URÂNIO E DO TÓRIO E LAVAGEM DO EXTRATO	REVERSÃO E LAVAGEM DO TÓRIO
DADOS DA COLUNA		
- Diâmetro interno	1 1/2"	2"
- HETS na secção de lavagem	4	3
- HETS na secção de extração	4	-
- HETS na secção de reversão	-	5
- HETS total da coluna	8	8
- Altura de cada secção	700 mm	700 mm
- Diâmetro dos decantadores superior e inferior	4" x 1 1/2"	6" x 2"
- Altura dos decantadores	600 mm	600 mm
- Altura total da coluna	7500 mm	7500 mm
- Material de construção	vidro borossilicato termoresistente	
DADOS DO CONJUNTO DE PLACAS PERFURADAS		
- Diâmetro da placa	34,7 ± 0,00 mm 0,1 mm	49,4 ± 0,00 mm 0,1 mm
- Tipo de placa	perfurada de mesma geometria	
- Material de construção	aço inox AISI 316	
- Diâmetro dos furos	2 mm	2 mm
- Área livre	23%	23%
- Espaçamento entre as placas	50 mm	50 mm

temperatura – Ambiente
 capacidade máxima – 10 l/h
 curso do pistão – 1”
 pulsação por minuto – 73
 diâmetro do pistão – 0,5”
 diâmetro da cabeça – 3 1/4”
 conexões – ϕ 1/4” NPT
 diafragma – teflon

II cabeça: fluido – Fase Orgânica de Alimentação

temperatura – ambiente
 capacidade máxima – 70 l/h
 curso do pistão – 1”
 pulsação por minuto – 73
 diâmetro do pistão – 1.125”
 diâmetro da cabeça – 3 1/4”
 conexões – ϕ 1/2” NPT
 diafragma – teflon

III cabeça: fluido – Fase Aquosa de Alimentação

temperatura – ambiente
 capacidade máxima – 45 l/h
 curso do pistão – 1”
 pulsação por minuto – 73
 diâmetro do pistão – 1”
 diâmetro da cabeça – 3 1/4”
 conexões – ϕ 1/4” NPT
 diafragma – teflon

Motor 1/3 HP, 1750 rpm, 60 Hz, 220/320 V.

As características das bombas dosadoras utilizadas para a coluna composta de reversão – lavagem são abaixo descritas

Bomba tipo NSP-O/Triplex

I cabeça: fluido – Fase Aquosa de Alimentação

temperatura – ambiente
 capacidade máxima – 53 l/h
 curso do pistão – 1”
 pulsação por minuto – 73
 diâmetro do pistão – 1”
 diâmetro da cabeça – 3 1/4”
 conexões – ϕ 1/4” NPT
 diafragma – Teflon

II cabeça: fluido – Fase Orgânica de alimentação

temperatura – ambiente
 capacidade máxima – 53 l/h
 curso do pistão – 1”
 pulsação por minuto – 73

diâmetro do pistão – 1"
 diâmetro da cabeça – 3 1/4"
 conexões – ϕ 1/4" NPT
 diafragma – teflon

III cabeça fluido – Fase Orgânica de Lavagem

temperatura – ambiente
 capacidade máxima – 12 l/h
 curso do pistão – 1"
 pulsação por minuto – 73
 diâmetro do pistão – 1/2"
 diâmetro da cabeça – 3 1/4"
 conexões – ϕ 1/4" NPT
 diafragma – Teflon

Motor 1,5 HP, 1750 rpm, 60 Hz, 220/380 V.

IV.3.2 – GERADOR DE PULSOS DAS COLUNAS PULSADAS

A aplicação de pulso produz um aumento simultâneo da turbulência e da área interfacial, aumentando assim a eficiência na transferência de massa; por esta razão instalar-se-á uma bomba de pulso para a coluna composta de extração-lavagem tipo NSP-1/Simplex com as seguintes características:

temperatura – ambiente
 capacidade máxima – 71 l/h
 curso do pistão – 1,6"
 pulsação por minuto – 68
 diâmetro do pistão – 1"
 diâmetro da cabeça – 5 1/2"
 conexões – ϕ 1/2" NPT
 diafragma – teflon

Motor – 1/2 HP, 1750 rpm, 60 Hz, 220/380 V.

A bomba de pulso usada na coluna composta de reversão-lavagem tipo NSP-2 possui as seguintes características:

temperatura – ambiente
 capacidade máxima – 952 l/h
 curso do pistão – 2,3"
 diâmetro do pistão – 2 1/2"
 pulsações por minuto – 60
 conexões – ϕ 2 1/2" NPT
 diafragma – teflon

Motor – 1 HP, 220/380 V, 60 Hz, 1750 rpm.

IV.3.3 – MEDIDORES DE VAZÕES DOS LÍQUIDOS INFLUENTES NAS COLUNAS PULSADAS

Serão utilizados rotâmetros com by-pass, para medir as vazões das diversas soluções. Como cada rotâmetro opera com líquidos de diferentes propriedades físicas e químicas, para cada caso deve-se especificar a natureza do líquido, a concentração, o peso específico, a viscosidade, a temperatura de operação, as propriedades ópticas, as vazões máxima e mínima, e as conexões.

IV.3.4 – CONTROLADORES DE INTERFACES DAS COLUNAS PULSADAS

Os controladores de interface são pneumáticos, constituídos por uma caixa retangular com escala indicadora excêntrica, cujas características são: controle tipo proporcional, botão de ajuste externo, ação do relé reversível, manômetro de saída 0 a 30 psig, montagem em suporte, elemento sensor com diafragma de PVF; com os seguintes acessórios: conjunto de suprimento de ar integralmente montado e dois rotâmetros tipo D-105 escala uniforme.

ABSTRACT

In this report general characteristics and the factors that affect the performance of pulse columns used in the purification of metals as thorium, uranium and plutonium are described. The pulse generator and the control instrumentation of these pulse columns are also described.

Since pulse columns are liquid-liquid contactors almost used only in nuclear materials industry, a pulse column operation handbook was made with two objectives: one is to orient technicians who will operate the first experimental extraction-scrub column which is set up in the Thorium Pilot Plant of CEQ-IEA, and it will soon enter in operation and the other is to orient later studies and modifications.

This report is based mainly in the works made by Richardson and Platt and adaptations realized in the project and installation of the first compound extraction-scrub pulse column in the CEQ.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. BEHMOIRAS, J et alii. Performance of pulsed Sieve-plate extraction columns during the separation of Uranium from thorium. *Ind Engng Chem., Process Des. Dev.*, Easton, Pa., 1:64-8, 1962.
2. BENEDICT, G E. & McKENZIE, T. R. *Recovery of neptunium in solvent extraction processes.* Richland, Wash., General Electric Co., Hanford Atomic Products Operation, Aug. 1960 (HW-SA-1963)
3. BRIL, K J & COSTA, E. C. *Technology of pulsed Sieve-plate extraction columns.* São Paulo, Instituto de Energia Atômica nov. 1964. (IEA-77).
4. FRANÇA, JR, J. M. *Usina piloto de purificação de urânio pelo processo de colunas pulsadas em operação no Instituto de Energia Atômica.* São Paulo, Instituto de Energia Atômica, out. 1972. (IEA-277).
5. _____ & MESSANO, J. *Dimensionamento de colunas pulsadas industriais na purificação de urânio para fins industriais, pelo método do H. T. U. indireto.* São Paulo, Instituto de Energia Atômica, maio 1974. (IEA-343).

6. GEIER, R. G. *Application of the pulse column to the purex process*. Richland, Wash., Hanford Atomic Products Operation, Apr. 1957. (HW-49542-A).
7. _____. Improved extraction column cartridges. In: UNITED NATIONS, Geneva. *Proceedings of the Second United Nations international conference on the peaceful uses of atomic energy, held in Geneva, 1 September-13 September 1958, v. 17: Processing irradiated fuels and radioactive materials*. Geneva, 1958. p. 192-9.
8. GROOT, C. & COOPER, V. R. *Pulse transmission to a pulse column*. Richland, Wash., Hanford Atomic Products Operation [1956?] (HW-45918)
9. HAHN, K. J. & JONES, H. M. *A remotable float-type liquid interface controller*. Richland, Wash., Hanford Atomic Products Operation, Feb. 1958. (HW-55166).
10. IRISH, E. R. *Description of purex plant process*. Richland, Wash., Hanford Atomic Products Operation, decl. May 1959. (HW-60116).
11. _____ & REAS, W. H. The purex process: a solvent extraction reprocessing method for irradiated uranium. In: SYMPOSIUM on the reprocessing of irradiated fuels, held at Brussels Belgium, May 20-25, 1957. Oak Ridge, Technical Information Service Extension, s.d. (TID-7534). v. 1, p. 83-106.
12. JUDSON, B. F. Plutonium recovery by a reflux solvent-extraction system. *Prog. nucl. Energy, ser. 3, Process Chem.*, London, 2:302-6, 1958.
13. MAR, B. W. & BABB, A. L. Longitudinal mixing in a pulsed Sieve-plate extraction column. *Ind. Engng Chem.*, Washington, D. C., 51:1011-4, 1959
14. PATENT ESTADOS UNIDOS. U. S. patent 2011186. VANDIECK, W. J. D. 13 August 1935 apud RICHARDSON, G. L. & PLATT, A. M. The design and operation of industrial scale pulse columns for purex service. *Prog. nucl. Energy, ser. 4, Techn., Engng, Safety*, London, 4:279, 1961.
15. RICHARDSON, G. L. & PLATT, A. M. The design and operation of industrial scale pulse columns for purex service. *Prog. nucl. Energy, ser. 4, Techn., Engng, Safety*, London, 4:279-307, 1961.
16. SEGE, G. & WOODFIELD, F. W. Pulse column variables *Chem. Engng Prog.*, New York, 50(8):396-402, 1954.
17. SIMSEN, C. A. *Fluid interface monitoring by capacitance probe method*. Richland, Wash., Hanford Atomic Products Operation, Sep. 1955. (HW-39170).
18. STEVENSON, R. L. & BRADLEY, J. G. *TBP plant solvent-extraction studies leading to the development of pulse column specifications for the TBP waste metal recovery plant*. Richland, Wash., General Electric Co., Nucleonics Div., Nov. 1951. (HW-19170).
19. SWIFT, W. H. *Limiting flow capacity in solvent extraction pulse columns. 1. The effect of pulse and cartridge geometry variables*. Richland, Wash., Hanford Atomic Products Operation, Nov. 1954, decl. Apr. 1955. (HW-33953).
20. _____ & BURGER, L. L. *Backmixing in pulse columns. II, experimental values and effect of several variables*. Richland, Wash., Hanford Atomic Products Operation, Aug. 1953, decl. Feb. 1956. (HW-29010).
21. WITTE, R. The Eurochemic pulse columns for counter-current liquid-liquid extraction. *Atompraxis, Karlsruhe*, 12:42-6, 1966.

