UFPE

Nº 52
TESE DE MESTRADO
PRONUCLEAR

DETERMINAÇÃO DAS RELAÇÕES DE "SCALE-UP" EM MISTURADOR-DECANTADOR TIPO CAIXA UTILIZADO NA EXTRAÇÃO DE URÂNIO

AUTOR: ANTONIO OTÁVIO DE SANTANA

RECIFE - PE
MAIO - 1990

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
DEPARTAMENTO DE ENERGIA NUCLEAR
Av. Prof. Luiz Freire, S/N — Cidade Universitária
CEP 50000 — RECIFE — PE — BRASIL

ANTONIO OTAVIO DE SANTANA

DETERMINAÇÃO DAS RELAÇÕES DE "SCALE-UP" EM MISTURADOR-DECANTADOR TIPO CAIXA UTILIZADO NA EXTRAÇÃO DE URANIO

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado em Ciéncias e Tecnologia Nuclear da Universidade Federal de Pernambuco, em cumprimento às exigéncias para a obtenção do Grau de Mestre.

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: RADIOQUIMICA

ORIENTADOR: Dr. CARLOS COSTA DANTAS

RECIFE-PE

MARÇO-1990

Dissertação apresentada ao Departamento de Energia Nuclear da Universidade Federal de Pernambuco, fazendo parte da Comissão Examinadora os seguintes professores:

Carlos Pires Ferreira - PhD.
Comissão Nacional de Energia Nuclear - RJ.

Elias Silva Filho - Doutor
Departamento de Energia Nuclear
Universidade Federal de Pernambuco

Carlos Alberto Brayner de O. Lira - Doutor
Departamento de Energia Nuclear
Universidade Federal de Pernambuco

Visto e permitida a impressão

Recife, 21 de maio de 1990

Coordenador do Curso de Mestrado em Ciência e Tecnologia Nuclear do Departamento de Energia Nuclear da Universidade Federal de Pernambuco

Aos meus pais,

Aos meus filhos Otávio e Renata,

Ao meu filho que está para nascer,

À minha esposa Nadja.

AGRADECIMENTOS

Ao Dr. Carlos Costa Dantas, pela orientação e experiência transmitidas.

Aos professores Attílio Dall'Olio, Elias Silva Filho e Ignacio Hernan Salcedo, pelas sugestões e críticas construtivas feitas durante a elaboração deste trabalho.

À Comissão Nacional de Energia Nuclear, pela bolsa de estudo recebida.

Ao Departamento de Energia Nuclear-UFPE, por possibilitar a realização deste trabalho.

Aos amigos que me ajudaram nos momentos mais difíceis durante o período de realização deste trabalho.

A todos aqueles que direta ou indiretamente colaboraram para a realização deste trabalho.

RESUMO

O objetivo do presente trabalho foi a determinação das relações de "scale-up" em misturadores-decantadores tipo caixa utilizados em um processo de extração de urânio de lixívias cloridricas.

No "scale-up" da câmera de mistura, foram utilizadas tres unidades tipo caixa de diferentes tamanhos e de mesma geometria. Nos testes, determinou-se a correlação da taxa de extração em relação à potência por unidade de volume, relação D/T (diâmetro do agitador/largura da câmera de mistura) e tempo de residência. Os resultados dos testes revelaram que a taxa de extração, fixada a relação D/T em 1/3, aumenta com a potência por unidade de volume, entretanto, para um dado valor desta última, a taxa de extração é independente da escala da câmera de mistura. Isto foi verificado para uma faixa de potência especifica compreendida entre 100 e 750 W/m^3.

O "scale-up" do decantador, de acôrdo com o método adotado neste trabalho, é realizado com base na correlação existente entre a espessura da banda de dispersão e o fluxo por área(horizontal) no decantador. Na realização dos testes, foi utilizado o decantador tipo caixa da usina piloto do Departamento de Energia Nuclear-UFPE. Entretanto, em todos os testes, não foi verificada a formação de banda de dispersão ao longo do decantador. Desta forma, optou-se pelo estudo do comportamento do decantador em relação às condições de mistura da usina piloto e àquelas fixadas para a câmera de mistura. Os resultados dos testes revelaram altas eficiências por estágio (98-99%) para todas as condições testadas.

ABSTRACT

The aim of this work was to obtain scale-up relations for a box type mixer-settler used in uranium extraction process for chloridric leaches.

Three different sizes box type units with the same geometry were used for scale-up of the mixer. The correlation between extraction rate and specific power input, D/T ratio (stirrer diameter/mixer lenght) and residence time were experimentaly obtained. The results showed that the extraction increases with power input for a constant value of D/T equal to 1/3, remaining however, independent from mixer sizes for a specific value of power input. This behavior was observed for power input values ranging from 100 to 750 W/m^3.

According to the method adopted in this work, settler scale-up experiments should be carried out with the basis of existing correlation between dispersion band thickness and flow rate/horizontal area of the settler. A box type settler operating in pilot plant of Departamento de Energia Nuclear-UFPE was used in the experimental sets. A build up of dispersion band through the settler lenght was however, not observed in any test. For this reason a experimental study of the settler behavior in pilot plant mixing conditions and in that adopted for the mixer, was choose as an alternative method. The results showed high stage efficiencies (96-99%) for all conditions tested.

I N D I C E

CAPITULO I - INTRODUÇAO..... 1

CAPITULO II - REVISAO BIBLIOGRÁFICA..... 6

2.1 - Processos de Extração de Urânio..... 6

2.1.1 - Principio..... 6

2.1.2 - Extratores Orgânicos..... 7

2.1.3 - Principais Processos..... 8

2.1.3.1 - Processo DAPEX..... 8

2.1.3.2 - Processo DEHPA - TOPO..... 9

2.1.3.3 - Processo OPPA..... 9

2.1.3.4 - Processo AMEX..... 11

2.1.4 - Principais Reações..... 11

2.1.5 - Equipamentos Contactores para a Extração por Solvente..... 13

2.1.5.1 - Misturadores - Decantadores..... 13

2.1.5.2 - Colunas Contactoras..... 14

2.1.5.3 - Centrifugas..... 16

2.1.6 - "Scale-up" em Misturadores-Decantadores..... 17

2.2 - Processo Desenvolvido no DEN/UFPE..... 19

2.2.1 - Descrição das Etapas do Processo..... 19

2.2.2 - Desenvolvimento do Processo..... 21

2.2.3 - "Scale-up" dos Misturadores-Decantadores..... 22

CAPITULO III - METODOLOGIA..... 23

3.1 - Principio..... 23

3.2 - Cinética da Extração de Urânio..... 24

3.3 - Materiais e Equipamentos..... 26

3.3.1 - Câmera de Mistura..... 26

3.3.2 - Agitador..... 29

3.3.3 - Motor de Agitação..... 30

3.3.4 - Transmissão de Velocidade..... 30

3.3.5 - Bomba Dosadora..... 31

3.4 - Procedimento Experimental..... 33

3.4.1 - Determinação da Potência de Agitação e Nº de Potência..... 33

3.4.2 - Extração de Urânio em Regime de Batelada..... 38

3.4.2.1 - Determinação da Variação da Taxa de Extração com a Realação D/T..... 39

3.4.2.2 - Determinação da Variação da Taxa de Extração com a Potência de Agitação 42

3.4.3 - Extração de Urânio em Regime Contínuo..... 43

3.4.4 - Testes com o Decantador em Operação na Usina Piloto de Extração de Urânio - DEN/UFPE..... 48

CAPITULO IV - RESULTADOS E DISCUSSÃO..... 55

4.1 - Resultados da Determinação Experimental da Potência de Agitação e Número de Potência..... 55

4.2 - Resultados da Extração de Urânio em Regime de Batelada..... 57

4.2.1 - Efeito da Relação D/T sobre a Taxa de Extração 60

4.2.2 - Efeito da Potência de Agitação sobre a Taxa de Extração..... 61

4.3 - Resultados da Extração de Urânio em Regime Contínuo 63

4.3.1 - Influência do Tempo de Residência na Taxa de Extração..... 65

4.3.2 - Influência da Potência de Agitação na Taxa de Extração..... 66

4.4 - Comparação dos Resultados da Extração de Urânio nos Regimes de Batelada e Contínuo..... 67

4.5 - Análise do Desempenho do Decantador em Operação na Usina Piloto..... 69

CAPITULO V - CONCLUSÕES..... 72

BIBLIOGRAFIA..... 73

APENDICE A - DEDUÇÃO DA EQUAÇÃO DA TAXA DE EXTRAÇÃO... 77

APENDICE B - MOVIMENTO DE ROTAÇÃO DE UM CORPO SÓLIDO 80

APENDICE C - METODO DE DETERMINAÇÃO DE URANIO..... 84

C.1 - Descrição do Método..... 84

C.2 - Reagentes..... 85

C.3 - Vidraria de Laboratório..... 86

C.4 - Equipamentos..... 86

APENDICE D - TABELAS..... 87

CAPITULO I

INTRODUÇÃO

As reservas de fosfato no Brasil estão estimadas em $1,2 \times 10^{9}$ t de P_2O_5. A maior ocorrência de urânio associado a fosfato acontece na jazida de Itataia no Ceará, cujo potencial corresponde a 142.500 t de U_3O_8. Outra importante reserva fosfática se estende do litoral norte de Pernambuco até o Rio Grande do Norte, possuindo, depois de Itataia, o mais alto teor de urânio em rochas fosfáticas do Brasil. Uma avaliação desta reserva feita por S. Saad [1] revela um total de $3,4 \times 10^{8}$ t de fosfatos, contendo 44.000 t de urânio.

A obtenção de urânio de rochas fosfatadas só é economicamente viável quando este elemento é recuperado como sub-produto de fertilizantes fosfatados. Em vários paises, a obtenção de urânio na indústria de fertilizantes fosfatados é feita através do processo de extração por solvente a partir de lixívias sulfúricas. Nos Estados Unidos, a recuperação de urânio de fosfatos é bastante significativa e atingiu o seu maior índice na década de 70. Isto aconteceu devido ao rápido aumento do preço de urânio e ao desenvolvimento de um processo mais eficiente de extração, o processo DEHPA-TOPO (ácido

di(2-etilhexil)fosfórico - óxido de tri-n-octilfosfina), fatores estes, que tornaram economicamente atraente a recuperação de urânio de minerais fosfatados. Atualmente, a quantidade de urânio recuperado nos Estados Unidos pelo processo DEHPA-TOPO é de $1,62 \times 10^6$ kg de U_3O_8 por ano, o que representa aproximadamente a metade da produção total de urânio recuperado de minerais fosfatados, que é de $3,39 \times 10^6$ kg de U_3O_8 por ano. Essa produção é menor do que o valor estimado no fim da década de 70. Isto porque, com a queda dos preços, algumas unidades de recuperação foram fechadas e as projetadas não entraram em operação.

Atualmente, vários paises estão empenhados na adaptação e desenvolvimento de suas próprias versões do processo DEHPA-TOPO, alguns deles já detendo uma experiência piloto (é o caso da Espanha e Japão). Entretanto, na maioria dos casos, uma instalação industrial foi adiada devido à queda do preço de urânio desde 1979. Nos anos de 1974 a 1978, o preço de urânio no mercado subiu de 15 para 100 dólares por kg e em 1979 caiu para 70 dólares por kg. Atualmente, o preço de urânio no mercado está baixo. Embora somente 30% da atual produção apresente custo de produção abaixo de US$ 55/kg U_3O_8, o que equivale ao atual preço em contratos a longo prazo, o preço no mercado "spot" é da ordem de US$ 33/kg U_3O_8. Entretanto, existe um déficit entre a produção e a demanda de urânio no mundo. Este déficit para o ano 2.005 é de 22.000 t de urânio. No entanto, esta quantidade será coberta até 1997 pelos estoques já acumulados pelos usuários, o que em parte explica o atual nível de preços. A escassez de urânio inevitavelmente conduzirá à exploração de novas minas que deverão ser de baixo custo de

produção, pois prevê-se que até o ano 2.000, pelo menos 80% da produção estará dentro do limite de US$ 55/kg U_3O_8. Quanto ao mercado "spot", a previsão é de que no ano 2.000 o preço de urânio seja de US$ 77/kg U_3O_8.

A rota clorídrica para a produção de fertilizantes fosfatados, com a excessão de Israel, não foi ainda suficientemente desenvolvida em escala industrial devido provavelmente ao sucesso da lixiviação sulfúrica nos Estados Unidos, além do preço internacional do HCl e da alta corrosão provocada por este ácido.

Em Pernambuco, existe uma significativa capacidade instalada para a produção de ácido clorídrico, além de experiência no processamento de minérios fosfatados por via clorídrica para a produção de fertilizantes. Estas condições proporcionam uma situação favorável para a obtenção comercial de urânio da lixívia clorídrica, desde que a perspectiva para um grande desenvolvimento da indústria de fertilizante seja alcançado.

No Departamento de Energia Nuclear da Universidade Federal de Pernambuco (DEN-UFPE), foi desenvolvido, em escala piloto, um processo de extração de urânio a partir de lixívias cloridricas. Neste processo, o contactor líquido-líquido usado é um misturador-decantador tipo caixa, possuindo câmeras de mistura e de decantação conjugadas e unidades separadas.

As referências bibliográficas em artigos científicos contém, normalmente, fundamentos e aspectos bem gerais sobre processos, equipamentos e métodos de "scale-up". Os aspectos específicos estão geralmente em patentes depositadas em outros países. Os dois típos de informações possibilitaram o

desenvolvimento do modelo de misturador-decantador para o processo do DEN-UFPE, cuja metodologia de "scale-up" foi semi-empírica. O referido modelo produziu resultados consistentes com os dados de laboratório, justificando, então, o seu "scale-up" para uma unidade industrial com base unicamente na semelhança geométrica. Entretanto, devido as características diferentes do processo em regime de batelada (no laboratório) e em regime contínuo (na usina piloto), não se pôde precisar o grau de otimização do equipamento contactor. Só a utilização de uma metodologia de "scale-up" que permita o conhecimento das variáveis químicas e hidrodinâmicas, intrínsecas ao processo e ao próprio equipamento, possibilitará a determinação das relações de "scale-up" para a elaboração de um modelo piloto otimizado, com o qual será possível se projetar a escala industrial.

O objetivo do presente trabalho é a determinação das relações de "scale-up" no modelo de misturador-decantador utilizado na usina piloto mencionada acima. Para isto, será empregado um método de "scale-up" desenvolvido no Oak Ridge National Laboratory (ORNL) por A. D. Ryon e colaboradores [2]. Este método foi empregado com sucesso em misturadores-decantadores utilizados em um processo de extração por solvente similar ao desenvolvido no DEN-UFPE, diferindo deste último, no tipo de lixívia e concentração de urânio na mesma. A lixívia do processo de extração do ORNL é sulfúrica e o teor de urânio nessa lixívia é cêrca de 100 a 300 vezes maior que aquele na lixívia utilizada no processo do DEN-UFPE. Essas diferenças fazem com que os parâmetros de extração, tais como, concentração do extrator, relação de fases, tempo de

residência, intensidade de mistura, etc, referentes aos dois processos acima, sejam diferentes entre si. Além do mais, a geometria dos misturadores-decantadores utilizados pelo ORNL (cilíndricos) é diferente daquela dos misturadores-decantadores empregados na usina piloto do DEN-UFPE (tipo caixa).

Pelas diferenças expostas acima, certamente haverá a necessidade de se adaptar o método de "scale-up" às condições do processo desenvolvido no DEN-UFPE e, a partir daí, obtêr-se finalmente as relações de "scale-up" para o tipo de misturador-decantador objeto deste trabalho.

CAPITULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 - Processos de Extração de Urânio

2.1.1 - Princípio

O processo de extração por solvente consiste em transferir um determinado soluto de uma fase para outra. Geralmente o soluto está em solução aquosa e a extração é feita por um composto orgânico. Para que a extração ocorra, é necessário que haja, pelo menos, duas fases em contato: a fase aquosa que contém o soluto e a fase orgânica com o extrator, sendo estas fases insolúveis uma na outra.

A obtenção de urânio através da extração por solvente compreende basicamente duas etapas: extração e reextração. Na etapa de extração, o urânio é transferido da fase aquosa para a fase orgânica sob a forma de um complexo químico que dependerá do tipo de extrator usado e da forma sob a qual o urânio se apresente na fase aquosa. Na outra etapa, a fase orgânica é contactada com outra solução aquosa de modo que o mencionado

elemento, desta vez, é revertido para a fase aquosa sob a forma de íon complexo, geralmente o tricarbonato de uranila $[UO_2(CO_3)_3]^{-4}$. Estas operações, desde que sejam realizadas sob certas condições, purificam e concentram o urânio. O solvente, após ter sido utilizado, é regenerado através de algum ácido mineral e volta ao processo para outro ciclo de extração [3].

2.1.2 - Extratores Orgânicos

Na escolha do tipo da substância extratora para o urânio, algumas propriedades importantes devem ser consideradas. Portanto, o solvente deve:

- Ser seletivo e possuir boa capacidade de extração.
- Ser facilmente reextraído.
- Possuir densidade menor que a água e baixa viscosidade.
- Ser imiscível com a água.
- Apresentar baixa flamabilidade e toxidez.
- Ser facilmente obtido e purificado.
- Apresentar estabilidade na presença de reagentes químicos.
- Ter baixo custo.

Naturalmente, nenhum extrator possui todas estas qualidades, porém, alguns apresentam boa parte das propriedades citadas acima [4]. A escolha do extrator também está relacionada diretamente com a natureza das espécies químicas do urânio presentes nas lixívias. De um modo geral, são empregados como extratores de complexos neutros de urânio, os éteres, os óxidos trialquilfosfina e os fosfatos de trialquila. As alquilaminas

são utilizadas para a extração dos complexos aniônicos e os ácidos alquilfosfóricos, para a extração dos compostos catiônicos [5]. Os solventes mais usados na extração do urânio contido nas lixívias obtidas da dissolução de rochas fosfatadas são [4]:

i) Ácidos alquil pirofosfóricos: são obtidos no próprio local da usina de extração. Isto é feito, combinando-se o pentóxido de fósforo com algum alquilalcool (geralmente o octil, decil ou capril) para formar um ester. Estes compostos extraem U^{+4} e U^{+6}, com preferência para U^{+4}.

ii) OPAP: é uma mistura comercial dos ácidos mono e dioctilfenil fosfóricos e extrai preferencialmente o U^{+4}.

iii) DEHPA (ácido di(2-etilhexil)fosfórico): é usado em combinação sinérgica com TOPO e extrai, de preferência, o U^{+6}.

iv) TOPO (óxido de tri-n-octilfosfina).

2.1.3 - Principais Processos

2.1.3.1 - Processo DAPEX

O processo DAPEX emprega como extrator o ácido di(2-etilhexil) fosfórico (DEHPA) e o fosfato de tributila (TBP), ambos diluidos em querosene. A adição do TBP ao sistema extrator tem duas finalidades: 1) provocar o efeito sinérgico, o qual, aumenta a capacidade de extração do solvente e 2) aumentar a solubilidade do sal de DEHPA (Na-DEHP ou NH_4-DEHP)

formado durante a reextração e, portanto, evitando a formação da terceira fase nessa etapa do processo. A reextração é realizada mediante a contatação do solvente carregado em urânio e uma solução de carbonato de amônio ou sódio. Na solução aquosa obtida, ajusta-se o pH com algum ácido mineral, geralmente o ácido sulfúrico, e o urânio é precipitado com hidróxido de amônio sob a forma de diuranato de amônio (DUA). Quando a reextração é feita com adição de carbonato de sódio, a precipitação de urânio é feita com hidróxido de sódio, obtendo-se o diuranato de sódio (DUS). O fluxograma geral com as condições típicas do processo DAPEX se encontra na figura 2.1.

2.1.3.2 - Processo DEHPA-TOPO

Este processo, utiliza como extrator, uma mistura sinérgica de DEHPA e TOPO em querosene. Este sistema extrator apresenta uma maior seletividade e poder de extração em relação aquele empregado no processo DAPEX. É também bastante estável e resistente a deterioração. O que limita o uso da mistura DEHPA-TOPO é o seu custo relativamente alto. O processo DEHPA-TOPO possui dois ciclos de extração. Com isto, é obtido um produto final com alto grau de pureza. Entretanto, esse processo se apresenta complexo e custoso devido as perdas de solvente (por arraste) nos dois ciclos de extração [6].

2.1.3.3 - Processo OPPA

O agente extrator utilizado neste processo é o ácido octilpirofosfórico (OPPA) diluido em querosene. O mesmo é caracterizado pela alta eficiéncia de extração de urânio na sua

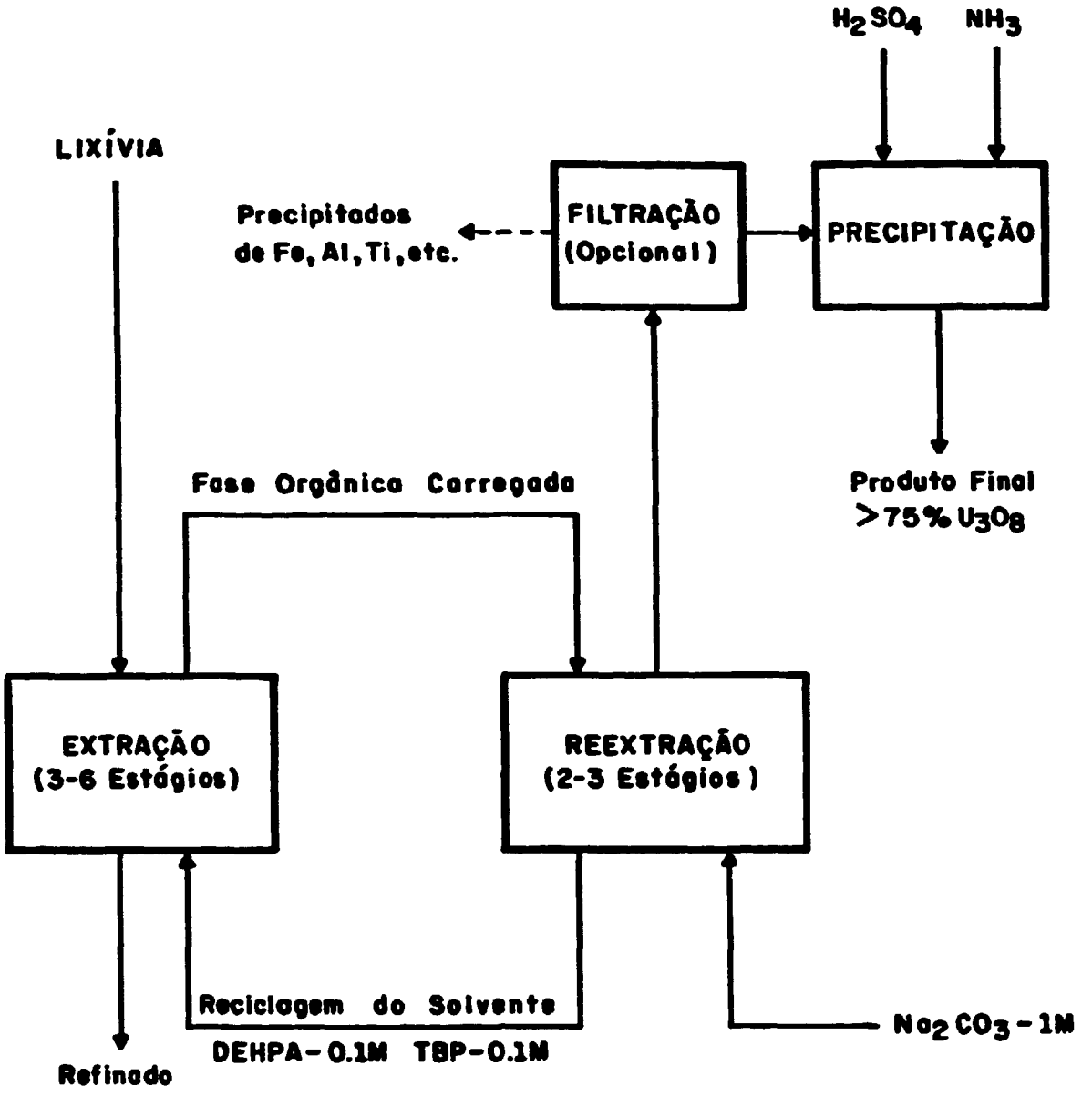


Figura 2.1- Fluxograma do Processo DAPEX

forma tetravalente (U-IV), possui menor custo em relação aos outros extratores e pode ser sintetizado no próprio local da planta industrial. Entretanto, é altamente instável durante um prolongado contato com o ácido fluorídrico (HF) usado na reextração. Inicialmente, a solução aquosa que contém urânio sofre uma redução com ferro tal que a relaçao Fe^{+2}/Fe^{+3} seja igual a 1-1,5. Após resfriamento a $90^{o}F$, são realizadas as etapas de extração e reextração. Por último, o urânio é precipitado com uma solução de 10-15% de ácido fluorídrico, obtendo-se o produto conhecido como "green cake" [6].

2.1.3.4 - Processo AMEX

A extração de urânio pelas aminas é quimicamente diferente da extração com os fosfatos de alquila, contudo, a operação do processo é quase idêntica. A reextração pode ser efetuada tanto com soluções diluidas de cloretos ou nitratos quanto com soluções de carbonato de sódio ou amônio. O produto final (yellow cake) é obtido pela precipitação com uma base, geralmente hidróxido de sódio ou amônio [5].

2.1.4 - Principais Reações [7]

Como o processo desenvolvido no DEN/UFPE é do tipo DAPEX, neste item só serão descritas as principais reações que ocorrem nas diversas etapas desse tipo de processo.

i) Extração

Na fase orgânica, o DEHPA se apresenta na forma dimérica

$(RH)_2$, onde R é o radical:

$$(2\text{-etilhexil-O})_2\text{P(=O)-O-}$$

Cada íon uranila (UO_2^{++}) reage com dois dímeros para formar um complexo de acôrdo com a seguinte reação:

$$UO_2^{++} + 2(RH)_{2(org)} \rightleftarrows UO_2R_4H_{2(org)} + 2H^+$$

ii) Reextração

O urânio complexado na fase orgânica é revertido para fase aquosa na forma de tricarbonato de sódio e uranila ou tricarbonato de amônio e uranila, dependendo do uso de carbonato de sódio ou amônio na reextração. No caso de ser utilizado o carbonato de sódio, ocorre a seguinte reação:

$$UO_2R_4H_{2(org)} + 3Na_2CO_3 \rightleftarrows 2NaR_2H_{(org)} + Na_4UO_2(CO_3)_3$$

O excesso de carbonato de sódio reage com o DEHPA que não participou da extração, formando o sal de DEHPA (NaR_2H) segundo a reação:

$$2(RH)_{2(org)} + Na_2CO_3 \rightleftarrows 2NaR_2H_{(org)} + CO_2 + H_2O$$

iii) Precipitação

Após a reextração, a precipitação de urânio pode ser realizada tanto com hidróxido de sódio quanto com hidróxido de amônio. No caso de ser utilizado o hidróxido de sódio, a reação é expressa como se segue:

$$2Na_4UO_2(CO_3)_{3(aq)} + 6NaOH_{(aq)} \rightleftarrows Na_2U_2O_7\downarrow + 6Na_2CO_{3(aq)} + 3H_2O$$

onde $Na_2U_2O_7$ é o diuranato de sódio (DUA), conhecido vulgarmente por "yellow-cake'.

2.1.5 - Equipamentos Contactores para a Extração por Solvente

Embora vários tipos de equipamentos tenham sido propostos para a extração contínua e em contra-corrente, os mesmos podem se classificados em misturadores-decantadores, colunas contactoras e centrífugas extratoras. Na figura abaixo (figura 2.2) se encontra uma classificação mais detalhada dos equipamentos extratores [5],[8].

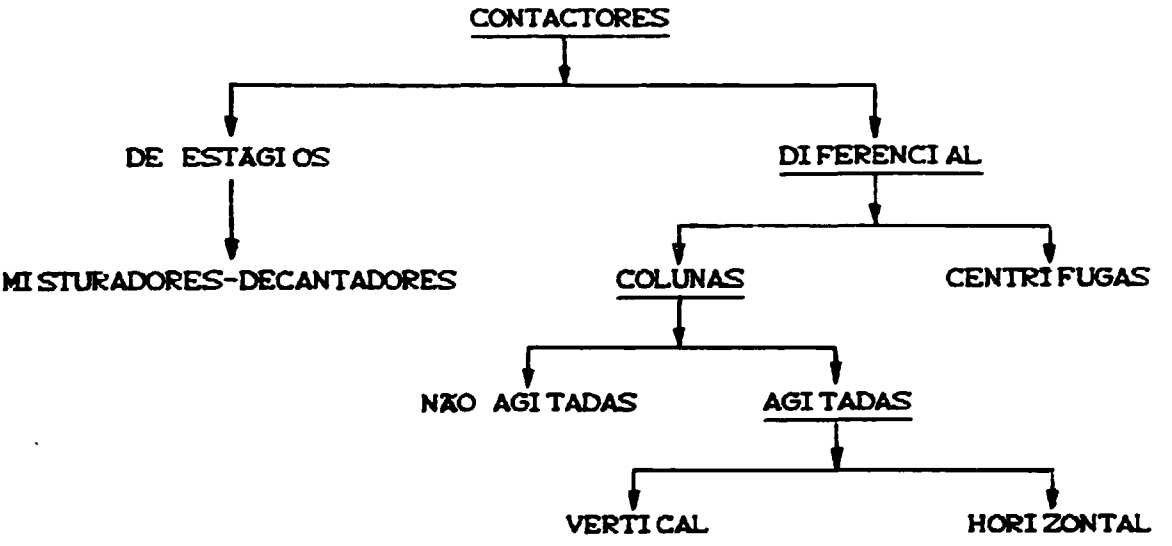


Figura 2.2 - Classificação Geral dos Equipamentos Contactores

2.1.5.1 - Misturadores-decantadores

Os misturadores-decantadores consistem de uma câmera de mistura, onde dois líquidos imiscíveis são misturados por ação mecânica, e de outra câmera de decantação, na qual, as fases

aquosa e orgânica são separadas após certo tempo (figura 2.3). Estes contactores são interligados e operam geralmente em regime de fluxo em contra-corrente. Quanto à disposição, são classificados em verticais e horizontais. Em relação à forma, podem ser cilíndricos e tipo caixa. O modelo mais conhecido e empregado comercialmente na extração por solvente é o tipo caixa compacta, disposto na horizontal e cuja transferência de líquido interestágios é realizada por um sistema especial de mistura denominado "pump-mix" (figura 2.4). Os misturadores-decantadores são relativamente fáceis de se operar, flexíveis na obtenção de arranjos, livres de "backmixing" e normalmente apresentam eficiências por estágio maiores que 90%. As principais desvantagens em relação aos outros contactores são a grande área ocupacional, a quantidade de tubulações envolvidas na sua instalação e o alto inventário de solvente [8],[9],[10].

2.1.5.2 - Colunas Contactoras

As colunas são contactores do tipo diferencial empregados em processos que exigem grande número de estágios (30-40) e cujas reações químicas são rápidas. Este tipo de contactor se baseia na diferença de densidades das fases para obter o fluxo em contra-corrente. A fase mais pesada é alimentada pelo topo da coluna e a fase mais leve, pela base [5]. As colunas não-agitadas são de baixos custos inicial e de operação, e a sua construção é bastante simples. As suas desvantagens são: limitada capacidade para líquidos com pequena diferença de densidades, inoperabilidade para grandes relações de fluxos (fase aquosa:fase orgânica), altura excessiva e

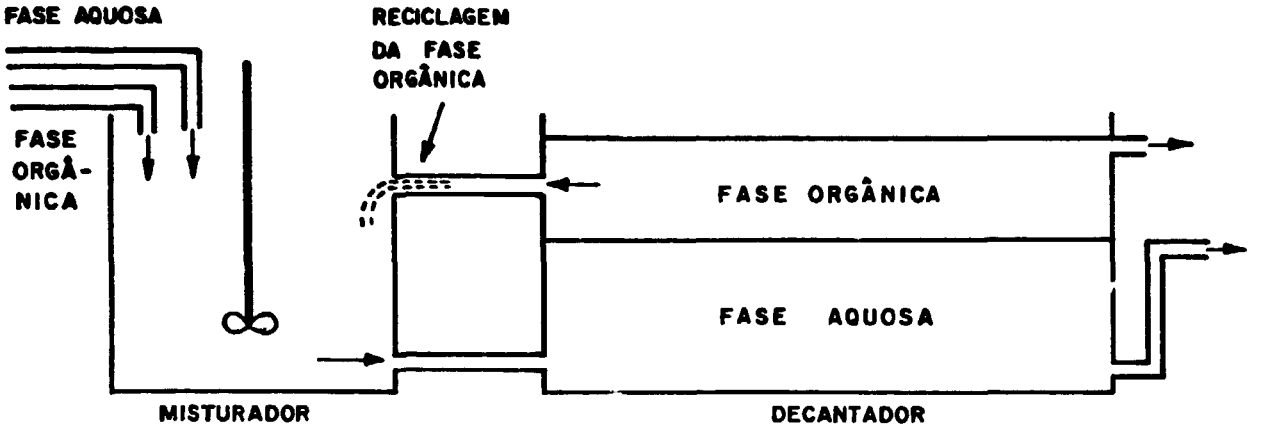


Figura 2.3 - Misturador-Decantador com Câmeras de Mistura e de Decantação Separadas

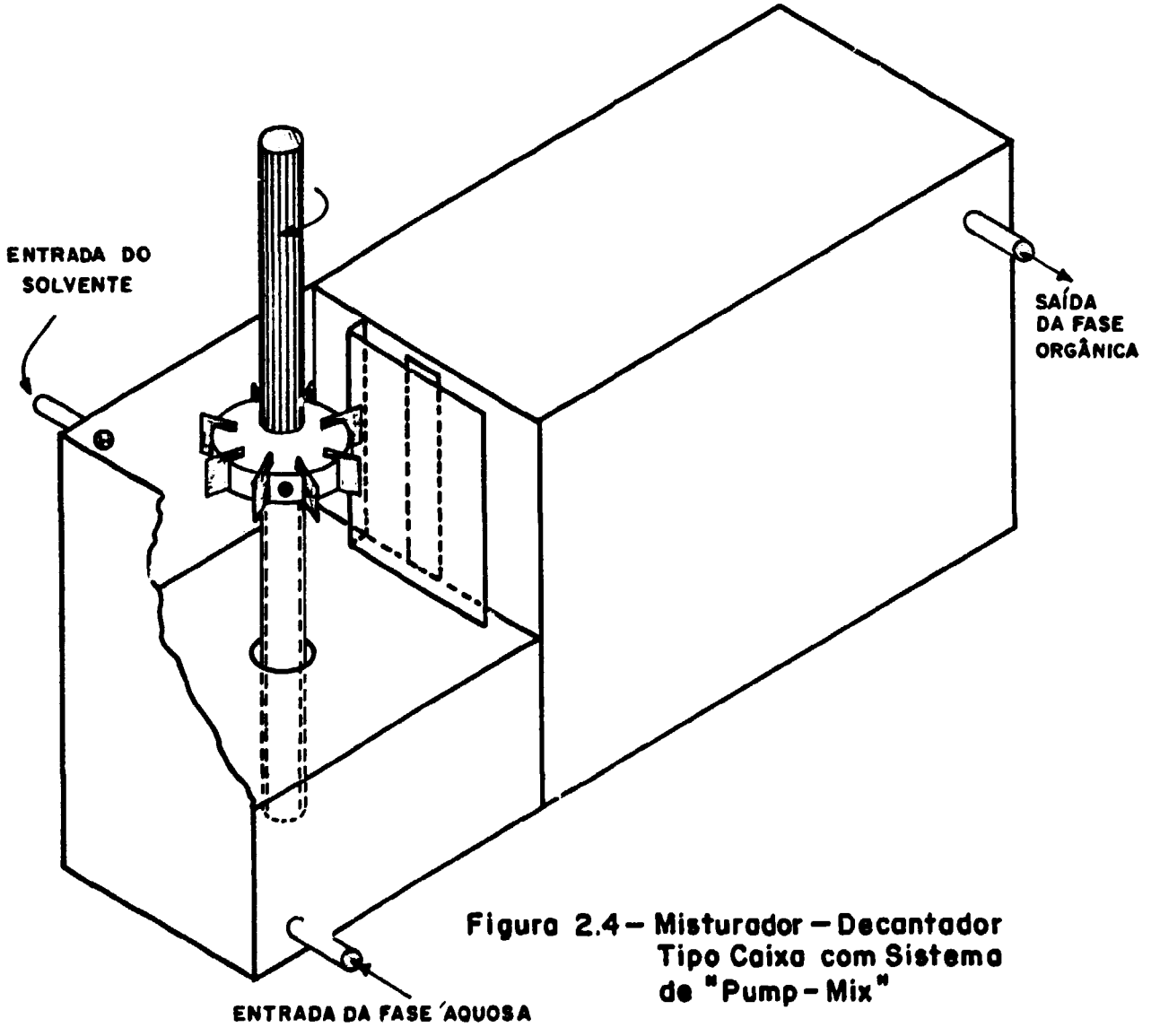


Figura 2.4 - Misturador - Decantador Tipo Caixa com Sistema de "Pump - Mix"

dificuldades de "scale-up". Exemplos de colunas não-agitadas são as do tipo "spray", de recheio e de pratos perfurados. No caso das colunas agitadas, é introduzida a agitação mecânica, porém, a diferença de densidades das fases em contato continua sendo responsável pelo fluxo em contra-corrente. São de custo razoável, permitem operar com grande número de estágios e o seu "scale-up" é relativamente simples. Entretanto, possuem limitada capacidade para líquidos com densidades próximas e não operam com sistemas emulsificantes e alta relação de fluxos (fase aquosa:fase orgânica). As colunas agitadas mais conhecidas e de maior emprego na indústria são [8]:

Coluna Scheibel

Coluna de Pratos Pulsados (KARR e LANDAU)

Coluna Mixco

Contactor de Disco Rotativo (RDC)

Coluna Ziehl

Coluna de Disco Rotativo Assimétrico (ARDC)

Coluna Kuhni

Coluna de Recheio Pulsada

Contactor Graesser (na horizontal)

2.1.5.3 - Centrífugas

Os contactores centrífugos empregam a força centrífuga para aumentar a força induzida na separação de fases [5]. A operação das centrífugas envolve dois parâmetros principais: rotação e fluxo. A variação desses parâmetros permite melhor seletividade do metal a ser extraído. São utilizados em processos que requerem poucos estágios de contatação e altas vazões. Também são indicados para casos em que os líquidos em

contato apresentam pequena diferença de densidades. As centrífugas operam numa larga faixa de relações de fluxos e viscosidades, necessitam de baixo inventário de solvente e ocupam pequena área. Entretanto, são equipamentos caros e exigem altos custos para a manutenção [8].

2.1.6 - "Scale-up" em Misturadores-Decantadores [11]

Um procedimento rigoroso de "scale-up" em misturadores-decantadores envolve o conhecimento de como se comportam, em relação à escala de operação, os parâmetros que afetam a eficiência por estágio. Na prática, o problema de "scale-up" é melhor detalhado numa base semi-empírica, relacionando-se experimentalmente o desempenho do aparelho contactor com vários fatores de escala. É importante salientar, no entanto, que a eficiência de transferência de massa, em processos controlados inteiramente por difusão, raramente é inferior a 75% para qualquer modelo de misturador. Por conseguinte, a eficiência do misturador varia com a escala numa faixa de valores relativamente pequena.

No "scale-up" da seção de mistura, Davidson et all estabeleceram que o diâmetro do agitador deve permanecer proporcional à largura da câmera de mistura e, portanto, à raiz cúbica da capacidade "Q" da referida câmera. Desta forma, tem-se:

$$D_2 = D_1 \left(\frac{Q_2}{Q_1} \right)^{1/3} ,$$

onde os subscritos 1 e 2 se referem às duas diferentes escalas.

Ryon et all, baseando-se em resultados obtidos com misturadores-decantadores de vários tamanhos, concluiram que a

similaridade geométrica, mantendo-se constante a potência de agitação por unidade de volume, foi um critério suficiente para o "scale-up" da seção de mistura. Os mesmos autores propuseram que o "scale-up" do decantador poderia ser realizado, mantendo-se constante o fluxo por unidade de área (horizontal).

Para misturadores geometricamente similares, Connoely e Winter propuseram que um procedimento de "scale-up" bem mais satisfatório é obtido, mantendo-se o mesmo torque por unidade de volume nas duas diferentes escalas.

Naylor e Larkin determinaram as dimensões de um misturador-decantador tipo SOD (misturador-decantador do tipo caixa simples), fixando-se o mesmo tempo de residência nos modelos piloto e industrial, este último, tendo uma capacidade de 150 vezes a do primeiro modelo. Por outro lado, obtiveram um fator confiável de 1,5 a 2 para o "scale-up" do decantador.

Ludholm e Bautista estudaram "scale-up" em quatro misturadores-decantadores de multiplo estágios de tamanhos diferentes e geometricamente similares. A unidade maior possuia um volume seis vezes maior em relação ao modelo de bancada. As variáveis escolhidas foram: a taxa de transferência de massa para a seção de mistura e a variação da banda de dispersão durante a decantação. Esses pesquisadores concluiram que "scale-up" de misturadoes-decantadores tipo "pump-mixer" (sem chicanas), baseado na potência por unidade de volume ou velocidade de agitação, não é um método aconselhável. Estabeleceram que o "scale-up" baseado na mesma velocidade linear é um método mais adequado. Como outros autores, também concluiram que o "scale-up" do decantador deveria ser feito com base no fluxo total por unidade de área do decantador.

2.2 Processo Desenvolvido no DEN/UFPE

Foi desenvolvido no Departamento de Energia Nuclear-UFPE um processo de recuperação de urânio a partir de lixívias cloridricas obtidas de rochas fosfatadas. O processo compreende as seguintes etapas: extração de urânio com uma mistura de DEHPA e TBP em querosene, lavagem da fase orgânica, reextração e precipitação de ferro e urânio (figura 2.5) [12],[13],[14].

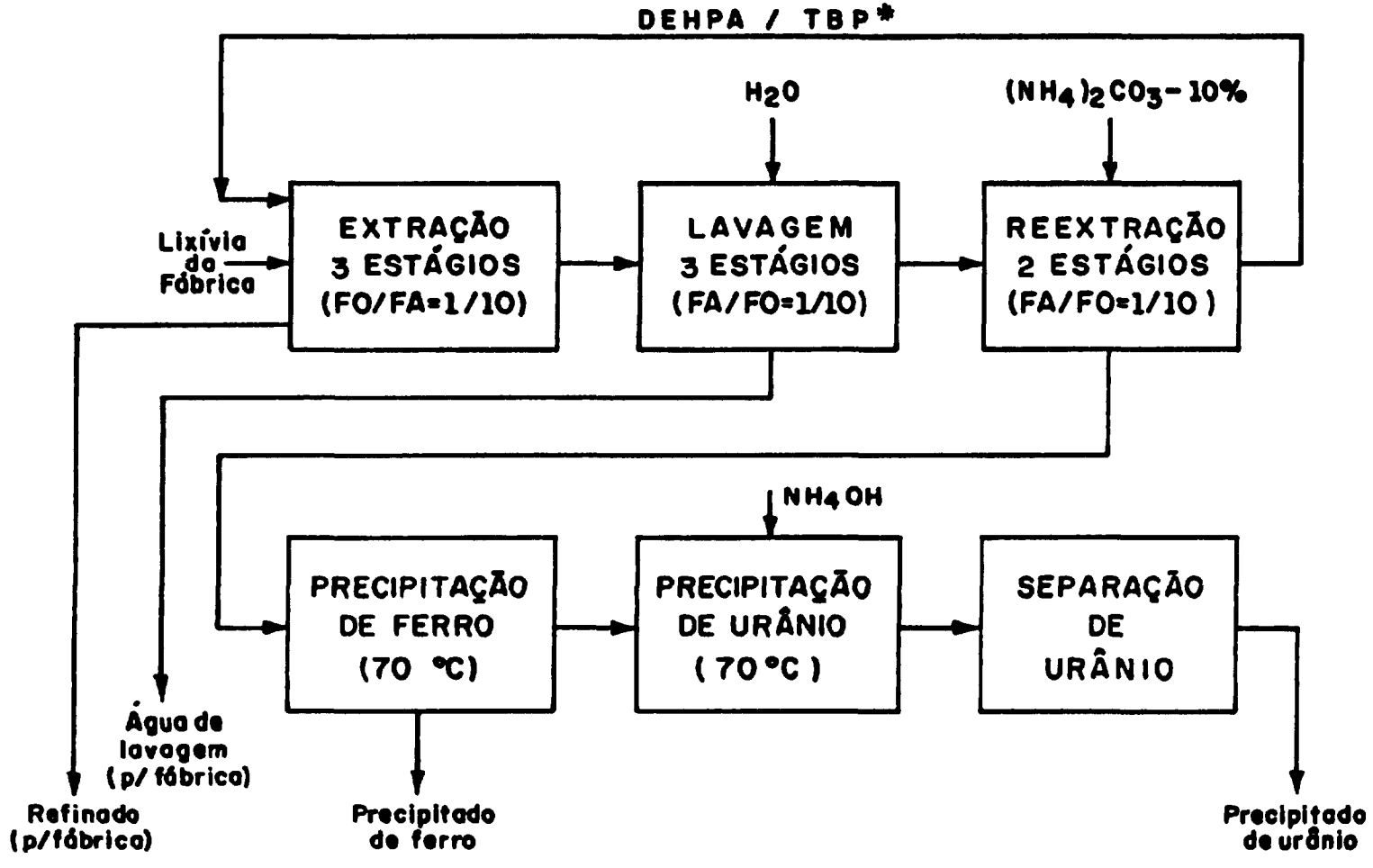
2.2.1 - Descrição das Etapas do Processo

i) Extração

O urânio presente na lixívia é extraido para a fase orgânica com uma mistura sinérgica de DEHPA (0,04M) e TBP (0,032M), ambos diluidos em querosene. A extração é realizada em 3 (tres) estágios em uma relação de fases 1:10 (fase orgânica:fase aquosa) [13],[15].

ii) Lavagem da Fase Orgânica

A fase orgânica concentrada em urânio resultante da etapa de extração deve ser lavada para a descontaminação, principalmente em relação ao fósforo e ferro co-extraidos com o urânio. Como a eliminação do ferro é feita separadamente, após a etapa de reextração, e sendo o fósforo bastante solúvel, optou-se pela lavagem da fase orgânica com água. O procedimento consiste na contatação da fase orgânica com água destilada em 3 (tres) estágios e relação de fases 1:10 (fase aquosa:fase orgânica) [12,[13],[15].



* 0,04 M DEHP + 0,032 M TBP (em querosene)

Figura 2.5 — Processo de Recuperação de Urânio a partir da Lixívia Clorídrica

iii) Reextração

A etapa de reextração consiste na contatação da fase orgânica com uma solução de carbonato de amônio-10%. Deste modo, o urânio é revertido para a fase aquosa na forma do íon complexo $\left[UO_2(CO_3)_3\right]^{-4}$ (tricarbonato de uranila). A reextração é feita em dois estágios e na relação de fases 1:10 (fase aquosa:fase orgânica) [12],[13],[14],[15].

iv) Eliminação de Ferro

A etapa de precipitação de ferro tem a finalidade de eliminar o ferro contido na solução de reextração antes da precipitação do urânio. O ferro é precipitado quantitativamente por aquecimento desta solução a 70°C durante 30 minutos [15],[16].

v) Precipitação de Urânio

Na solução de reextração, agora livre de ferro, a precipitação de urânio é realizada nas seguintes condições: aquecimento a 70°C, controle de pH, adição de hidróxido de amônio e agitação constante durante uma hora [15],[16].

2.2.2 - Desenvolvimento do Processo

O processo foi inicialmente desenvolvido em escala de laboratório, sendo determinados os parâmetros: relações de fases, tempos de agitação, coeficientes de distribuição do urânio e rendimento de cada etapa. A seguir, os parâmetros da etapa de extração foram verificados em regime contínuo, utilizando-se um misturador-decantador cilíndrico com

capacidade de 4,0 litros/h. Com esse aparelho contactor, determinou-se tempos de residência nas câmeras de mistura e de decantação, velocidade de agitação, além dos coeficientes de distribuição e rendimento de extração. Posteriormente, todas as etapas contínuas do processo (extração, lavagem e reextração), foram testadas em um sistema de misturadores-decantadores tipo caixa com capacidade para processar 20 litros/h de lixívia. Após a otimização dos parâmetros do processo foi possível, então, o projeto da usina piloto com capacidade para processar 200 litros/h de lixívia. Os misturadores-decantadores utilizados foram do tipo caixa e do mesmo modelo empregado na escala semi-piloto (capacidade: 20 litros/h). Com o aumento da escala foi necessário a implementação de mais duas etapas no processo: pre-tratamento da lixívia com querosene (antes da etapa de extração) e a regeneração do solvente com ácido clorídrico 2N (após a etapa de reextração). Finalmente, foram realizadas várias campanhas de operação com a finalidade de se verificar e otimizar os parâmetros do processo, testar os vários equipamentos da usina e avaliar os custos operacionais e de manutenção. O rendimento total do processo foi de 85% , obtendo-se o produto final (DUA) com 80% de U_3O_8 [13],[14],[15].

2.2.3 - "Scale-up" dos Misturadores-Decantadores

O projeto dos misturadores-decantadores para a usina piloto não foi realizado com base em métodos convencionais de "scale-up", ou seja, foi adotado um procedimento baseando-se apenas na semelhança geométrica e tempos de residéncias nas câmeras de mistura e dé decantação.

CAPITULO III

METODOLOGIA

3.1 - Princípio

A determinação das relações de "scale-up" no misturador-decantador tipo caixa utilizado na Usina Piloto de Extração de Urânio - DEN/UFPE se baseia no método desenvolvido no Oak Ridge National Laboratory por A. D. Ryon, F. L. Daley e R. S. Lowrie [2]. Para a câmera de mistura, este método se baseia na similaridade geométrica e na correlação existente entre a taxa de extração e os parâmetros: 1) D/T (diâmetro do agitador/largura da câmera de mistura), 2) tempo de residência e 3) potência de agitação por unidade de volume. Para uma determinada potência de agitação por unidade de volume e relação D/T, a taxa de extração é independente do tamanho da câmera de mistura.

O "scale-up" do decantador é realizado com base, também, na similaridade geométrica e na relação existente entre a espessura da banda de dispersão e o fluxo por unidade de área (horizontal) do decantador. Para um determinado valor de fluxo por unidade de área, a espessura da banda de dispersão é independente da escala do decantador.

3.2 - Cinética da Extração de Urânio

No processo de extração por solvente desenvolvido no DEN/UFPE, o urânio na lixívia é extraido para a fase orgânica com uma mistura de DEHPA e TBP , ambos diluidos em querosene. A composição e propriedades físicas da lixívia e solvente estão na tabela 3.1.

A reação que ocorre na extração de urânio é expressa como se segue:

$$UO_{2(org)}^{++} + 2(RH)_{2(org)} \rightleftarrows UO_2R_4H_{2(org)} + 2H^+ ,$$

onde "RH" representa a molécula de DEHPA, sendo "R" o radical:

$$(2\text{-etilhexil-O})_2\overset{\displaystyle O}{\overset{\|}{P}}\text{-O-}$$

Esta equação é muito simplificada e não leva em conta a polimerização do ácido organofosfórico no solvente e os efeitos competitivos pelo urânio de íons complexos presentes na fase aquosa. De acôrdo com a literatura [2], a equação acima é de primeira ordem com relação à concentração de urânio na fase aquosa.

Na extração de urânio em regime de batelada, a constante de velocidade efetiva, também conhecida como taxa de extração, é dada por:

$$Ka = -\ln(1-E)\ \frac{R}{V}\ \frac{1}{t} , \qquad (3.1)$$

onde: "E" é a eficiência por estágio, "t", o tempo de contactação das fases, "R", o volume da fase aquosa no misturador e "V", o volume da câmera de mistura. A equação 3.1 pode ser facilmente demonstrada, observando-se que a reação química correspondente à extração de urânio é reversível e de primeira ordem em ambas as direções. A sua demonstração está no apêndice A.

Tabela 3.1 - Composição Química e Propriedades Físicas da Lixívia e Solvente.

Propriedades Físicas e Químicas	Lixívia	Solvente	Mistura (Lixívia e Solv.)
Densidade (g/cm^3)	1,074	0,808	1,050
Viscosidade (cP)	0,98	0,764	1,14
Relação de Fases (Fase org./Fase aq.)	-	-	1/10
pH	1,0	-	-
Urânio (mg U/ℓ)	16,3	-	-
Vanádio (mg V/ℓ)	10,0	-	-
Ferro (mg Fe/ℓ)	500	-	-
Fósforo (g P_2O_5/ℓ)	22	-	-
DEHPA (M)	-	0,04	-
TBP (M)	-	0,032	-
Diluente	-	Querosene	-

Na extração de urânio em regime contínuo, a taxa de extração é definida pela seguinte equação:

$$Ka = \left(\frac{E}{1-E}\right) \frac{R}{V} \frac{1}{t} = \left(\frac{E}{1-E}\right) \frac{A}{V} , \qquad (3.2)$$

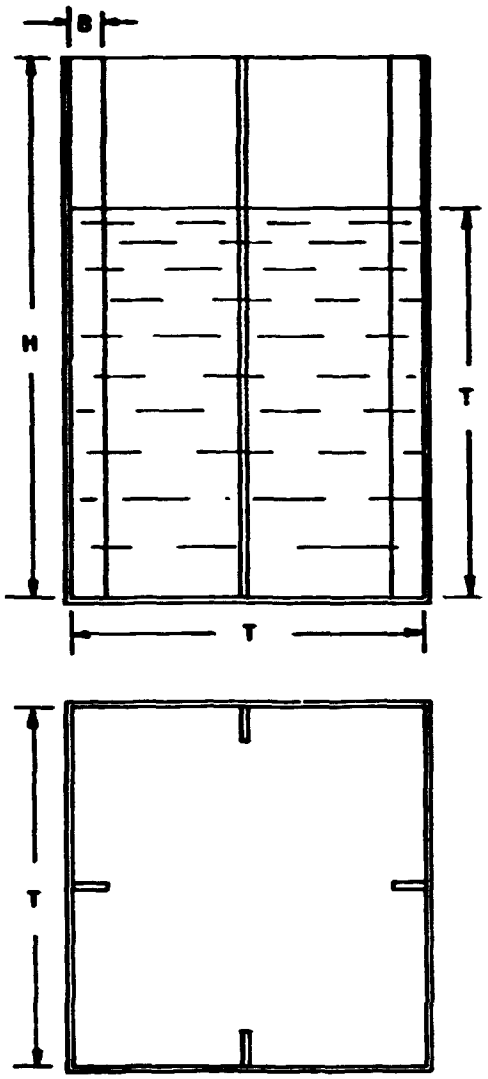
onde "A" é a vazão da fase aquosa na câmera de mistura.

3.3 - Materiais e Equipamentos

3.3.1 - Câmera de Mistura

Na realização dos testes de natureza hidrodinâmica e química, tais como, determinação do número de potência, potência de agitação e extração de urânio nos regimes de batelada e contínuo, foram utilizadas 3 (tres) câmeras de mistura tipo "caixa", possuindo as seguintes características comuns entre si: 1) possuem 4 (quatro) " chicanas" colocadas na metade de cada face, 2) o agitador é posicionado no centro da câmera e, 3) quando em operação, a altura do líquido é igual a largura da câmera, obtendo-se, desta forma, uma geometria cúbica. Na figura 3.1, se encontra o tipo de câmera de mistura acima, bem como, as dimensões e volumes (em operação) correspondentes às 3 (tres) unidades utilizadas no presente trabalho.

A câmera de mistura número 1 é confeccionada em acrílico, enquanto que as de números 2 e 3, são em chapa de ferro. As duas últimas são pintadas externamente com tinta anticorrosiva e internamente com "epoxi betuminoso", que é uma tinta anticorrosiva e, ao mesmo tempo, resistente à ação de solventes orgânicos.



Câmera Nº	T	H	B	Volume
	(cm)			(l)
1	12	20	1,2	1,7
2	24	40	2,4	13,8
3	48	75	4,8	110,6

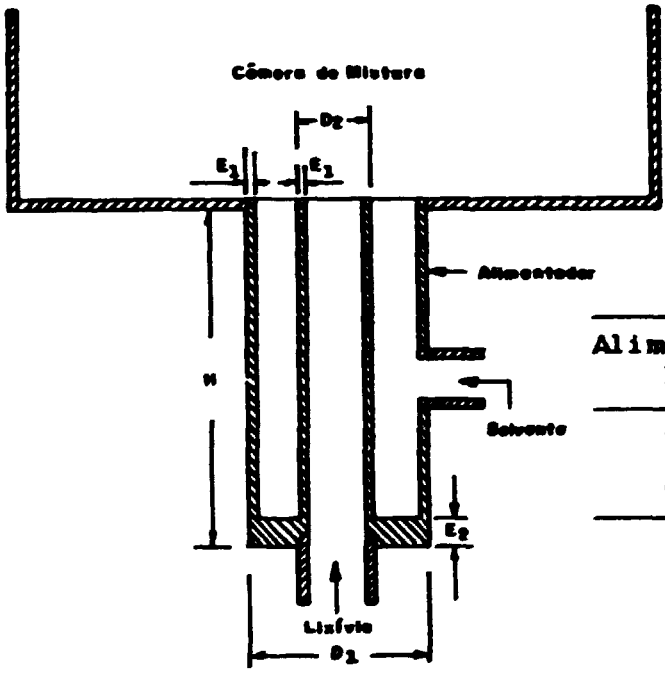
Figura 3.1 - Câmera de Mistura Tipo "Caixa" com "Chicanas"

Na realização dos testes de extração de urânio em regime contínuo, foram introduzidas duas mudanças nas câmeras de mistura de números 1 e 2, a saber:

i) Uma abertura em uma das faces para o escoamento da mistura líquida, ficando localizada a uma altura igual à largura da câmera. Na parte inferior desta abertura, foi fixada uma "bica" para direcionar a vazão líquida para um tanque situado logo

abaixo da câmera e, ao mesmo tempo, facilitar a tomada de amostras.

ii) Um alimentador para o solvente e lixívia, desenhado de forma a não permitir uma pré-mistura das duas fases fora da câmera de mistura. O mesmo constitui uma peça confeccionada em PVC, formada basicamente de dois cilindros concêntricos. A lixívia circula pelo cilindro interno e o solvente, pelo cilindro externo. Na figura 3.2, se encontram o alimentador descrito acima e as dimenções correspondentes às duas unidades que foram utilizadas nas câmeras de mistura de números 1 e 2.

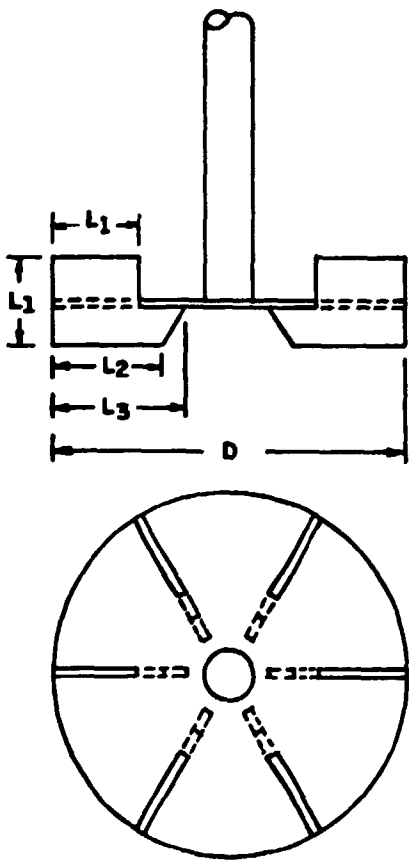


Alimentador N°	D_1	D_2	E_1	E_2	H
	(cm)				
1	2,5	1,3	0,25	1,0	5,0
2	4,0	1,8	0,25	1,0	8,0

Figura 3.2 - Alimentador de Lixívia e Solvente Utilizado na Extração de Urânio em Regime Contínuo

3.3.2 - Agitador

O agitador utilizado em todos os testes é do tipo turbina de lâmina "chata" ou vertical, conhecido, também, como turbina de fluxo radial. É o mesmo empregado na Usina Piloto de Extração de Urânio - DEN/UFPE e foi escolhido por ter produzido excelentes resultados quanto à intensidade de mistura e bombeamento dos líquidos em contato. Na figura 3.3, se encontram o agitador acima e as dimensões das 5 (cinco) unidades utilizadas nos vários testes realizados no presente trabalho.



Agitador N°	D	L_1	L_2	L_3
	(cm)			
1	4	1,0	1,2	1,5
2	6	1,5	1,9	2,2
3	8	2,0	2,5	3,0
4	12	3,0	3,7	4,5
5	16	4,0	5,0	6,0

Figura 3.3 - Agitador Tipo Turbina de Fluxo Radial com 6 (seis) Lâminas Verticais

3.3.3 - Motor de Agitação

O motor de agitação utilizado nos testes é composto de um motor elétrico e de um regulador mecânico de velocidade. O primeiro corresponde a um motor trifásico, de marca STEPHAN, com potência de 1/3 HP (248 W) e velocidade constante igual a 1.400 rpm. Quanto ao controlador de velocidade, trata-se de uma unidade motriz de velocidade variável, cujas engrenagens são do tipo "planetárias", as quais, são encerradas em uma carcaça e trabalham em banho de óleo. Este sistema mecânico é capaz de produzir rotações que variam de 500 a 4.800 rpm.

3.3.4 - Transmissão de Velocidade

A transmissão de velocidade de agitação em todos os arranjos experimentais do presente trabalho foi feita através de correias, polias e mancais.

i) Correias

Foram utilizadas correias de couro "curtido" nas câmeras de mistura de números 1 e 2, enquanto que na câmera de mistura número 3, foram empregadas correias de borracha em "V", da marca Goodyear e nas especificações A-42 e A-55.

ii) Polias

Foram confeccionadas em alumínio com diversos diâmetros, a saber: 2,5, 4, 7, 7,5, 13, 15 e 25 cm. As polias de diâmetros iguais a 2,5 e 4 cm foram empregadas no eixo do motor de

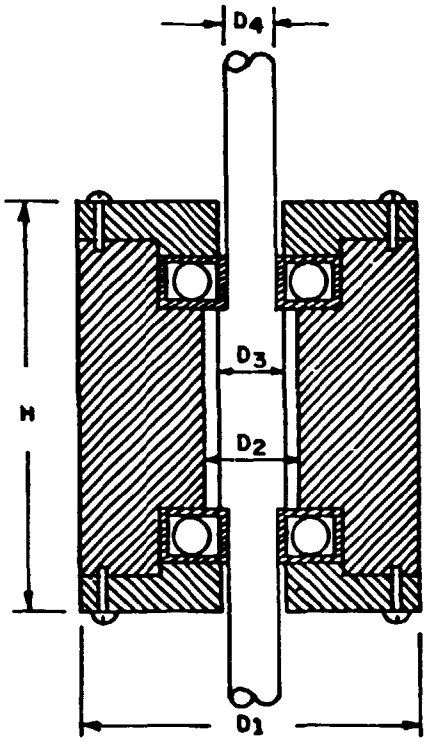
agitação, enquanto que as demais, nos eixos dos mancais. As que foram utilizadas nas câmeras de mistura de números 1 e 2, foram feitas especificamente para as correias de couro, possuindo gornes em "U" de modo a permitir correias de 0,5 e 0,8 cm de espessura. As polias que foram utilizadas no arranjo experimental envolvendo a câmera de mistura número 3, possuem gornes em "V" do tipo A1.

iii) Mancais

São do tipo "de rolamentos", de forma cilíndrica e operam na posição vertical. Foram produzidas 3 (tres) unidades de tamanhos diferentes, possuindo, cada uma delas, o corpo confeccionado em alumínio e o eixo, em aço "inox". Este último é prolongado na parte inferior, de modo a servir, também, como "haste" do agitador. A figura 3.4 corresponde a um corte transversal do mancal descrito acima. Nesta figura, também se encontram as dimensões dos 3 (tres) mancais utilizados nas câmeras de mistura já descritas anteriormente.

3.3.5 - Bomba Dosadora

A bomba dosadora utilizada nos testes é da marca OMEL, modelo DMP-0/2. A mesma é do tipo "pulsada" e possui duplo cabeçote (DUPLEX), podendo, assim, dosar dois líquidos de propriedades diferentes ao mesmo tempo. A variação de vazão é obtida pela alteração do curso do pistão na câmera cilíndrica que constitui cada cabeçote. A faixa de vazão obtida com o modelo acima está compreendida entre 2 e 320 litros/h.



Mancal N°	D_1	D_2	D_3	D_4	H
	(cm)				
1	4,7	1,25	0,95	0,86	5,6
2	8,4	1,25	0,95	0,86	9,6
3	9,4	2,20	1,90	1,64	12,5

Figura 3.4 - Mancal de Rolamentos, de Forma Cilíndrica e disposto na Vertical

Além do que foi descrito anteriormente, foram utilizados, no presente trabalho, os seguintes equipamentos da usina piloto:

- A unidade de pré-tratamento.
- Dois tanques de 25 m^3 para armazenamento da lixívia e lixívia exaurida.
- Dois tanques "pulmões" de 5 m^3, um deles sendo utilizado na alimentação da bomba dosadora e o outro, servindo como tanque de espera para bombeamento da lixívia exaurida.
- Duas bombas centrífugas com capacidades iguais a 12 m^3/h.
- Dois misturadores-decantadores tipo "caixa", com e sem

"chicanas" na câmera de mistura, possuindo ambos capacidade nominal de 240 litros/h (figura 3.5).

3.4 - Procedimento Experimental

3.4.1 - Determinação da Potência de Agitação e Nº de Potência

Em um sistema de mistura de dois líquidos imiscíveis, a potência de agitação transmitida pelo agitador ao meio líquido é determinada pela seguinte equação:

$$P = N_p \rho_m N^3 D^5 , \qquad (3.3)$$

onde: "N_p" é o número de potência, "ρ_m", a densidade média da mistura líquida, "N", a velocidade de agitação e "D", o diâmetro do agitador. Entretanto, nesta fórmula, é desconhecido o número de potência, devendo, então, ser determinado experimentalmente. Desde que sejam mantidos o mesmo líquido e a geometria do sistema de agitação, o número de potência se torna constante para regime de fluxo turbulento com número de Reynolds acima de 10^4. Nestas condições, a potência de agitação varia diretamente com o produto N^3D^5. Assim sendo, para se manter constante a potência de agitação, basta somente fixar o valor do produto N^3D^5.

Pelo exposto acima, torna-se necessário a determinação do número de potência, em várias condições de mistura, para o nosso sistema de mistura líquida. A partir da comprovação de que seu valor é constante para números de Reynolds acima de 10^4, a potência de agitação passa, então, a ser determinada diretamente pela equação 3.3. No entanto, para se determinar o

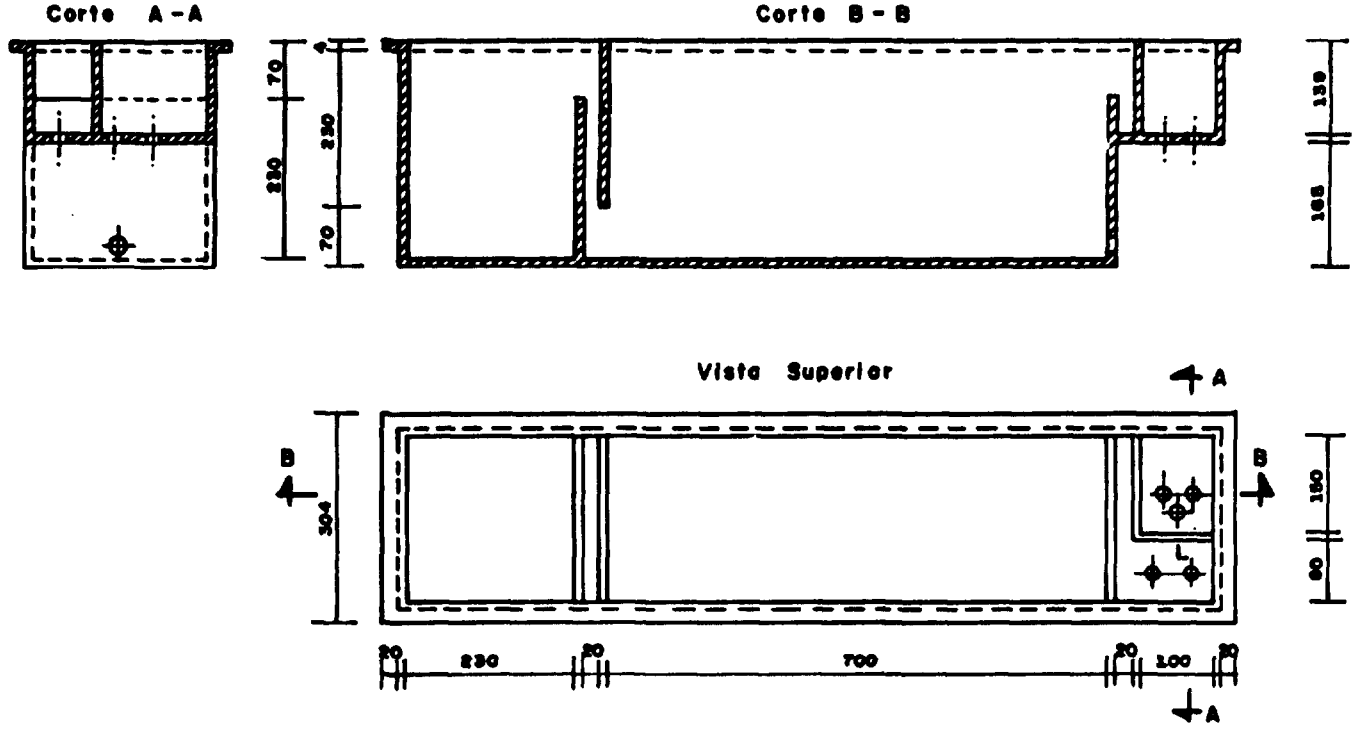


Figura 1.1– Misturador-Decantador Tipo Caixa Utilizado na Usina Piloto

número de potência de acôrdo com a citada equação, é necessário a determinação experimental da potência de agitação para várias condições de mistura. Para isto, foram realizados vários testes em um arranjo experimental de acôrdo com a figura 3.6. Nestes testes, foram empregados a câmera de mistura número 2 e os agitadores de números 3, 4 e 5. As condições de mistura foram obtidas, variando-se o diâmetro do agitador e a rotação do mesmo, de modo a obter-se variação e constância no valor do produto N^3D^5. Na tabela 3.2, se encontram as condições acima. O procedimento experimental na realização dos testes pode ser facilmente explicado com ajuda da figura 3.6:

- Inicialmente, adiciona-se na câmera de mistura 13,82 litros de lixívia e solvente na relação de fases 1/10 (solvente/lixívia) e, então, aciona-se o sistema de agitação numa determinada rotação. Esta última é ajustada através do redutor de velocidade do motor de agitação e a sua leitura é feita através de um medidor de rotação no topo da "haste" do agitador.

- A seguir, esvazia-se a câmera de mistura, desconecta-se o agitador de sua "haste" e instala-se um carretel de alumínio (diâmetro igual a 2,4 cm) na parte superior da "haste" do agitador (acima do mancal). Neste carretel, é fixada uma das extremidades de um fio de nylon, sendo a outra extremidade presa ao recipiente B.

- Posteriormente, adiciona-se peso (água) no recipiente B, aciona-se o sistema de agitação e mede-se a rotação. Este procedimento é repetido até se alcançar o valor de rotação fixado com a câmera de mistura cheia.

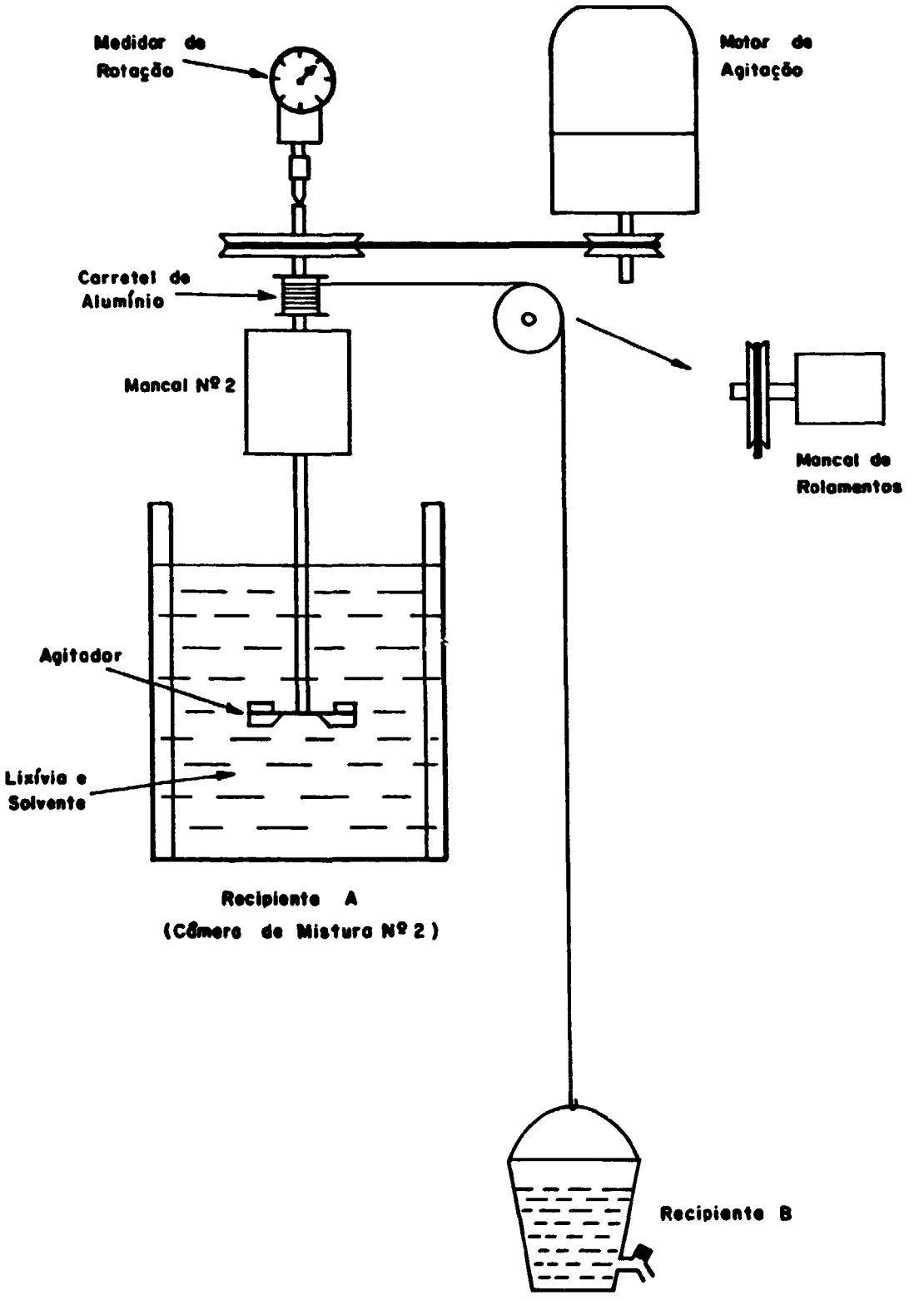


Figura 3.6 - Arranjo Experimental Utilizado na Determinação da Potência de Agitação e Número de Potência

Tabela 3.2 - Condições de Mistura Utilizadas na Determinação da Potência de Agitação e Número de Potência.

Diâmetro do Agitador (D) (cm)	Rotação (N) (rpm)	N^3D^5 $m^5/s^3(x\ 10^3)$
8	510	2,0
	600	3,3
	650	4,1[a]
	700	5,2
	750	6,4
	800	7,7
12	330	4,1[a]
16	204	4,1[a]

(a) - Produto N^3D^5 mantido constante.

- Finalmente, pesa-se o recipiente B (com água) e o torque exercido pela mistura líquida no agitador é, então, calculado pela seguinte equação:

$$\tau = P'r \ , \qquad (3.4)$$

onde: "p'" é o peso do recipiente B (com água) e "r", o raio do carretel de alumínio. A partir daí, a potência de agitação é determinada pela equação:

$$P = \tau \omega \ , \qquad (3.5)$$

onde: "ω" é a velocidade angular do agitador.

O procedimento experimental descrito acima é repetido para cada velocidade de agitação (rotação) e diâmetro do

agitador fixados. As equações 3.4 e 3.5 são demonstradas com base na teoria do movimento de rotação de um corpo sólido (apêndice B).

3.4.2 - Extração de Urânio em Regime de Batelada

Na extração de urânio em regime de batelada, a extração de urânio continua durante a separação de fases. Daí então, ao serem tomadas amostras das fases separadas (fase aquosa e fase orgânica) para a determinação da eficiência por estágio, esta última corresponde à extração que ocorreu nos períodos de agitação e separação de fases. Assim sendo, ao serem utilizados os valores da eficiência por estágio e tempo total de contactação das fases na equação 3.1, obtem-se um valor para a taxa de extração que não é real para as condições de extração na câmera de mistura.

Em vista do exposto acima, o procedimento geral para a determinação da taxa de extração consiste na mistura das fases aquosa e orgânica sob determinada condição de mistura, seguida de tomada de amostras em diversos intervalos de tempo, até o equilíbrio químico ser alcançado. As amostras são coletadas sem interrupção da agitação e as fases separadas são analisadas quanto ao seu conteúdo de urânio. Os resultados das análises possibilitam a determinação da eficiência por estágio para cada amostra coletada num dado intevalo de tempo. A partir daí, é traçada uma curva ln(1-E) versus tempo de agitação de acôrdo com a equação 3.1. A curva obtida é linear na região anterior ao equilíbrio e a taxa de extração é determinada pela sua inclinação, a qual, depende unicamente das condições de

mistura, ou seja, relação D/T e/ou potência de agitação. Na verdade, é feito um ajuste linear no trecho da curva que antecede o equilíbrio, sendo a taxa de extração determinada pelo valor do coeficiente angular da reta de acôrdo com a equação:

$$Ka = - B \frac{R}{V} , \qquad (3.6)$$

onde "B" é o coeficiente angular da reta obtida.

3.4.2.1 - Determinação da Variação da Taxa de Extração com a Relação D/T

Na extração líquido-líquido de um determinado soluto, a eficiência de extração está diretamente relacionada com o tamanho das gotículas da fase dispersa ou área interfacial entre as duas fases em contato. O tamanho das gotículas depende, por sua vez, das condições de mistura, tensão superficial e densidades das duas fases. Quanto maior a área interfacial (menor o tamanho das gotículas da fase dispersa), maior será a taxa de extração.

Quando se opera uma câmera de mistura com o mesmo sistema líquido e potência de agitação constante, ao ser variada a relação D/T, obrigatoriamente devem ser alterados o diâmetro do agitador (D) e a velocidade de agitação (N), de modo que o produto N^3D^5 permaneça também constante. Com isto, se obtem diferentes graus de dispersão e, como consequência, ocorre variação na taxa de extração.

Com a finalidade de verificar-se o comportamento da taxa de extração com á relação D/T, foram realizados vários

testes de extração em regime de batelada. Para isto, foi montado um arranjo experimental de acôrdo com a figura 3.7. A câmera de mistura utilizada foi a de número 2, a qual, já foi descrita anteriormente (item 3.3.1). Para a obtenção de diferentes valores da relação D/T, foram empregados 5 (cinco) agitadores com os seguintes diâmetros: 4, 6, 8, 12 e 16 cm (agitadores de números: 1, 2, 3, 4 e 5). Com isto, foram obtidos os seguintes valores para a relação D/T: 1/6, 1/4, 1/3, 1/2 e 2/3. Em todos os testes, a potência de agitação foi fixada em 515 W/m^3 e, para cada diâmetro do agitador, a rotação era então calculada a partir da equação 3.3. Para cada agitador (ou relação D/T), era realizado um teste de acôrdo com o seguinte procedimento:

- Inicialmente, são adicionados na câmera de mistura 12,567 litros de lixívia e 1,257 litros de solvente. Este último é adicionado lentamente através de funil de decantação para evitar turbulência e, como consequência, uma possível pré-extração. As quantidades acima correspondem a uma relação de fases igual a 1/10 (fase orgânica/fase aquosa) e um volume total de 13,824 litros.

- A seguir, são acionados simultaneamente o cronômetro e o sistema de agitação, este último, a uma rotação que corresponda à potencia de agitação fixada em 515 W/m^3.

- Por último, é feita a coleta de amostras nos tempos: 10, 20, 30, 45, 60 e 90 segundos, sem desligar-se o sistema de agitação. As amostras são coletadas em funis de decantação

diretamente da câmera de mistura e através de uma válvula tipo esfera de 3/4" (1,91 cm) localizada no fundo da citada câmera. O volume de cada amostra é cerca de 100 ml. Após a separação das fases, a fase aquosa (lixívia) de cada amostra é recolhida em frasco plástico de 100 ml e enviada ao laboratório para a análise de urânio de acôrdo com o método de análise descrito no apêndice C.

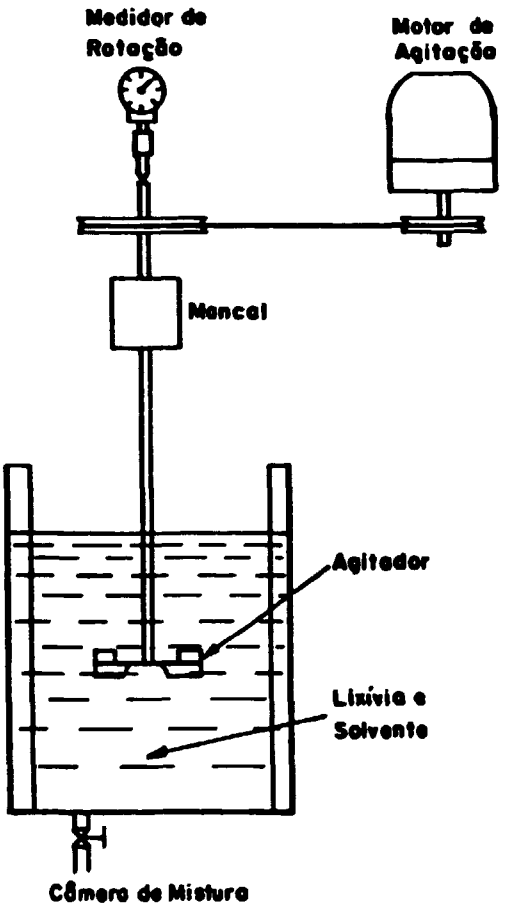


Figura 3.7 - Arranjo Experimental Utilizado na Extração de Urânio em Regime de Batelada

3.4.2.2 - Determinação da Variação da Taxa de Extração com a Potência de Agitação

De acôrdo com a literatura [2], fixada a relação D/T, a taxa de extração de urânio varia linearmente, num gráfico tipo log-log, com a potência de agitação por unidade de volume. Para esta comprovação, alguns testes de extração de urânio em regime de batelada foram realizados com a aplicação de potências de agitação na mesma faixa de valores empregada pela citada literatura, ou seja, de 2,5 a 220 HP/1.000 gal (493 - 43.343 W/m^3). Entretanto, no nosso sistema de mistura líquida, o equilíbrio era alcançado logo após 20-30 segundos de contactação das fases. Com isto, ao ser traçada a curva ln(1-E) versus tempo de agitação para cada potência aplicada, apenas dois ou tres pontos eram obtidos antes do equilíbrio. Como a taxa de extração em regime de batelada é determinada mediante a inclinação da reta correspondente ao trecho linear da curva acima, a quantidade de pontos obtida era muito pequena (2-3 pontos) para se fazer um ajuste linear. Para contornar o problema, foi necessário trabalhar-se com potências de agitação menores, de modo a obter-se cerca de 5 a 7 pontos na determinação da taxa de extração. Após várias tentativas, foram fixados os seguintes valores de potência de agitação para os testes: 100, 150, 255, 515 e 750 W/m^3.

Na realização dos testes, foi utilizado um arranjo experimental similar ao apresentado na figura 3.7. As câmeras de mistura empregadas foram as de números 1, 2 e 3 e para cada uma delas, 1) a relação D/T foi mantida constante (igual a 1/3), 2) a potência de agitação foi variada nos valores acima e 3) o procedimento dos testes foi o mesmo em relação aquele empregado no ítem anterior (3.4.2.1).

3.4.3 - Extração de Urânio em Regime Contínuo

Os testes de extração de urânio em regime contínuo tiveram, como objetivo, a verificação do comportamento da taxa de extração em relação ao tempo de residência e potência de agitação por unidade de volume. Foram realizados, variando-se a potência de agitação para cada tempo de residência fixado. Desta forma, foram obtidos valores da taxa de extração em função da potência de agitação e tempo de residência. Em relação aos testes de extração em regime de batelada, foram mantidos constantes:

- Extrator
- Lixívia
- Relação de fases
- Tipo de câmera de mistura
- Tipo de agitador

Na realização dos testes, foi utilizado um arranjo experimental de acôrdo com a figura 3.8. As câmeras de mistura empregadas foram as de números 1 e 2 e os agitadores, foram os de números 1 e 3, de modo a se manter constante a relação D/T (igual a 1/3). Os tempos de residência fixados nos testes foram:

- Na câmera de mistura número um: 30,60,90,120 e 180 segundos.

- Na câmera de mistura número dois: 180 e 240 segundos.

Quanto à potência de agitação, utilizou-se os mesmos valores dos testes de extração em regime de batelada.

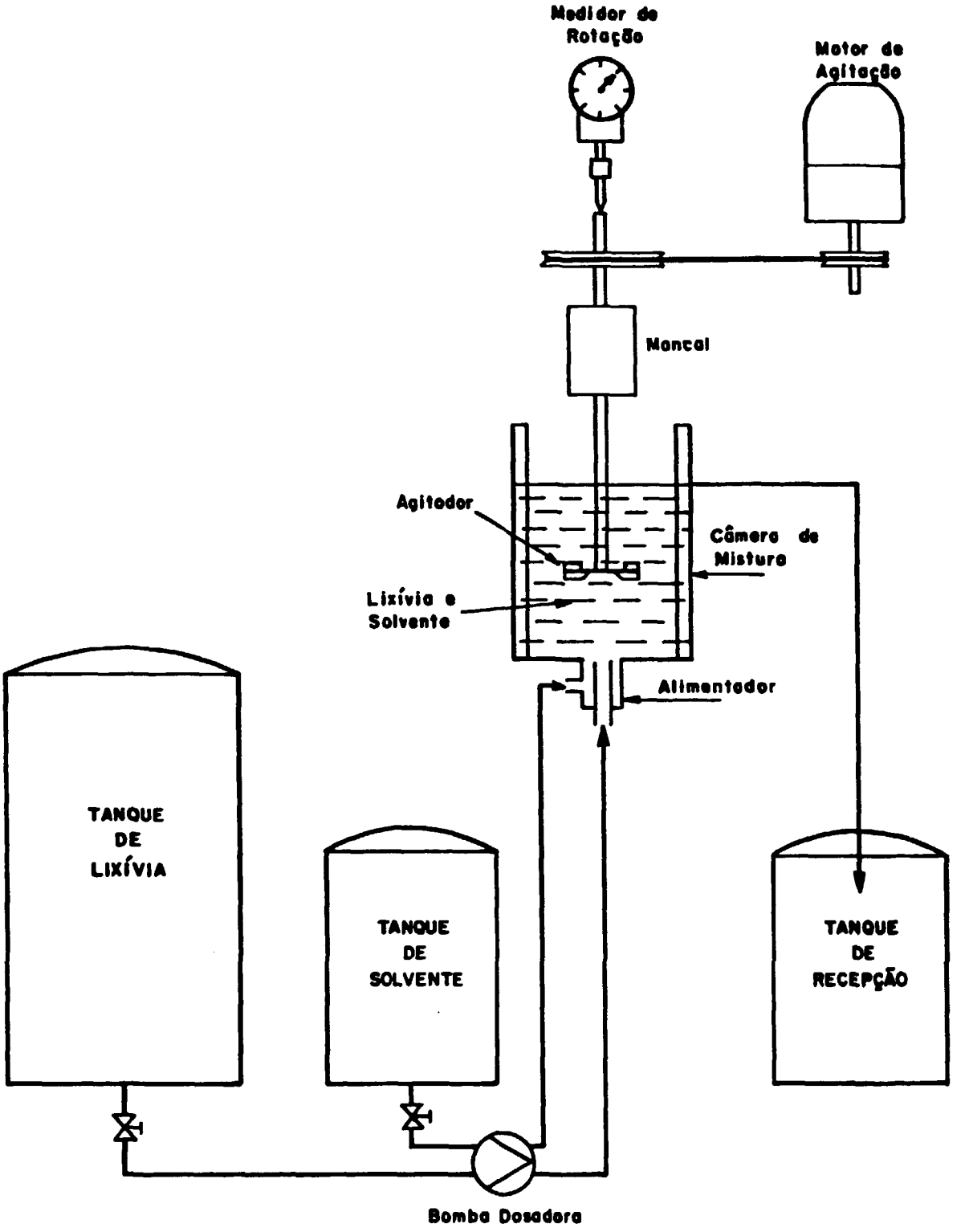


Figura 3.8 - Arranjo Experimental Utilizado na Extração de Urânio em Regime Contínuo

A amostragem nos testes de extração em regime continuo é feita de maneira diferente em relação aos testes em regime de batelada. As amostras do efluente ("overflow") da câmera de mistura não fornecem dados representativos sobre a extração de urânio na referida câmera. Isto, porque a extração continua durante a separação de fases. Desta forma, é necessário tomar-se amostras de uma das fases sem a presença da outra. Isto é obtido com filtros de teflon ou de vidro. Para o tipo de dispersão onde a fase aquosa é contínua, recomenda-se a tomada de amostra através de filtro de teflon, que só permite a passagem da fase orgânica. No caso da fase orgânica ser contínua, a coleta de amostra deve ser feita através de filtro de vidro, o qual, deixa passar somente a fase aquosa.

No nosso processo de extração de urânio, a fase contínua é a lixívia (fase aquosa) e, portanto, as amostras devem ser tomadas através de filtro de teflon. Assim sendo, foram feitas várias tentativas para se confeccionar um filtro de teflon. Inicialmente, tentou-se confeccionar pastilhas de teflon, as quais, eram obtidas a partir da fusão parcial de raspas de teflon a 450°C durante 5-10 minutos. Depois de pronta, a pastilha tinha as seguintes dimensões: diâmetro: 55 mm e espessura: 2-3 mm. Entretanto, não foi possivel encontrar-se a porosidade adequada e, com o uso, as pastilhas tornavam-se quebradiças e deixavam passar o solvente juntamente com a lixívia. Os ensaios proseguiram até que obteve-se um filtro definitivo. Este último foi obtido da seguinte maneira:

- Inicialmente, as raspas de teflon eram fundidas a 500°C em fôrma circular de ferro durante 5-10 minutos.

- A seguir, as fibras eram desagregadas em um liquidificador.

- Por último, o material era compactado entre dois recipientes plásticos com diâmetros de 5 cm, os quais, por sua vez, eram encerrados em um funil de vidro em forma de "cálice". Finalmente, este conjunto era conectado a um kitasato de 500 ml, tendo este a finalidade de coletar o material filtrado. A figura 3.9 ilustra as etapas do processo descrito acima, bem como, a forma definitiva do filtro.

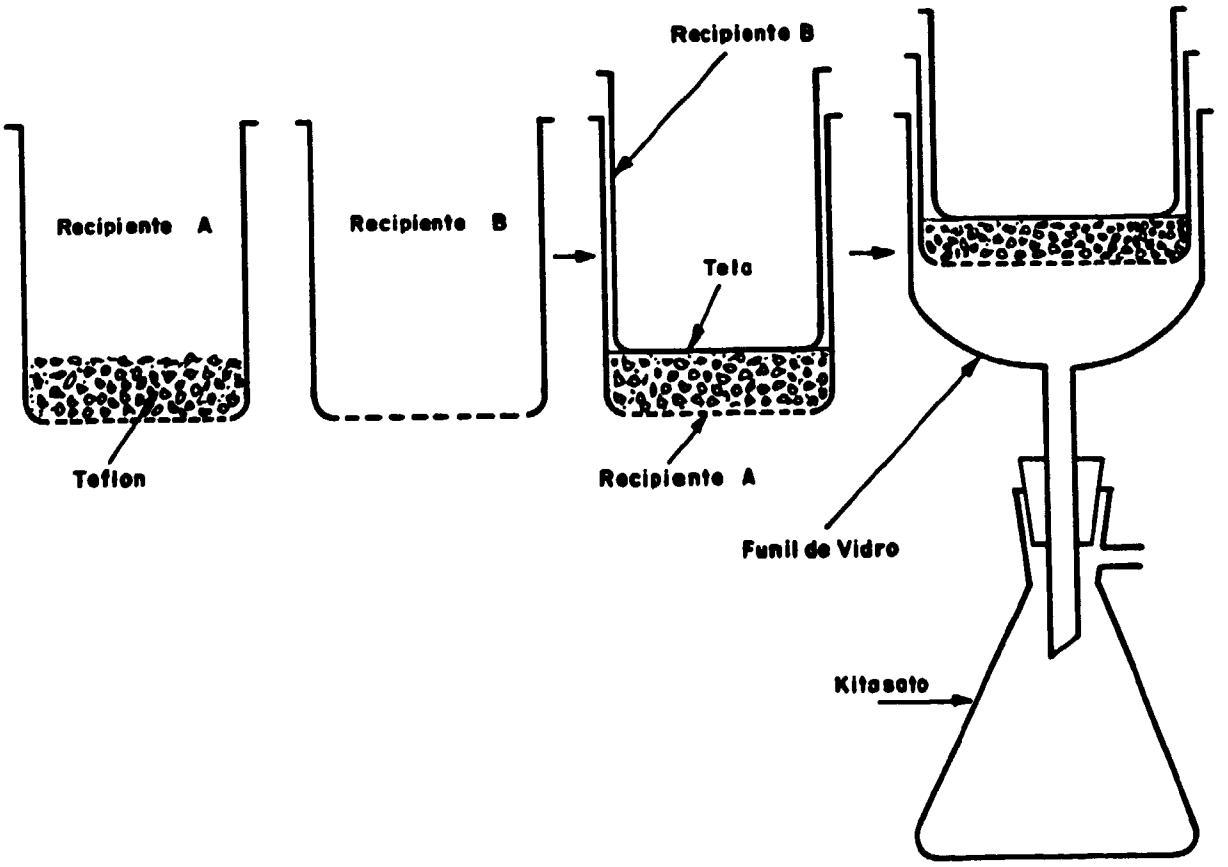


Figura 3.9 - Filtro de Teflon Utilizado na Coleta de Amostras da Fase Orgânica

Dos testes com este novo filtro, obteve-se os seguintes resultados:

- Obtenção unicamente da fase orgânica.

- Velocidade de filtração: 306 $\ell/h.m^2$ (0,6 ℓ/h).

- Para rotações altas (670 e 760 rpm), a velocidade de filtração cai para aproximadamente 183 $\ell/h.m^2$ (0,36 ℓ/h).

O procedimento para a realização dos testes de extração em regime continuo é descrito como se segue:

- No inicio, escolhido o tempo de residência, a vazão é determinada pela equação:

$$Q = \frac{V_c}{\theta_r} , \qquad (3.7)$$

onde "Q" é a vazão total, "V_c", o volume da câmera de mistura e "θ_r", o tempo de residência fixado para o teste. De posse do valor da vazão, faz-se, então, a calibração da bomba dosadora mediante medida de volume num certo intervalo de tempo.

- A seguir, conecta-se as tubulações da bomba dosadora no alimentador da câmera de mistura, liga-se a referida bomba e aciona-se o sistema de agitação na rotação que corresponda à potência de agitação fixada para o teste.

- Espera-se o sistema atingir o estado estacionário, o que ocorre após ter circulado na câmera de mistura um volume cerca de dez vezes o volume da câmera.

- Finalmente, é feita a coleta de amostra: a fase orgânica é obtida através do filtro de teflon, enquanto que a fase aquosa

se obtem da separação de fases após ter sido coletada a mistura líquida (efluente) em funil de decantação. Os volumes das amostras são: 25 ml da fase orgânica e aproximadamente um litro da fase aquosa.

Após a coleta de amostra, muda-se a rotação para se obter outro valor de potência de agitação e procede-se da mesma forma, até nova coleta de amostra. Este procedimento é repetido por cinco vezes, o que corresponde aos cinco valores de potências de agitação utilizadas no teste.

No próximo teste, muda-se o tempo de residência e procede-se da mesma maneira descrita acima.

3.4.4 - Testes com o Decantador em Operação na Usina Piloto de Extração de Urânio - DEN/UFPE

De acôrdo com o método de "scale-up" em misturadores-decantadores adotado no presente trabalho, a determinação das relações de "scale-up" do decantador deve ser feita com base no comportamento da espessura da banda de dispersão (formada na interface) em relação ao fluxo por unidade de área (horizontal) do decantador. Esta metodologia sugere também o estudo do comportamento da banda de dispersão em relação à potência de agitação por unidade de volume e ao efeito da parede (tipo de material que constitue as paredes do decantador). A mesma metodologia ainda determina que sejam estudadas as seguintes influências sobre a capacidade de fluxo nominal: 1) relação de fases e tipo de dispersão e 2) temperatura. A capacidade de fluxo nominal é definida como sendo a metade do fluxo por unidade de área (horizontal) do decantador que produz "flooding" no decantador. Por sua vez,

"flooding" é uma condição de operação, sob a qual, não se observa separação de fases no decantador. A literatura [2], por conversão, considera o estado de "flooding" quando se forma, no decantador, uma banda de dispersão igual a 60 cm.

Para a realização dos testes, foi escolhido o decantador em operação na usina piloto. A sua escolha se deve ao fato de que o mesmo integra o tipo de misturador-decantador que é objeto desse trabalho. O decantador acima corresponde a um modelo tipo "caixa", sendo conjugado à câmera de mistura e dotado de uma câmera de controle de interface (figura 3.5). Na realização dos testes, foi utilizado um arranjo experimental de acôrdo com a figura 3.10. Por outro lado, também foram utilizadas as mesmas condições de mistura, sob as quais, foram determinadas as relações de "scale-up" da câmera de mistura em regime contínuo, ou seja, a mesma faixa de valores de velocidade de agitação, potência de agitação por unidade de volume, tempo de residência e vazão. Entretanto, nestas condições, não foi verificada a formação de uma banda de dispersão distinta e de mesma espessura ao longo de tôda a extenção do decantador. Estas são condições que normalmente produzem no decantador uma banda de dispersão tipo "wedge-shaped" (forma de cunha). Segundo Barnea [17], isto acontece quando o fluxo por área (horizontal) no decantador é muito baixo e constitue uma condição limitante da operação que produz no decantador uma banda de dispersão tipo "deep-layer" (banda larga). Os decantadores rasos e longos são propícios à formação de bandas de dispersão do tipo "wedge-shaped" (é o caso do decantador do DEN-UFPE). As condições de operação que produzem esse tipo de banda de dispersão ràramente são incluidas na operação de

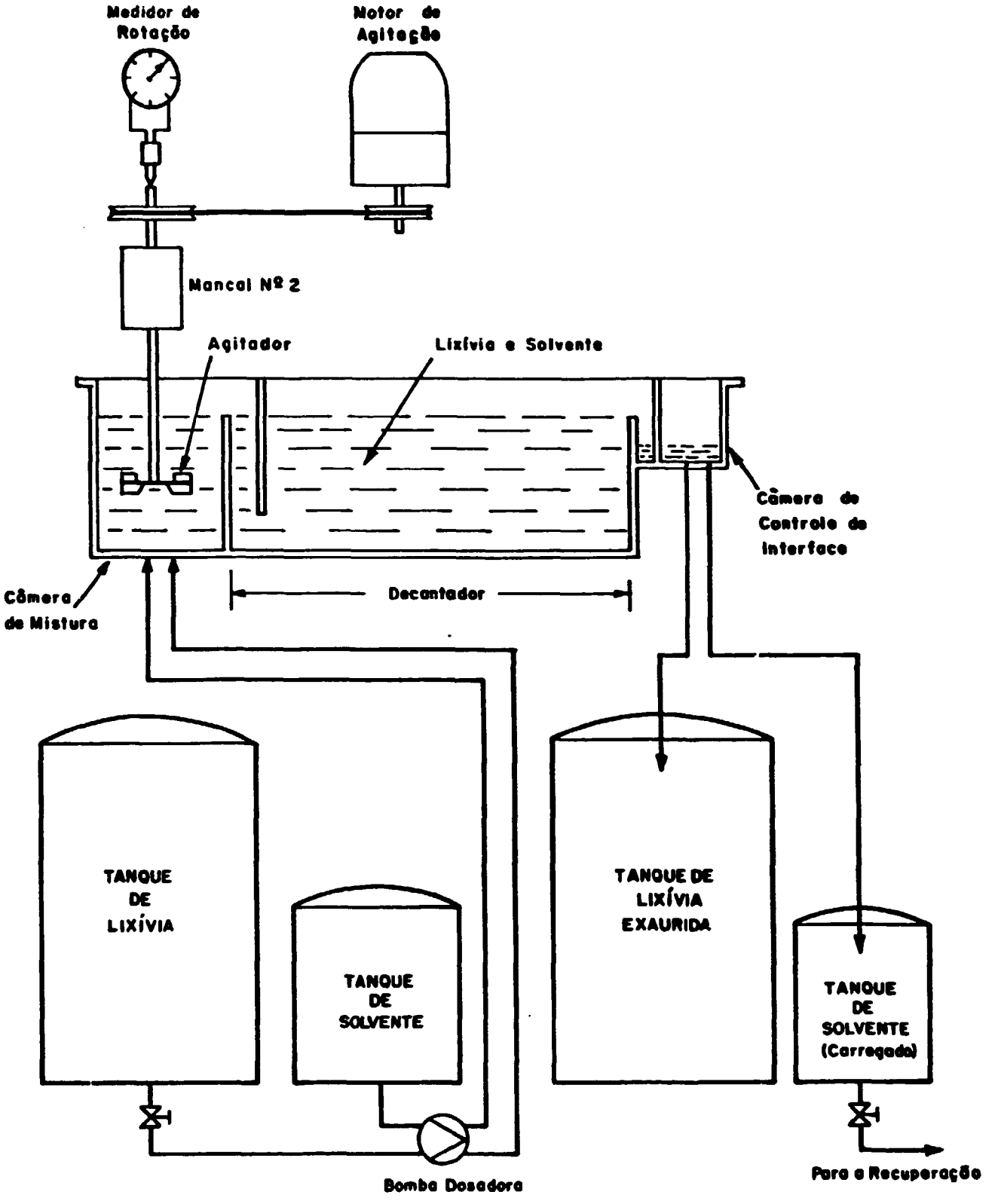


Figura 3.10 - Arranjo Experimental Utilizado nos Testes do Decantador da Usina Piloto

decantadores industriais. Nestas condições, o decantador torna-se menos eficiente e o seu "scale-up" é complexo e bastante dispendioso.

Em decantadores do tipo "deep-layer", a banda de dispersão é aproximadamente uniforme e a sua espessura se mantém constante para cada valor de fluxo por unidade de área (horizontal) do decantador. Portanto, existe uma relação bem definida entre a espessura da banda de dispersão e o fluxo por área (horizontal) no decantador. Para fins práticos, desde que a banda de dispersão se mantenha constante, cada unidade de área horizontal do decantador separa uma mesma quantidade de dispersão em um dado tempo. Em outras palavras, a taxa de coalescência é a mesma para cada unidade de área de coalescência e, portanto, é proporcional a área (horizontal) total do decantador. Este é o chamado "princípio da área", que é valido somente para determinadas condições e representa um método de "scale-up" bastante conhecido e de razoável precisão.

A curva que descreve o comportamento da banda de dispersão em relação ao fluxo no decantador é chamada de "curva característica do decantador contínuo". Trata-se de uma curva da espessura da banda de dispersão versus fluxo por área (horizontal) do decantador (traçada em escala logarítimica) e que pode ser expressa de acôrdo com a seguinte equação empírica:

$$\Delta H = K \left[\frac{Q}{A}\right]^{y} , \qquad (3.8)$$

onde: "ΔH" é a espessura da banda de dispersão, "Q", a vazão no decantador, "A", a área horizontal do decantador e "K" e "y" são

uma constante e um expoente que devem ser determinados experimentalmente a partir de testes em pequena escala.

Recentemente, Barnea e Mizrahi [17,18] desenvoloveram uma teoria, com comprovação experimental, sobre o comportamento da curva "característica do decantador contínuo", cuja conclusão é a seguinte:

i) Com base na teoria, o valor do expoente "y" é 2,5 em casos de decantadores relativamente do tipo "deep-layer". Todos os resultados experimentais confirmaram esta conclusão para uma faixa de espessura da banda de dispersão maior que 10 cm.

ii) Com base na teoria, a curva característica do decantador é uma reta de acôrdo com a equação 3.8, porém, unicamente em casos especiais (em certos sistemas líquido-líquido) ou por aproximação (ajuste linear) em uma faixa limitada de espessura da banda de dispersão. Em geral, a curva caractrística do decantador é uma curva côncava ascendente.

Portanto, existe um perigo na extrapolação da curva obtida experimentalmente a partir de valores mais baixos para valores mais altos da banda de dispersão (ΔH). Isto poderia provocar erros grosseiros. É por isto que, ao se fazer o "scale-up" do decantador, é sugerido que os testes em pequena escala sejam realizados em unidades que possuam uma altura similar à dos decantadores industriais (normalmente 80-250 cm), de modo a se obter espessuras de banda de dispersão entre 15 e 100 cm, que é normalmente a faixa utilizada nos decantadores industriais.

Pelo exposto acima, seria necessário trabalhar-se em

condições de operação de modo a obtér-se bandas de dispersão tipo "deep-layer". Só assim, poder-se-ia aplicar o "princípio da área", no qual, se baseia o método de "scale-up" adotado no presente trabalho. Para isto, haveria a necessidade de trabalhar-se em condições diferentes daquelas fixadas no "scale-up" da câmera de mistura, principalmente, quanto a fluxo e tempo de residência. Entretanto, além de haver limitação da capacidade da bomba dosadora utilizada nos testes, poderia ocorrer o afastamento das condições ótimas fixadas para a câmera de mistura. Desta forma, optou-se pelo estudo do comportamento do decantador em relação às condições de mistura da usina piloto e da câmera de mistura otimizada. Com este novo procedimento, serão obtidos dados relativos ao desempenho do decantador em relação às duas situações acima.

Os novos testes foram realizados, utilizando-se dois misturadores-decantadores da usina piloto, um deles, operando nas condições da usina piloto e o outro, nas condições da câmera de mistura otimizada. Estas últimas condições foram fixadas na determinação das relações de "scale-up" da câmera de mistura, sendo aqui escolhidas para servirem de referência para os referidos testes. Todas as condições de operação citadas acima estão na tabela 3.3. O arranjo experimental utilizado, foi o mesmo dos primeiros testes (figura 3.10).

O procedimento experimental para esta última bateria de testes é descrito como se segue:

- Inicialmente, a bomba dosadora é calibrada nos seus dois cabeçotes. Em cada um deles, a calibração é feita medindo-se um certo volume num dado intevalo de tempo e ajustando-se o curso do pistão através de um "dial".

Tabela 3.3 - Condições de Operação Utilizadas nos Testes com o Decantador em Uso na Usina Piloto.

Cond. de Operação	Misturador Decantador	Relação D/T	Rotação (rpm)	Pot. de Agitação (W/m^3)	Tempo de Resid. (min)	Vazão (l/h)
U. Piloto	s/chicanas	1/3	650	862	3,3	220
Otimizada:						
a	c/chicanas	1/3	405	515	3,0	240
b	"	1/3	460	750	3,0	240

- A seguir, adiciona-se lixívia e solvente nas câmeras de mistura e de decantação nas relações de fases 1/10 e 1/1 (solvente/lixívia) respectivamente. Posteriormente, conecta-se as tubulações da bomba dosadora na câmera de mistura, liga-se a referida bomba e, finalmente, aciona-se o sistema de agitação na rotação correspondente à potência de agitação fixada para o teste.

- Após o sistema atingir o equilíbrio, o que ocorre a partir de aproximadamente 30 minutos, é feita, então, a coleta de amostras (lixívia exaurida) na saída da câmera de controle de interface.

O procedimento acima é repetido para cada valor de potência de agitação fixada. Após os testes com um dos misturadores-decantadores, o mesmo é retirado do sistema e substituído pelo outro, conservando-se, assim, o mesmo arranjo experimental.

CAPITULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 - Resultados da Determinação Experimental da Potência de Agitação e Número de Potência

Os dados contidos na tabela 4.1 foram obtidos com o produto N^3D^5 constante. A análise dos resultados evidenciam que a potência determinada pelo torque exercido no agitador pela resistência líquida e de acôrdo com a equação 3.5, praticamente permaneceu também constante. Isto está em concordância com a teoria exposta no capitulo 3 (item 3.4.1). Por outro lado, verifica-se, também, que o número de potência não sofreu uma variação significativa.

Da análise dos dados da tabela 4.2, verifica-se um aumento na potência com o produto N^3D^5, enquanto que o número de potência não sofreu nenhuma variação significativa. Isto está também de acôrdo com a hidrodinâmica aplicada a recipientes de agitação líquida.

Tabela 4.1 - Valores da Potência de Agitação e Número de Potência Obtidos com o Produto N^3D^5 Constante.

Diâm. do Agitador (cm)	Relação (D/T)	Rotação (rpm)	Torque (N-m)	Potência (W)	Número de Potência
4	1/6	2060	-	-	-
6	1/4	1050	-	-	-
8	1/3	650	0,367	25,0	5,7
12	1/2	330	0,730	25,2	5,7
16	2/3	204	1,211	25,9	5,9

Tabela 4.2 - Valores da Potência de Agitação e Número de Potência Obtidos com a Variação do Produto N^3D^5.
Diâmetro do Agitador: 8cm ; Relação D/T: 1/3

Rotação (rpm)	Torque (N-m)	Potência (W)	Número de Potência
510	0,245	13,1	6,1
600	0,336	21,1	6,1
650	0,382	26,0	5,9
700	0,426	31,2	5,7
750	0,491	38,6	5,7
800	0,613	51,4	6,2

A média dos números de potência das tabelas 4.1 e 4.2 é igual a 5,9 ± 0,2. Este valor está dentro da faixa dos valores obtidos pela literatura [21], [19], [20] e [23], ou seja, 5,4-6,0. Com o valor do número de potência fixado em 5,9 ± 0,2

para o nosso sistema, foi possível, então, levantar-se as curvas representadas pela figura 4.1 através da equação 3.3.

4.2 - Resultados da Extração de Urânio em Regime de Batelada

Com o objetivo de se ilustrar a determinação da taxa de extração em regime de batelada, serão apresentados, a seguir, os resultados de um teste realizado na câmera de mistura número 2, no qual, a relação D/T foi igual a 1/3 e a potência aplicada, 515 W/m^3. Na tabela 4.3 se encontram os tempos de tomada de amostras e as respectivas concentrações de urânio na lixívia e eficiências por estágio. A partir desta tabela, é traçada a curva representada pela figura 4.2. Faz-se, então, um ajuste linear no trecho que antecede o equilíbrio e a taxa de extração é determinada pelo coeficiente angular da reta, cujo valor é dado por:

$$B = - Ka \frac{V}{R} \qquad (4.1)$$

e, portanto: $Ka = - B \frac{R}{V}$, que é a equação 3.6.

Neste exemplo, "B", "R" e "V" são iguais a $-0,068\ s^{-1}$, 12,567 litros e 13,824 litros respectivamente, por conseguinte:

$$Ka = 0,068 \frac{12,567}{13,824} = 0,062\ s^{-1} = 3,72\ min^{-1}$$

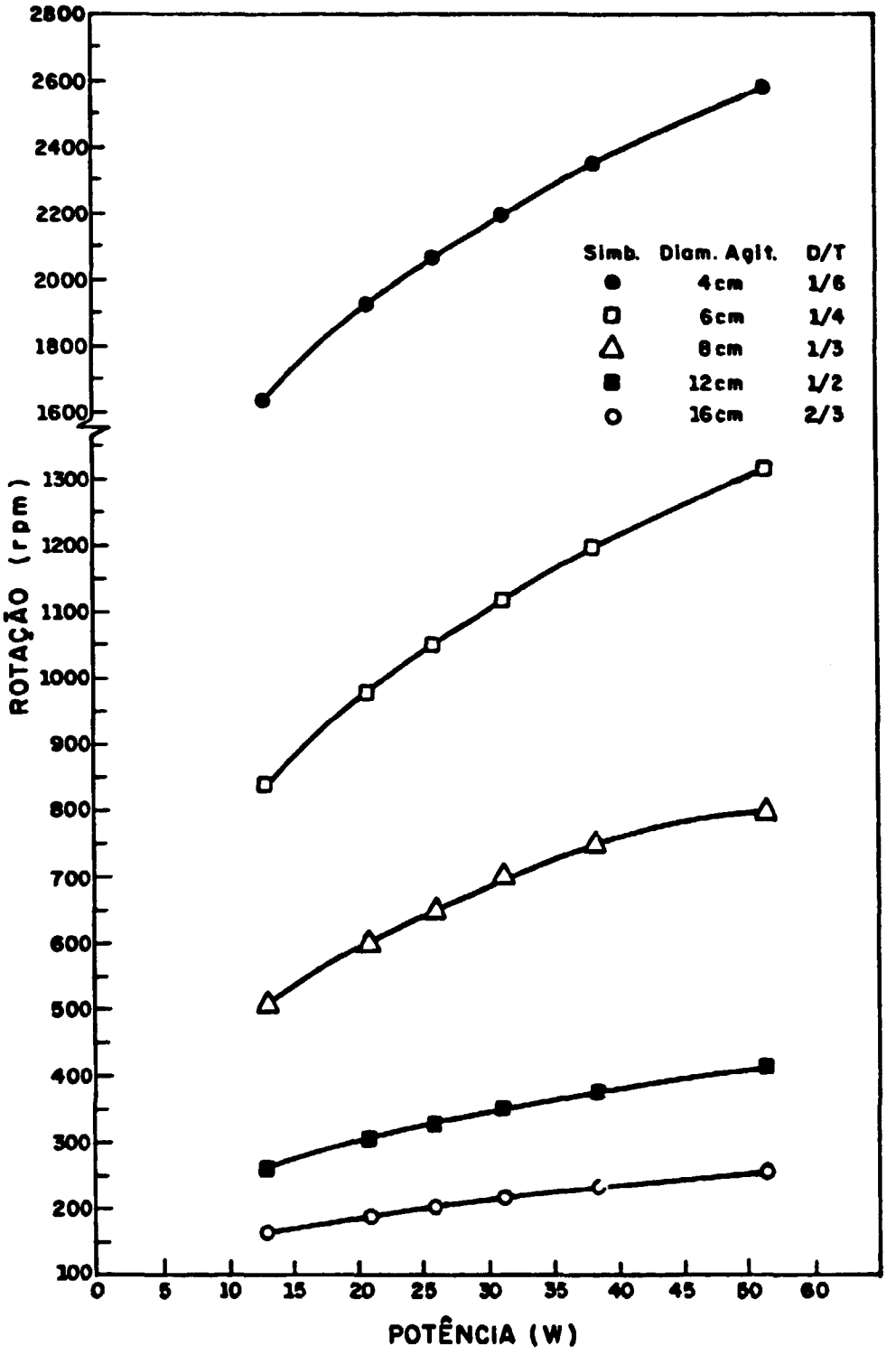


Figura 4.1 - Variação da Velocidade do Agitador com a Potência Aplicada - Câmera de Mistura Nº 2

Tabela 4.3 - Resultados de Um Teste de Extração de Urânio Realizado em Regime de Batelada.
Lixívia: 16,3 ppm U; No Equilíbrio: 7,5 ppm U

Tempo de Agitação (seg)	Urânio na Lixívia (ppm U)	Efic. por Estágio(E)	ln(1-E)
10	10,4	0,670	-1,1087
20	8,6	0,875	-2,0794
30	7,9	0,955	-3,1011
45	7,7	0,977	-3,7723
60	7,6	0,990	-4,6052
90	7,6	0,990	-4,6052

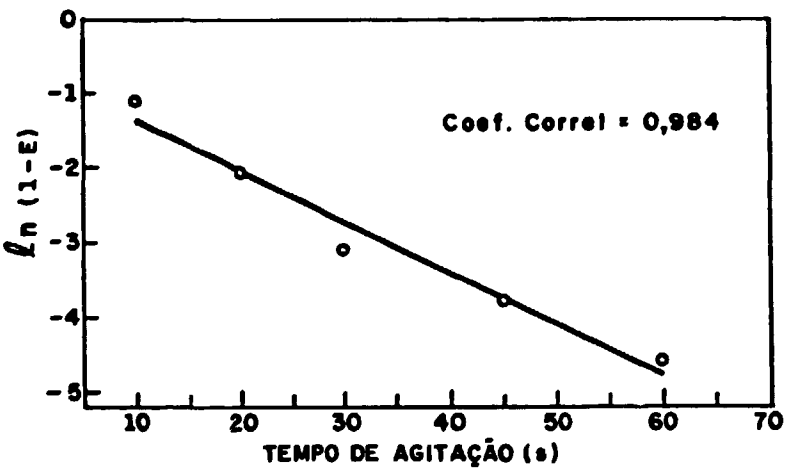


Figura 4.2 - Curva Típica Obtida na Extração de Urânio em Regime de Batelada

Desta forma, para cada relação D/T (fixada a potência de agitação) ou potência aplicada (fixada a relação D/T) era realizado um teste de extração e, a partir dos resultados obtidos, a taxa de extração era determinada de acôrdo com o procedimento acima.

4.2.1 - Efeito da Relação D/T sobre a Taxa de Extração

Na tabela 4.4, estão os resultados dos testes referentes à variação da taxa de extração com a relação D/T. Esta tabela é derivada da tabela D.1 (apêndice D), na qual, se encontram informações adicionais sobre as condições em que foram realizados os referidos testes, bem como, as concentrações de urânio na lixívia e as respectivas eficiências por estágio. Na tabela 4.4, verifica-se que a taxa de extração aumentou com a diminuição da relação D/T num intevalo desta última compreendido entre 2/3 e 1/3. A partir daí, ou seja, para os valores de D/T iguais a 1/4 e 1/6, a taxa de extração passou a diminuir. A explicação para este comportamento adverso, se deve ao fato de que o bombeamento da turbina, que é proporcional a ND^3, diminui com a relação D/T e, desta forma, a circulação da dispersão provocada pelo agitador fica restrita a uma área cada vez menor e próxima do agitador. Como consequência, não ocorre uma dispersão completa no recipiente de mistura, o que compromete a eficiência de extração. No nosso caso, para as relações D/T iguais a 1/4 e 1/6, foi visível frações de solvente ainda sem se misturar nos primeiros segundos de agitação (até 30 segundos).

Tabela 4.4 - Correlação Entre a Taxa de Extração e a Relação D/T na Extração de Urânio em Regime de Batelada.
Câmera de Mistura Número 2.
Potência de Agitação: 515 W/m^3.

Agitador		Relação D/T	Taxa de Extração (min^{-1})
Diâmetro(D) (cm)	Rotação (rpm)		
4	1340	1/6	1,44
6	680	1/4	2,29
8	422	1/3	3,72
12	214	1/2	1,95
16	132	2/3	1,75

Por outro lado, a relação D/T igual a 1/3, além de produzir uma maior taxa de extração, a mesma faz parte de uma configuração padrão para tanques sob agitação. Por isso, foi escolhida para a realização dos testes referentes à determinação do comportamento da taxa de extração em relação à potência de agitação nos regimes de batelada e contínuo e, também, como definitiva para o misturador-decantador ora em estudo.

4.2.2 - Efeito da Potência de Agitação sobre a Taxa de Extração

Na Tabela 4.5, se encontram os resultados dos testes referentes à determinação do comportamento da taxa de extração em relação à potência de agitação por unidade de volume nas

tres câmeras de mistura utilizadas no presente trabalho. Esta tabela resume todos os resultados da taxa de extração versus potência de agitação contidos nas tabelas D.2, D.3 e D.4, as quais, se encontram no apêndice D. Estas últimas encerram os resultados dos testes de extração para cada câmera de mistura e contêm informações adicionais, tais como: condições de mistura, tempos de contatação das fases e as respectivas concentrações de urânio na lixívia e eficiências por estágio.

Ainda sobre a tabela 4.5, verifica-se, na mesma, que a taxa de extração aumenta com a potência de agitação, entretanto, para um mesmo valor desta última, a taxa de extração é independente (não existe uma diferença significativa e sistemática) da escala da câmera de mistura. A curva representada pela figura 4.3, ilustra melhor este comportamento.

Tabela 4.5 - Correlação da Taxa de Extração com a Potência de Agitação em Diferentes Tamanhos da Câmera de Mistura na Extração de Urânio em Regime de Batelada.

Potência de Agitação (W/m^3)	Taxa de Extração (min^{-1})		
	Câmera-1	Câmera-2	Câmera-3
100	0,93	0,87	0,87
150	1,53	1,36	1,47
255	2,45	2,51	2,62
515	4,15	3,72	4,09
750	5,00	5,13	4,75

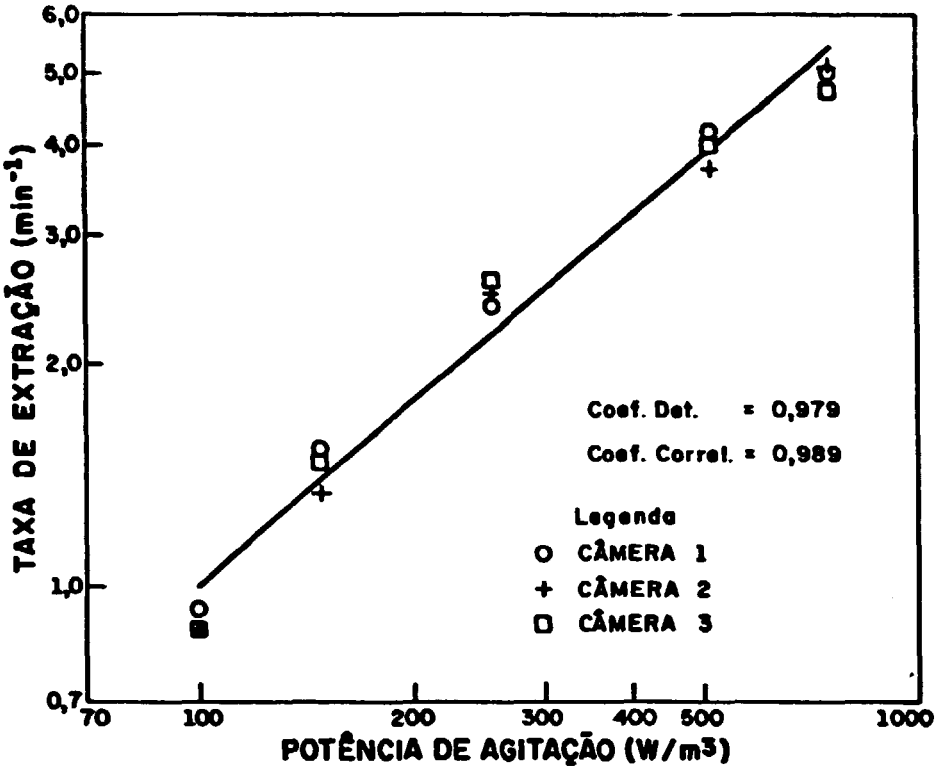


Figura 4.3 - Comportamento da Taxa de Extração em Relação à Potência de Agitação na Extração de Urânio em Regime de Batelada.

Na curva acima, foi feita uma regressão linear com os valores médios da taxa de extração para cada valor de potência de agitação contido na tabela 4.5. O que se observa é uma boa correlação linear, em um gráfico tipo log-log, pelo menos na faixa de potência utilizada (100 - 750 W/m^3). O comportamento da taxa de extração descrito pelos resultados acima está consistente com a literatura [2], a qual, obteve o mesmo comportamento, porém, numa faixa de potência de agitação diferente da utilizada no presente trabalho, ou seja, 2,5-220 HP/1.000 gal (493 - 43.343 W/m^3).

4.3 - Resultados da Extração de Urânio em Regime Contínuo

As tabelas 4.6 e 4.7 contém os resultados de todos os testes referentes ao estudo do comportamento da taxa de

extração em relação a tempo de residência e potência de agitação por unidade de volume. As referidas tabelas foram compostas a partir das tabelas D.5, D.6, D.7, D.8, D.9, D.10 e D.11, as quais, se encontram no apêndice D e encerram as condições e resultados de cada teste de extração realizado.

Tabela 4.6 - Dependência da Taxa de Extração em Relação ao Tempo de Residência e Potência de Agitação.
Câmera de Mistura Número 1 - Relação D/T: 1/3.

Tempo de Residência (seg)	Taxa de Extração (min^{-1})				
	100 W/m^3	150 W/m^3	255 W/m^3	515 W/m^3	750 W/m^3
30	0,89	1,28	1,62	3,20	4,05
60	0,77	1,14	2,01	3,06	4,63
90	0,94	1,48	2,38	3,20	4,05
120	0,68	1,10	1,82	3,24	5,45
180	0,68	1,21	1,89	3,63	4,66
Média	0,79±0,12	1,24±0,15	1,98±0,24	3,27±0,20	4,57±0,55

Tabela 4.7 - Dependência da Taxa de Extração em Relação ao Tempo de Residência e Potência de Agitação.
Câmera de Mistura Número 2 - Relação D/T: 1/3.

Tempo de Residência (seg)	Taxa de Extração (min^{-1})				
	100 W/m^3	150 W/m^3	255 W/m^3	515 W/m^3	750 W/m^3
180	0,82	1,17	2,08	3,53	4,51
240	0,70	1,42	2,24	3,50	4,71
Média	0,76	1,30	2,16	3,52	4,61

4.3.1 - Influência do Tempo de Residência na Taxa de Extração

De acôrdo com a equação 3.2, a taxa de extração, Ka, é independente do tempo de residência. Da análise dos dados obtidos com a câmera de mistura número 1 (tabela 4.6), verifica-se que, para cada valor da potência de agitação por unidade de volume, não houve uma variação muito significativa nos valores da taxa de extração para tempos de residência compreendidos numa faixa de 30 a 180 segundos.

Por outro lado, a eficiência por estágio variou com o tempo de residência de acôrdo com as curvas representadas na figura 4.4. O comportamento destas curvas se assemelha ao obtido pela literatura [2], a qual, utilizou tempos de residência variando de 10 a 300 segundos.

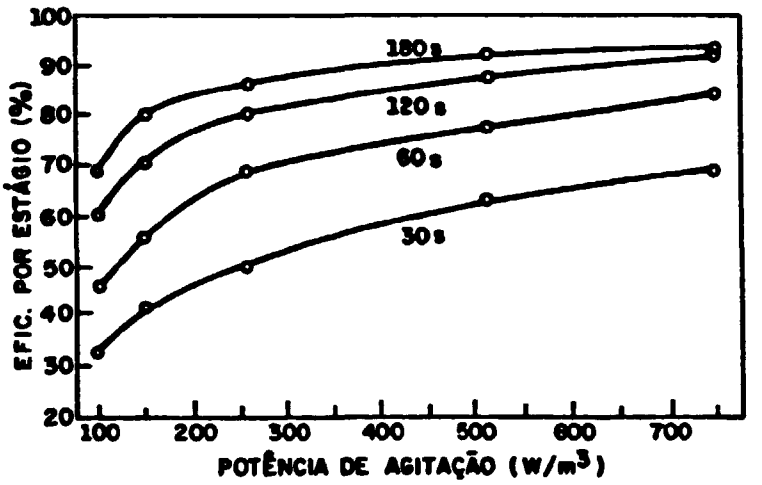


Figura 4.4 - Variação da Eficiência por Estágio com a Potência de Agitação em Tempos de Residência Compreendidos entre 30 e 180 segundos.

4.3.2 - Influência da Potência de Agitação na Taxa de Extração

A análise dos dados contidos nas tabelas 4.6 e 4.7 evidenciam que a taxa de extração, como aconteceu na extração em regime de batelada, aumenta com a potência de agitação por unidade de volume. Já na tabela 4.8, além de se verificar este comportamento, fica evidente que, para cada valor de potência de agitação, a taxa de extração independe da escala da câmera de mistura. Nesta tabela, cada valor da taxa de extração, é a média (para cada potência de agitação) dos valores contidos nas tabelas 4.6 e 4.7.

Tabela 4.8 - Correlação da Taxa de Extração com a Potência de Agitação em Dois Diferentes Tamanhos da Câmera de Mistura na Extração de Urânio em Regime Contínuo.

Potência de Agitação (W/m^3)	Taxa de Extração (min^{-1})	
	Câmera - 1	Câmera - 2
100	0,79	0,76
150	1,24	1,30
255	1,98	2,16
515	3,27	3,52
750	4,57	4,61

A curva representada pela figura 4.5 foi traçada de acôrdo com a tabela 4.8. Nesta curva, o ajuste linear foi feito com os valores médios da taxa de extração para cada valor de potência de agitação. A figura 4.5 ilustra claramente, como

ocorreu na extração em regime de batelada, uma boa correlação linear (em um gráfico tipo log-log) entre a taxa de extração e a potência de agitação, pelo menos, na faixa de potência de 100 a 750 W/m^3.

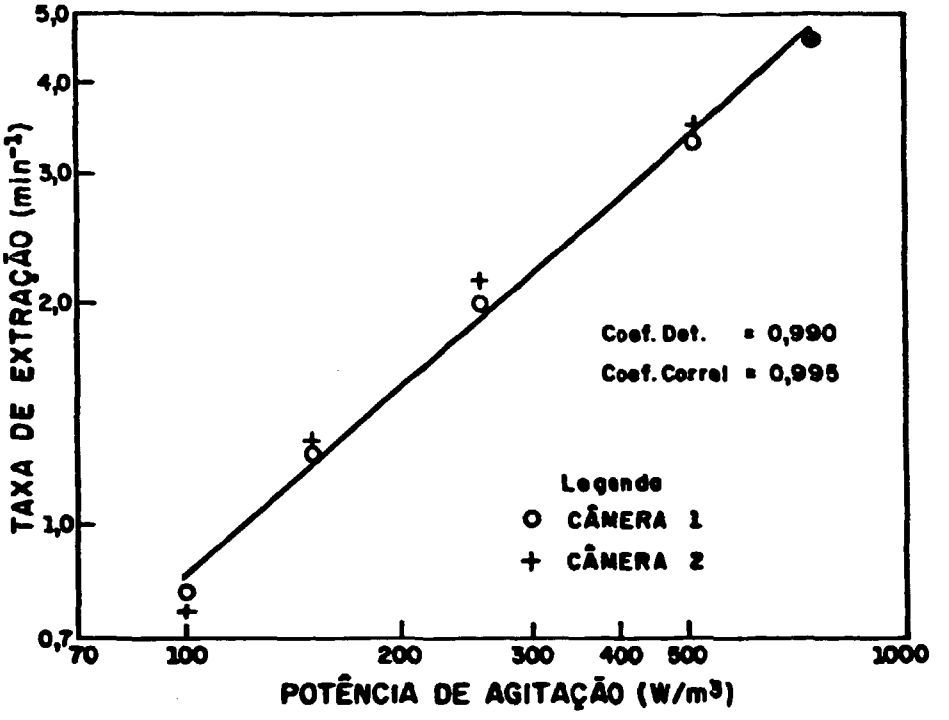


Figura 4.5 - Comportamento da Taxa de Extração em Relação à Potência de Agitação na Extração de Urânio em Regime Contínuo

4.4 - Comparação dos Resultados da Extração de Urânio nos Regimes de Batelada e Contínuo

As curvas "a" e "b" da figura 4.6 são as retas contidas nas figuras 4.3 e 4.5 respectivamente. A análise da figura 4.6 revela que os valores da taxa de extração para o regime de batelada são consistentemente maiores ao serem comparados com aqueles obtidos na extração em regime contínuo.

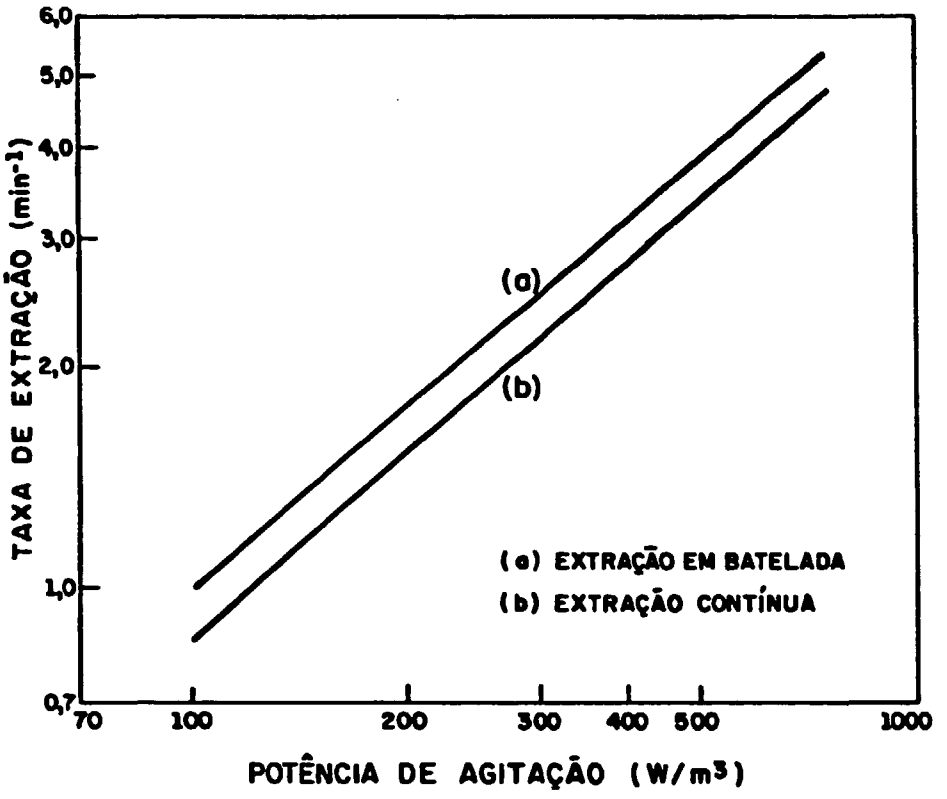


Figura 4.6 - Variação da Taxa de Extração com a Potência de Agitação nas Extrações de Urânio em Regimes de Batelada e Contínuo

Entretanto considerando que foram obtidas dispersões uniformes e mesma área interfacial nas misturas em regime de batelada e contínuo, a taxa de extração deveria ser a mesma para uma dada potência de agitação por unidade de volume. Esta discrepância também ocorreu nos trabalhos desenvolvidos por A. D. Ryon e colaboradores [2]. Segundo a referida literatura, a causa mais provável desta discrepância seria o método de amostragem e diferenças na área interfacial entre as misturas nos regimes de batelada e contínuo. O método de amostragem na extração em regime contínuo foi selecionado por ser aquele que evita a extração de urânio durante a separação de fases, o que implicaria na obtenção de valores da taxa de extração não

representativos das condições reais da mistura. Quanto à área interfacial, seria necessário a sua determinação nas misturas em regimes de batelada e contínuo e, a partir da comparação dos resultados, obter-se uma explicação para a menor taxa de extração na mistura líquida em regime contínuo.

Por outro lado, a inclinação da curva taxa de extração versus potência por unidade de volume, obtida na extração em regime de batelada (figura 4.6 - curva a), é virtualmente a mesma em relação à extração em regime contínuo, evidenciando a mesma dependência da taxa de extração em relação à potência de agitação e independência em relação ao tamanho da câmera de mistura. Desta forma, o uso da técnica de mistura líquida em regime de batelada é recomendada para se investigar um novo sistema em virtude de sua relativa simplicidade.

4.5 - Análise do Desempenho do Decantador em Operação na Usina Piloto

Os resultados dos testes com o decantador da usina piloto estão na tabela 4.9. A análise dos dados revela altas eficiências por estágio (96-99%) em todas as condições de operação testadas, não havendo uma diferença significativa entre os valores obtidos nas condições da usina piloto e otimizadas "a" e "b". Entretanto, é importante salientar que nas condições "a" e "b", os valores da potência aplicada foram bem menores (515 e 750 W/m^3) em relação à condição da usina piloto (862 W/m^3). Isto comprova que o uso de chicanas promove uma melhor eficiência de mistura em relação a sistemas que operam com vórtice (é o caso da condição de operação da usina piloto). O vórtice, por sua vez, além de introduzir ar na

mistura, o que é indesejável na extração liquido-liquido, diminui a eficiência da energia aplicada na agitação.

Tabela 4.9 - Resultados dos testes realizados com o misturador-Decantador em Operação na Usina Piloto.
Lixívia: 16,3 ± 0,1 ppm; No Equil.: 8,5 ± 0,1 ppm.

Condição de Operação	Conc.de Urânio na Lixívia (ppm U)	Eficiência por Estágio (%)
Usina Piloto	8,8 ± 0,1	96,2
Otimizada:		
a	8,7 ± 0,2	97,4
b	8,6 ± 0,1	98,7

Por outro lado, o decantador em estudo apresentou uma resposta bastante satisfatória, quanto a eficiência por estágio, em relação à todas condições testadas. No projeto da usina piloto do DEN-UFPE, este decantador foi dimensionado a partir do modelo semi-piloto, de mesma geometria e com um volume cêrca de 18 vezes menor. O fluxo da fase dispersa por área (horizontal) do decantador para os dois modelos citados é de aproximadamente 124 $\ell/h.m^2$. Entretanto, como não foi verificada uma banda de dispersão ao longo de tôda extensão do decantador nas condições de operação da usina piloto (ver tabela 3.3), não se pode sugerir o "scale-up" do decantador com base unicamente no resultado de fluxo por unidade de área acima. Isto resultaria em um modelo super-dimensionado (como o

da usina piloto) para as condições do processo de extração e aquelas fixadas para a câmera de mistura no presente trabalho. O que se pode concluir é apenas que este valor é muito pequeno para se obter no decantador uma banda de dispersão tipo "deep-layer" (banda larga). Para que isto ocorra, seria necessário trabalhar-se com vazões bem mais altas que aquelas utilizadas em todos os testes com o decantador. Entretanto, como já foi mencionado anteriormente, isto poderia provocar o afastamento das condições do processo de extração e daquelas fixadas para a câmera de mistura no presente trabalho. Um procedimento mais seguro seria a realização dos testes de "scale-up" com decantadores que sejam, em relação ao modelo da usina piloto, mais curtos e fundos (tipo "deep-layer"), de modo a obtér-se espessuras da banda de dispersão dentro do intevalo normalmente utilizado nos decantadores industriais (15 - 100 cm).

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

- Os resultados obtidos no estudo de "scale-up" da câmera de mistura comprovaram que o método de "scale-up" em misturadores-decantadores desenvolvido no Oak Ridge National Laboratory também pode ser aplicado à câmera de mistura tipo caixa e ao processo de extração de urânio desenvolvido no Departamento de Energia Nuclear - UFPE. Portanto, a partir desses resultados, é perfeitamente possível se projetar, em escala industrial, a câmera de mistura do misturador-decantador da usina piloto.

- Quanto ao decantador, não foi possível a aplicação do método citado acima, tendo em vista que, em todos os testes, não foi verificada banda de dispersão ao longo de tôda a extenção do decantador. Portanto, como sugerido no capítulo anterior, seria necessário a realização dos testes de "scale-up" em decantadores tipo caixa que não sejam super-dimensionados, como o da usina piloto, de modo a obter-se bandas de dispersão do tipo "deep-layer" (banda larga). Só assim, seria possível a determinação das relações de "scale-up" do decantador de acôrdo com o método adotado no presente trabalho.

BIBLIOGRAFIA

1 - Saad, S., Aspectos Econômicos do Aproveitamento do Urânio Associado aos Fosfatos do Nordeste, R. de Janeiro, CNEN, 1974.

2 - Ryon, A.D. et all, Design and Scale-Up of Mixer-Settler for the DAPEX Solvent Extraction Process, Tennesse-U.S.A, Oak Ridge National Laboratory, ORNL-2951, 1960.

3 - Clegg, J.W. e Foley, D.D., Uranium Ore Processing, Massachusetts - U.S.A., Addison-Wesley Publishing Company, p. 237-271, 1958.

4 - Hurst, F.J., Solvent Extraction of Uranium from Wet-Process PhosPhoric Acid, Tennesse-U.S.A., Oak Ridge National Laboratory, 1969.

5 - Almeida, M.G., Estudo para o Aproveitamento do Urânio como Sub-Produto da Fosforita do Nordeste Brasileiro, S. Paulo, Dissertação de Mestrado, Instituto de Química - USP, 1960.

6 - MacCready, W.L. e Hurst, F.J., Uranium Extraction from Florida PhosPhates, Florida-U.S.A., Department of Nuclear Engineering - University of Florida, 1981.

7 - Merritt, R.C., The Extractive Metallurgy of Uranium, Colorado-U.S.A, Colorado School of Mines Research Institute, p. 182-285, 1980.

8 - Ritcey, G.M. e Ashbrook, A.W., Solvent Extraction - Principles and Aplication to Process Metallurgy, Ottawa-U.S.A. Dept. Energy, Mines and Resources - Eldorado Nuclear, Research and Development Div, Vol.2, p.43-133, 1979.

9 - Davidson, J.K, Theory of the Pump-Mix Mixer - Setter, New York-U.S.A., The United States Atomic Energy Commission, KAPL-130, 1949.

10 - Colven Jr., T. J., Mixer - Setler Development - Operating Characteristics of a Large-Scale Mixer-Settler, The United States Atomic Energy Comission, DP-140, 1956.

11 - Vassalo, G., A Technical Review of Liquid/Liquid and Solid/Liquid Separation Equipment in the Field of Nuclear-Fuel Reprocessing, Luxembourg, Commission of the European Communities, p. 189-253, 1980.

12 - Santana, A.O, et all, Recovery of Uranium from Wet Process by the Chloridic Leaching of Phosphate Rocks, Heidelberg-R.F.A, Hüthig Publikation, Chemiker-Zeitung - 108, Nº 3, p. 114-116, 1984.

13 - Santana, A.O. et all, The Recovery of Uranium from Chloridric Leach of Phosphate Rocks in Continuous Process, S. Paulo, IV Japan-Brazil Symposium on Science and Technology, vol. IV, p. 70-75, 1984.

14 - Dantas, C.C. et all, Recuperação de Urânio em Escala Piloto, Rio de Janeiro, III Congresso Brasileiro de Energia, vol. 5/5, p. 2058-2066, 1984.

15 - Santana, A.O. et all, Extração com Solvente de Urânio por meio de Misturadores-Decantadores em Escala Piloto, Rio de Janeiro, XVI Congresso Latino-Americano de Química, vol. 2, p. 582, 1984.

16 - Santos, F.S.M. et all, Estudo dos Parâmetros da Precipitação de Ferro e Urânio, São Paulo, 36ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira para o Progresso da Ciência, 1984.

17 - Barnea, E., Liquid - Liquid Contacting - Art or Science? Part II. Design Methods for Mixer - Settlers, Hidrometallurgy, 5, p. 127-147, 1980.

18 - Mizrahi, E. et all, The Development of Efficient Industrial Mixer-Settlers, ISEC-74, Vol.1, p. 141-168, 1974.

19 - Heuven, J.W. e Beek, W.J, Power Input, Drop Size and Minimum Stirrer Speed for Liquid - Liquid Dispersions in Stirred Vessels, ISEC-71, vol. 1, p. 70-81, 1971.

20 - Treybal, R. E., Liquid Extraction, New York - U.S.A., Mc-Graw-Hill Book Company, p. 463-539, 1951.

21 - Holland, F. A., Scale-Up of Liquid-Mixing Systems, Chemical Engineering , p. 179-184, Setembro de 1962.

22 - Oldshue, J. Y., Current Trends in Mixer Scale-Up Techniques, Chemical Engineering: Concepts and Review, Gordon and Breach Science Publishers, Vol. 1, Cap. 9, p. 309-343, 1985.

23 - Perry, R. H. e Chilton, C. H., Manual de Engenharia Química, Rio de Janeiro, Tradução: Horácio Macedo, Editora Guanabara Dois, 5ª Edição, Cap. 19, p. 3-10, 1980.

APENDICE A

DEDUÇÃO DA EQUAÇÃO DA TAXA DE EXTRAÇÃO

De acôrdo com o que foi exposto no capítulo 3 (item 3.2), a reação química referente à extração de urânio é reversível e de primeira ordem em ambas direções com relação à concentração de urânio na fase aquosa. Assim sendo, para a extração em regime de batelada, a equação da velocidade de reação pode ser expressa como:

$$- R \frac{dC}{dt} = A [K_1 C - K_{-1}(C_o - C)] \quad , \qquad (A.1)$$

onde: "R" é o volume da fase aquosa na câmera de mistura, "C", a concentração de urânio na fase aquosa após o tempo "t" de contactação das fases, "C_o", a concentração de urânio inicial na fase aquosa, "A", a área interfacial e K_1 e K_{-1} são as constantes de velocidade da reação nos dois sentidos. No equilíbrio, tem-se:

$$C = C_{eq} \qquad (A.2)$$

$$\frac{dC_{eq}}{dt} = 0 \quad , \qquad (A.3)$$

onde: "C_{eq}" é a concentração de urânio na fase aquosa no equilíbrio. Logo, como consequência:

$$K_1 C_{eq} - K_{-1}(C_o - C_{eq}) = 0 \qquad (A.4)$$

Da equação anterior, obtem-se a seguinte expressão para o têrmo C_o:

$$C_o = \frac{C_{eq} (K_1 + K_{-1})}{K_{-1}} \qquad (A.5)$$

Substituindo-se a equação A.5 na equação A.1 e reagrupando-se os têrmos, tem-se:

$$- \frac{dC}{(C - C_{eq})} = \frac{A}{R} (K_1 + K_{-1}) \, dt \qquad (A.6)$$

A integração da equação A.6 deve ser feita, observando-se que quando $t = 0$, $C = C_o$ e portanto:

$$- \int_{C_o}^{C} \frac{dC}{(C - C_{eq})} = \frac{A}{R} (K_1 + K_{-1}) \int_0^t dt \qquad (A.7)$$

Resolvendo-se as integrais em ambos membros da equação acima, obtem-se:

$$- \ln \left(\frac{C - C_{eq}}{C_o - C_{eq}} \right) = \frac{A}{R} (K_1 + K_{-1}) \, t \qquad (A.8)$$

Fazendo-se $K = K_1 + K_{-1}$ e substituindo-se A por aV na equação A.8, é obtida a seguinte expressão:

$$- \ln \left(\frac{C - C_{eq}}{C_o - C_{eq}} \right) = \frac{KaVt}{R} \, , \qquad (A.9)$$

onde: "a" é a área interfacial por unidade de volume de dispersão e "V", o volume da câmera de mistura. Isolando-se, agora, o têrmo Ka na equação A.9, tem-se:

$$Ka = - \ln \left(\frac{C - C_{eq}}{C_o - C_{eq}} \right) \frac{R}{V} \frac{1}{t} \qquad (A.10)$$

Entretanto, a efciência por estágio (E) é dada por:

$$E = \frac{C_o - C}{C_o - C_{eq}} \qquad (A.11)$$

e por conseguinte, $$1 - E = \frac{C - C_{eq}}{C_o - C_{eq}} \qquad (A.12)$$

Substituindo-se a equação A.12 na equação A.10, finalmente é obtida a equação:

$$Ka = - \ln (1 - E) \frac{R}{V} \frac{1}{t} \qquad (A.13)$$

APÊNDICE B

MOVIMENTO DE ROTAÇÃO DE UM CORPO SÓLIDO

Em um sistema de agitação líquida, a potência transmitida pelo agitador ao meio líquido, a uma determinada rotação, é igual a potência absorvida pelo referido meio. Esta potência é determinada em função do torque aplicado ao agitador. O torque, por sua vez, é determinado pela teoria do movimento de rotação de um corpo sólido. Segundo esta teoria, a rotação de um corpo sólido em tôrno de um eixo fixo ocorre quando a este corpo se aplica um conjugado. Se o corpo é verdadeiramente rígido, isto é, as partículas que o constituem possuem uma relação espacial fixa entre si, pode-se afirmar que o conjugado aplicado a uma de suas partículas atua sobre o corpo como um todo. Deste modo, o movimento de um corpo rígido em tôrno de um eixo fixo pode ser descrito pelo movimento de um simples ponto fixo no corpo. Na figura B.1, observa-se que no tempo "dt", o ponto "P", pertencente ao corpo rígido, percorre uma distância "ds" ao longo de uma trajetória circular de raio "r" quando o corpo gira através de um ângulo "dθ".

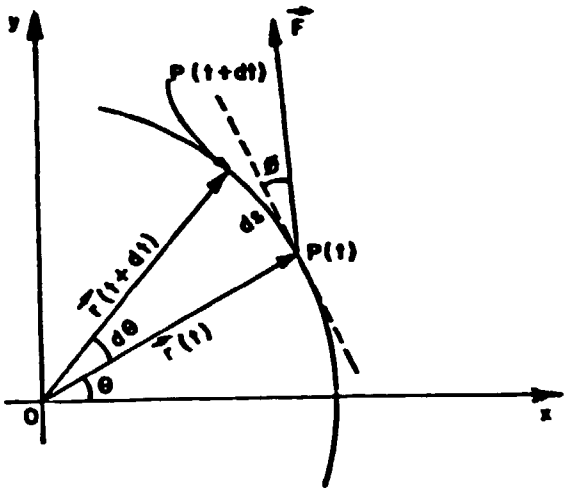


Figura B.1 - Movimento de rotação de um corpo rígido descrito pelo deslocamento de uma partícula representada pelo ponto P.

O trabalho realizado pela fôrça "$\vec{F}$" durante esta pequena rotação é:

$$dW = \vec{F}.\vec{ds} = F\ Cos\phi\ ds\ , \qquad (B.1)$$

onde F Cosϕ é a componente de "$\vec{F}$" na direção de "$\vec{ds}$".

Mas, ds = r dθ, logo:

$$dW = F\ Cos\phi\ r\ d\theta \qquad (B.2)$$

O têrmo F Cosϕ r é a intensidade do conjugado (τ) instantâneo exercido por "$\vec{F}$" sobre o corpo rígido em relação ao eixo perpendicular à página e que passa por "O", de modo que:

$$dW = \tau\ d\theta \qquad (B.3)$$

Dividindo-se ambos os lados da equação B.3 pelo tempo infinitesimal "dt", finalmente obtem-se:

$$\frac{dW}{dt} = \tau \frac{d\theta}{dt} \text{ , ou seja,} \qquad (B.4)$$

$$P = \tau \omega \text{ ,} \qquad (B.5)$$

onde: "P" é a potência instantânea e "ω", a velocidade angular do corpo rígido.

Na Nossa experiência, o corpo rígido é o cilindro de alumínio (carretel de alumínio) que se encontra no arranjo experimental representado pela figura 3.6 (item 3.4.1). O movimento de rotação do cilindro neste arranjo experimental está ilustrado na figura abaixo.

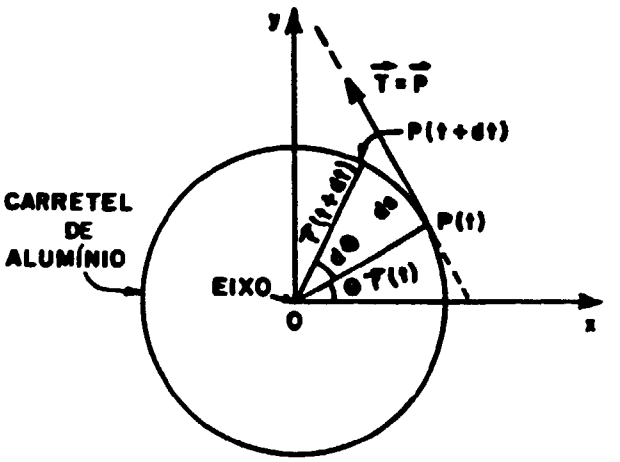


Figura B.2 - Movimento de rotação do carretel de alumínio representado pelo deslocamento do ponto P em tórno do eixo perpendicular ao plano da figura.

A tração "$\vec{T}$" no fio de nylon é tangencial à superfície lateral do cilindro e é igual ao peso "$\vec{P}'$" (do recipiente B da figura 3.6) quando a rotação medida no eixo se torna constante. Nestas condições, o trabalho realizado pela tração "$\vec{T}$" durante o pequeno deslocamento do ponto "P" é dado por:

$$dW = \vec{T}.d\vec{s} = T\ Cos\phi\ ds = T\ ds = P'ds \qquad (B.6)$$

Mas, como $ds = r\ d\theta$, logo:

$$dW = P'r\ d\theta \qquad (B.7)$$

O têrmo "P' r" é a intensidade do conjugado (τ) instantâneo aplicado no cilindro em relação ao seu eixo, que na figura acima, passa por "O" e é perpendicular à página.

Quando a rotação, além de se manter constante, for igual àquela fixada com a câmera de mistura cheia (item 3.4.1), o torque "τ" no cilindro é igual ao conjugado resistente exercido sobre o agitador pelo meio líquido na situação em que a câmera de mistura se encontra cheia.

O trabalho, agora, é expresso de acôrdo com a seguinte equação:

$$dW = \tau\ d\theta\ , \qquad (B.8)$$

que é a equação B.3. A partir daí, o desenvolvimento matemático para se chegar à fórmula final da poténcia, é o mesmo realizado anteriormente, ou seja, da equação B.3 a B.5.

APÊNDICE C

METODO DE DETERMINAÇÃO DE URANIO

C.1 - Descrição do Método

As análises de Urânio foram realizadas através de um método espectrofotométrico que utiliza, como extrator, o óxido tri-n-octilfosfina (TOPO). Os elementos interferentes presentes na solução de abertura ou lixiviação do minério são mascarados pela adição de titriplex-IV, fluoreto de sódio, e ácido sulfosalicílico. O complexante de cor é o 4(piridil)-(2)azo-resorcinol (PAR) a um pH igual a 8,0. O método é descrito como se segue:

- Medir uma determinada alíquota (20 - 25 ml) da solução de abertura ou da lixiviação do minério em frasco plástico de 100 ml e adicionar 10 ml da solução de fluoreto de sódio - 2%.

- Adicionar 5ml da solução extratora (TOPO - 0,1M em ciclohexano) e agitar por 15 minutos.

- Tomar 2 ml da fase orgânica e transferir para balão de 25 ml.

- Adicionar 1 ml da solução complexante e agitar por 3 minutos.

- Esperar cerca de 10 minutos, adicionar 4 ml da solução complexante de cor (PAR-1.000 ppm em alcool etílico) e agitar por 3 minutos.

- Deixar em repouso por 10 minutos, adicionar 1 ml da solução tampão e agitar por 3 minutos.

- Esperar por um período de 10 minutos e adicionar 16 ml de alcool etílico, aferindo posteriomente o volume com água desmineralizada.

- Deixar em repouso por 20 minutos e medir a absorvância, a 530 mμ, em um espectrofotômetro de absorção molecular.

C.2 - Reagentes*

Ácido Nítrico Concentrado

Etanol Absoluto

Titriplex-IV

Fluoreto de Sódio

Ácido Sulfosalicílico

Hidróxido de Sódio

Padrões de U_3O_8

Trietanolamina

Ácido Perclórico

Óxido de Tri-n-octil Fosfina (TOPO)

Ciclohexano

4(piridil)-(2)azo-resorcinol (PAR)

(*) Todos os reagentes são do tipo P.A. MERCK.

C.3 - Vidraria de Laboratório

Becker

Pipetas Eppendorf

Pipetas Graduadas e Volumétricas

Provetas

Buretas Graduadas

Balões Volumétricos

Funis de Decantação

Tubos de Ensaios

C.4 - Equipamentos

Espectrofotômetro de Absorção Molecular - PYE-UNICAM SP-30

Medidor de pH - METROHM-E350B

Balança Analítica - SAUTER

Estufa - FANEM

Mufla - LAVOISIER

Agitadores Magnéticos

Agitador de Bandeja

APÊNDICE D

TABELAS

Nas tabelas D.1, D.2, D.3 e D.4, se encontram as condições e resultados dos testes de extração de urânio realizados em regime de batelada nas câmeras de mistura de números 1, 2 e 3. A tabela D.1 se refere aos testes feitos com a variação da relação D/T, mantendo-se a potência de agitação constante e igual a 515 W/m^3. Já as tabelas D.2, D.3 e D.4 se referem aos testes realizados com a variação da potência de agitação, fixando-se a relação D/T em 1/3.

Quanto às tabelas D.5, D.6, D.7, D.8, D.9, D.10 e D.11, as mesmas dizem respeito aos testes de extração em regime contínuo realizados nas câmeras de mistura de números 1 e 2, onde variou-se o tempo de residência e a potência de Agitação.

Tabela D.1 - Condições e Resultados dos Testes de Extração Realizados com a Variação da Relação D/T.
Câmera de Mistura Número 2.
Potência de Agitação: 515 W/m^3.
Lixívia: 16,3 ± 0,1 ppm U; No Equilíbrio: 7,5 ± 0,1 ppm U.

Agitador		Relação (D/T)	Tempo de Agitação (s)	Urânio na Lixívia (ppm U)	Efic. (E)	ln(1-E)	Taxa de Extração (min^{-1})
Diâmetro (cm)	Rotação (rpm)						
4	1340	1/6	10	11,6	0,534	-0,7636	1,44
			20	10,2	0,693	-1,1809	
			30	9,5	0,773	-1,4828	
			45	9,1	0,818	-1,7037	
			60	8,5	0,886	-2,1716	
			90	8,3	0,909	-2,3969	
6	680	1/4	10	11,2	0,580	-0,8675	2,29
			20	9,4	0,784	-1,5325	
			30	8,6	0,875	-2,0794	
			45	8,3	0,909	-2,3969	
			60	7,9	0,955	-3,1011	
			90	7,9	0,955	-3,1011	
8	422	1/3	10	10,4	0,670	-1,1087	3,72
			20	8,6	0,875	-2,0794	
			30	7,9	0,955	-3,1011	
			45	7,7	0,977	-3,7723	
			60	7,6	0,990	-4,6052	
			90	7,6	0,990	-4,6052	
12	214	1/2	10	11,4	0,557	-0,8142	1,95
			20	9,9	0,727	-1,2983	
			30	9,0	0,830	-1,7720	
			45	8,6	0,875	-2,0794	
			60	8,1	0,932	-2,6882	
			90	7,9	0,955	-3,1011	
16	132	2/3	10	12,4	0,443	-0,5852	1,75
			20	11,1	0,591	-0,8940	
			30	9,8	0,739	-1,3432	
			45	9,0	0,830	-1,7720	
			60	8,5	0,886	-2,1716	
			90	8,4	0,898	-2,2828	

Tabela D.2 - Condições e Resultados dos Testes de Extração Realizados com a Variação da Potência de Agitação.
Câmera de Mistura Número 1.
Relação D/T: 1/3.
Lixívia: 16,3 ± 0,1 ppm U; No Equilíbrio: 7,5 ± 0,1 ppm U.

Veloc. de Agitação (rpm)	Pot. de Agitação (W/m^3)	Tempo de Agitação (s)	Urânio na Lixívia (ppm U)	Efic. (E)	1-E	ln(1-E)	Taxa de Extração (min^{-1})
		10	13,0	0,375	0,625	-0,4700	
		20	11,1	0,591	0,409	-0,8940	
		30	10,0	0,614	0,386	-0,9519	
388	100	40	10,4	0,670	0,330	-1,1087	0,93
		50	9,8	0,739	0,261	-1,3432	
		60	9,6	0,761	0,239	-1,4313	
		90	8,8	0,852	0,148	-1,9105	
		10	12,2	0,466	0,534	-0,6274	
		20	10,7	0,636	0,364	-1,0106	
		30	10,1	0,705	0,295	-1,2208	
444	150	40	9,3	0,795	0,205	-1,5847	1,53
		50	8,7	0,864	0,136	-1,9951	
		60	8,5	0,886	0,114	-2,1716	
		90	8,0	0,943	0,057	-2,8647	
		10	11,8	0,511	0,489	-0,7154	
		20	10,3	0,682	0,318	-1,1457	
		30	9,2	0,807	0,193	-1,6451	
530	255	40	8,7	0,864	0,136	-1,9951	2,45
		50	8,3	0,909	0,091	-2,3969	
		60	7,9	0,954	0,046	-3,0791	
		90	7,7	0,977	0,023	-3,7723	
		10	11,5	0,545	0,455	-0,7875	
		20	9,7	0,750	0,250	-1,3863	
		30	8,3	0,909	0,091	-2,3969	
670	515	40	8,0	0,943	0,057	-2,8647	4,15
		50	7,7	0,977	0,023	-3,7723	
		60	7,6	0,990	0,010	-4,6052	
		90	7,6	0,990	0,010	-4,6052	
		10	11,3	0,568	0,432	-0,8393	
		20	9,0	0,830	0,170	-1,7720	
		30	8,4	0,898	0,102	-2,2828	
760	750	40	7,8	0,966	0,034	-3,3814	5,00
		50	7,6	0,990	0,010	-4,6052	
		60	7,6	0,990	0,010	-4,6052	
		90	7,6	0,990	0,010	-4,6052	

Tabela D.3 - Condições e Resultados dos Testes de Extração Realizados com a Variação da Potência de Agitação.
Câmera de Mistura Número 2.
Relação D/T: 1/3.
Lixívia: 16,3 ± 0,1 ppm U; No Equilíbrio: 7,5 ± 0,1 ppm U.

Veloc. de Agitação (rpm)	Pot. de Agitação (W/m^3)	Tempo de Agitação (s)	Urânio na Lixívia (ppm U)	Efic. (E)	1-E	ln(1-E)	Taxa de Extração (min^{-1})
		10	15,6	0,080	0,920	-0,0834	
		20	14,1	0,250	0,750	-0,2877	
		30	13,6	0,307	0,693	-0,3667	
244	100	40	12,8	0,398	0,602	-0,5075	0,87
		50	11,6	0,534	0,466	-0,7636	
		60	11,1	0,591	0,409	-0,8940	
		90	9,8	0,739	0,261	-1,3432	
		10	14,9	0,159	0,841	-0,1732	
		20	13,9	0,273	0,727	-0,3188	
		30	12,1	0,477	0,523	-0,6482	
280	150	40	11,4	0,557	0,443	-0,8142	1,36
		50	10,4	0,670	0,330	-1,1087	
		60	9,8	0,739	0,261	-1,3432	
		90	8,5	0,886	0,114	-2,1715	
		10	11,9	0,500	0,500	-0,6932	
		20	10,3	0,682	0,318	-1,1457	
334	255	30	9,7	0,750	0,250	-1,3863	2,51
		45	8,2	0,920	0,080	-2,5257	
		60	8,0	0,943	0,057	-2,8647	
		90	-	-	-	-	
		10	10,4	0,670	0,330	-1,1087	
		20	8,6	0,875	0,125	-2,0794	
422	515	30	7,9	0,955	0,045	-3,1011	3,72
		45	7,7	0,977	0,023	-3,7723	
		60	7,6	0,990	0,010	-4,6052	
		90	7,6	0,990	0,010	-4,6052	
		10	9,7	0,750	0,250	-1,3863	
		20	8,5	0,886	0,114	-2,1716	
478	750	30	7,8	0,966	0,034	-3,3814	5,13
		45	7,6	0,990	0,010	-4,6052	
		60	7,6	0,990	0,010	-4,6052	
		90	7,7	0,977	0,023	-3,7723	

Tabela D.4 - Condições e Resultados dos Testes de Extração Realizados com a Variação da Potência de Agitação.
Câmera de Mistura Número 3.
Relação D/T: 1/3.
Lixívia: 16,3 ± 0,1 ppm U; No Equilíbrio: 7,5 ± 0,1 ppm U.

Veloc. de Agitação (rpm)	Pot. de Agitação (W/m^3)	Tempo de Agitação (s)	Urânio na Lixívia (ppm U)	Efic. (E)	1-E	ln(1-E)	Taxa de Extração (min^{-1})
		10	16,0	0,034	0,966	-0,0346	
		20	14,1	0,250	0,750	-0,2877	
		30	13,5	0,318	0,682	-0,3827	
154	100	40	12,4	0,443	0,557	-0,5852	0,87
		50	11,8	0,511	0,489	-0,7154	
		60	11,3	0,568	0,432	-0,8393	
		90	9,8	0,739	0,261	-1,3432	
		10	14,1	0,250	0,750	-0,2877	
		20	13,1	0,364	0,636	-0,4526	
		30	11,2	0,580	0,420	-0,8675	
176	150	40	11,0	0,602	0,398	-0,9213	1,47
		50	9,3	0,795	0,205	-1,5847	
		60	9,2	0,807	0,193	-1,6451	
		90	8,3	0,909	0,091	-2,3969	
		10	12,3	0,454	0,546	-0,6051	
		20	10,3	0,682	0,318	-1,1457	
		30	8,6	0,875	0,125	-2,0794	
210	255	40	8,5	0,886	0,114	-2,1716	2,62
		50	8,1	0,932	0,068	-2,6882	
		60	7,9	0,955	0,045	-3,1011	
		90	7,6	0,990	0,010	-4,6052	
		10	11,4	0,557	0,443	-0,8142	
		20	9,2	0,807	0,193	-1,6451	
266	515	30	8,8	0,852	0,148	-1,9105	4,09
		45	7,8	0,966	0,034	-3,3814	
		60	7,6	0,990	0,010	-4,6052	
		90	7,6	0,990	0,010	-4,6052	
		10	10,1	0,705	0,295	-1,2208	
		20	8,9	0,841	0,159	-1,8389	
		30	7,9	0,955	0,045	-3,1011	
302	750	40	7,7	0,977	0,023	-3,7723	4,75
		50	7,6	0,990	0,010	-4,6052	
		60	7,6	0,990	0,010	-4,6052	
		90	7,6	0,990	0,010	-4,6052	

Tabela D.5 - Condições e Resultados do Teste de Extração Realizado com o Tempo de Residência de 30 segundos.
Câmera de Mistura Número 1 - Relação D/T: 1/3.
Lixívia: 16,3 ± 0,1 ppm U; No Equilíbrio: 8,6 ± 0,1 ppm U.

Veloc. de Agitação (rpm)	Pot. de Agitação (W/m^3)	Concentração de Urânio na Lixívia Exaurida (ppm U)		Eficiência por por Estágio(%)		Taxa de Extração (min^{-1})
		Amostras do Efluente	Amostras do filtro teflon	(a)	(b)	
0	0	11,0	14,4	-	-	-
388	100	9,9	12,5	45,8	32,8	0,89
444	150	9,6	12,0	58,3	41,4	1,28
530	255	9,4	11,5	66,7	50,0	1,82
670	515	9,0	10,7	83,3	63,8	3,20
760	750	8,9	10,4	87,5	69,0	4,05

(a) - Eficiência por Estágio determinada a partir das análises das amostras do efluente.

(b) - Eficiência por Estágio determinada a partir das análises das amostras obtidas do filtro de teflon.

Tabela D.6 - Condições e Resultados do Teste de Extração Realizado com o Tempo de Residência de 60 segundos.
Câmera de Mistura Número 1 - Relação D/T: 1/3.
Lixívia: 16,3 ± 0,1 ppm U; No Equilíbrio: 8,6 ± 0,1 ppm U.

Veloc.de Agitação (rpm)	Pot. de Agitação (W/m^3)	Concentração de Urânio na Lixívia Exaurida (ppm U)		Eficiência por por Estágio(%)		Taxa de Extração (min^{-1})
		Amostras do Efluente	Amostras do filtro teflon	(a)	(b)	
0	0	12,0	14,7	-	-	-
388	100	10,3	11,9	50,0	45,9	0,77
444	150	9,8	11,3	64,7	55,7	1,14
530	255	9,3	10,5	79,4	68,9	2,01
670	515	8,9	10,0	91,2	77,1	3,06
760	750	8,8	9,6	94,1	83,6	4,63

(a) - Eficiência por Estágio determinada a partir das análises das amostras do efluente.

(b) - Eficiência por Estágio determinada a partir das análises das amostras obtidas do filtro de teflon.

Tabela D.7 - Condições e Resultados do Teste de Extração Realizado com o Tempo de Residência de 90 segundos.
Câmera de Mistura Número 1 - Relação D/T: 1/3.
Lixívia: 16,3 ± 0,1 ppm U; No Equil.: 8,6 ± 0,1 ppm U.

Veloc. de Agitação (rpm)	Potência de Agitação (W/m^3)	Urânio na Lixívia (ppm U)*	Eficiência por Estágio (%)	Taxa de Extração (min^{-1})
0	0	15,5	-	-
388	100	11,3	60,9	0,94
444	150	10,6	71,0	1,48
530	255	10,0	79,7	2,38
670	515	9,7	84,1	3,20
760	750	9,5	87,0	4,05

(*) - Concentração obtida das análises das amostras coletadas pelo filtro de teflon.

Tabela D.8 - Condições e Resultados do teste de Extração Realizado com o Tempo de Residência de 120 segudos.
Câmera de Mistura Número 1 - Relação D/T: 1/3.
Lixívia: 16,3 ± 0,1 ppm U; No Equilíbrio: 8,6 ± 0,1 ppm U

Veloc. de Agitação (rpm)	Pot. de Agitação (W/m^3)	Concentração de Urânio na Lixívia Exaurida (ppm U)		Eficiência por por Estágio(%)		Taxa de Extração (min^{-1})
		Amostras do Efluente	Amostras do filtro teflon	(a)	(b)	
0	0	14,8	15,1	-	-	-
388	100	11,0	11,2	61,3	60,0	0,68
444	150	10,1	10,5	75,8	70,8	1,10
530	255	9,3	9,9	88,7	80,0	1,82
670	515	9,1	9,4	91,9	87,7	3,24
760	750	8,8	9,1	96,8	92,3	5,45

(a) - Eficiência por Estágio determinada a partir das análises das amostras do efluente.

(b) - Eficiência por Estágio determinada a partir das análises das amostras obtidas do filtro de teflon.

Tabela D.9 - Condições e Resultados do Teste de Extração Realizado com o Tempo de Residência de 180 segundos.
Câmera de Mistura Número 1 - Relação D/T: 1/3.
Lixívia: 16,3 ± 0,1 ppm U; No Equil.: 8,6 ± 0,1 ppm U.

Veloc. de Agitação (rpm)	Potência de Agitação (W/m^3)	Urânio na Lixívia (ppm U)*	Eficiência por Estágio (%)	Taxa de Extração (min^{-1})
0	0	15,1	-	-
388	100	10,6	69,2	0,68
444	150	9,9	80,0	1,21
530	255	9,5	86,2	1,89
670	515	9,1	92,3	3,63
760	750	9,0	93,9	4,66

(*) - Concentração obtida das análises das amostras coletadas pelo filto de teflon.

Tabela D.10 - Condições e Resultados do Teste de Extração Realizado com o Tempo de Residência de 180 segundos.
Câmera de Mistura Número 2 - Relação D/T: 1/3.
Lixívia: 16,3 ± 0,1 ppm U; No Equil.: 8,5 ± 0,1 ppm U.

Veloc. de Agitação (rpm)	Potência de Agitação (W/m^3)	Urânio na Lixívia (ppm U)*	Eficiência por Estágio (%)	Taxa de Extração (min^{-1})
0	0	14,8	-	-
244	100	10,2	73,0	0,82
280	150	9,8	79,4	1,17
334	255	9,3	87,3	2,08
422	515	9,0	92,1	3,53
478	750	8,9	93,7	4,51

(*) - Concentração obtida das análises das amostras coletadas pelo filtro de teflon.

Tabela D.11 - Condições e Resultados do Teste de Extração Realizada com o Tempo de Residência de 240 segundos.
Câmera de Mistura Número 2 - Relação D/T: 1/3.
Lixívia: 16,3 ± 0,1 ppm U; No Equil.: 8,5 ± 0,1 ppm U.

Veloc. de Agitação (rpm)	Potência de Agitação (W/m^3)	Urânio na Lixívia (ppm U)*	Eficiência por Estágio (%)	Taxa de Extração (min^{-1})
0	0	15,0	-	-
244	100	10,1	75,4	0,70
280	150	9,4	86,2	1,42
334	255	9,1	90,8	2,24
422	515	8,9	93,9	3,50
478	750	8,8	95,4	4,71

(*) - Concentração obtida das análises das amostras coletadas pelo filtro de teflon.