

UNIVERSIDAD IBEROAMERICANA

INCORPORADA A LA U.N.A.M
Escuela de Ciencias Químicas



LABORATORIO NUCLEAR

**"ESTUDIO DE UN REACTOR INTER-
MITENTE PARA LA OBTENCION DE
TETRAFLUORURO DE URANIO
POR VIA HUMEDA"**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO QUIMICO
PRESENTA**

FERNANDO ISMAEL BRITO ZAMORA

1969

BIBLIOTECA



Instituto de Ciencias Nucleares

ANEXO



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO QUE REVISÓ Y APROBÓ LA PRESENTE TESIS

PRESIDENTE : LUIS GALVEZ CRUZ.

VOCAL : HOMERO FUENTES CADENA.

SECRETARIO : FRANCISCO ROCH.

SITIO DONDE DESARROLLO EL TEMA : COMISION NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR
PROGRAMA DE COMBUSTIBLES NUCLEARES

SUSTENTANTE : FERNANDO ISMAEL BRITO ZAMORA

ASESOR DEL TEMA : HOMERO FUENTES CADENA

SUPERVISOR TECNICO : JORGE R. ARGANDOÑA R.

Agradezco a la Comisión Nacional de
Energía Nuclear su valiosa ayuda -
para la realización de este estudio.

A mis padres y hermano

A Cuquila

I N D I C E

INTRODUCCION

- I) DESCRIPCION DEL PROCESO ACTUAL DE OBTENCION DEL UF_4
(VIA SECA) Y DEL PROPUESTO (VIA HUMEDA).
- II) PARTE EXPERIMENTAL
- III) CALCULO DEL REACTOR
- IV) CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFIA

I N T R O D U C C I O N

I N T R O D U C C I O N

La Planta Piloto del Programa de Combustibles Nucleares de la Comisión Nacional de Energía Nuclear estudia la tecnología del beneficio de minerales mexicanos de uranio con el objeto de desarrollar un proceso para la obtención de concentrados de uranio químicamente puros, los cuales se procesan en el Laboratorio de Química Inorgánica y en el de Tecnología Nuclear donde se obtienen finalmente elementos combustibles.

El tema del presente trabajo consiste en estudiar un nuevo proceso de obtención de tetrafluoruro de uranio denominado Vía húmeda y compararlo con el existente denominado Vía seca. Este tetrafluoruro es un compuesto intermedio en la preparación de elementos combustibles, de ahí la importancia de este estudio.

En la Vía seca el concentrado de uranio es purificado en refinería para obtener una solución pura de nitrato de uranio, la cual es procesada en varios pasos para obtener en primer lugar un óxido con alto contenido de uranio y por reducción del mismo con ácido fluorhídrico convertirlo en UF_4 .

El nuevo proceso (Vía húmeda) nos permite ir directamente de la solución pura de nitrato de uranio a un fluoruro doble de uranio y amonio - reacción que se lleva a cabo en un reactor Intermitente, seguido este paso de la descomposición térmica en un horno de la sal doble para obtener el UF_4 .

Este UF_4 como se dijo es un compuesto intermedio en la elaboración de combustibles nucleares debido a que :

- 1.- Con calcio ó magnesio forma uranio metálico (combustible nuclear).
- 2.- En una siguiente fluoración forma el UF_6 el cual es un compuesto intermedio en la preparación de combustible enriquecido.

CAPITULO I

DESCRIPCION DEL PROCESO ACTUAL DE OBTENCION DEL UF_4 (VIA SECA) Y DEL PROPUESTO (VIA HUMEDA).

Actualmente la metalurgia del uranio está muy desarrollada y casi todos sus minerales pueden tratarse siempre y cuando su beneficio sea económico.

Los minerales primarios como la pitchblenda o uraninita, que es una mezcla de UO_2 y UO_3 con un contenido de uranio como U_3O_8 de 60 a 90 % y los secundarios, tales como la carnotita que es un vanadato hidratado - ($K_2O \cdot 2UO_3 \cdot V_2O_5 \cdot 3H_2O$) la tiuyamunita que es un fosfato hidratado ($CaO \cdot 2UO_3 \cdot V_2O_5 \cdot 8H_2O$), son los más comúnmente explotados.

TRATAMIENTO DE LOS MINERALES DE URANIO.

El tratamiento de los minerales uraníferos puede dividirse en 3 etapas :

1.- Concentración

Los minerales, que generalmente son de baja ley (aproximadamente 0.2 % de U_3O_8) son tratados para obtener un concentrado constituido por uranato de sodio, el cual contiene muchas impurezas. Contiene aproximadamente 60 % de U_3O_8 .

2.- Refinación

Consiste en la purificación ó refinación del concentrado mencionado que permitirá la obtención de un producto puro, como por ejemplo uranato de amonio.

El proceso de refinación de concentrados es muy importante, pues la fabricación de elementos nucleares requiere una materia prima de alta pureza.

3.- Conversión

Una vez purificado el concentrado, se transforma a UO_2 , a UF_4 y después a uranio metálico.

Las etapas de concentración y refinación son similares para los dos procesos de obtención de UF_4 , diferenciándose en la etapa de conversión en la cual se describirán por separado.

1. OBTENCIÓN DE CONCENTRADOS DE URANIO (Ver 13 en Bibliografía)

La separación del uranio de los minerales requiere en forma general de los siguientes pasos :

Quebrado

Molienda

Muestreo

Lixiviación

Filtración

Recuperación del uranio de la solución

en forma de un compuesto apropiado.

1.1 Quebrado

Prácticamente el quebrado del mineral se inicia en la mina para facilitar el manejo del material.

En la Planta Piloto de Beneficio de la Comisión Nacional de Energía Nuclear, el mineral con un tamaño aproximado de 100 mm se quiebra en una quebradora primaria de quijadas marca Denver de 12.7 x 15.2 cm y después en una quebradora secundaria de cono donde el mineral tiene un tamaño de 16 mm aproximadamente.

El equipo auxiliar de la quebradora está constituido, por una tolva de alimentación, un alimentador vibratorio cuyas dimensiones y capacidad están de acuerdo con la quebradora que se seleccione y una rejilla para el mineral que sea menor de 16 mm.

1.2 Molienda

El proceso de lixiviación, o sea el proceso en el cual se ataca el mineral para librar los valores que contiene y ponerlos en solución, requiere que el mineral esté molido en partículas sumamente finas, una molienda a 100 mallas. Para lograr este grado de molienda se utiliza un molino de bolas Denver de 72 x 91 cm que trabaja en húmedo para evitar el desprendimiento de polvos tóxicos para el operario.

Como la descarga del molino dista mucho de ser uniforme, es necesario que éste se opere en circuito cerrado con un clasificador ajustado, para que el derrame contenga solamente partículas que pasen la malla 100. Las partículas mayores regresarán al molino.

El equipo auxiliar del molino está constituido por un silo de almacenamiento, un alimentador y un medidor del flujo de agua alimentada al molino. (Ver 14 Bibliografía).

1.3 Muestreo

Es una etapa muy importante en el tratamiento del mineral, pues de los resultados obtenidos al analizar la muestra depende no solamente la dosificación de reactivos sino también el eficaz funcionamiento de la planta.

El muestreador se encuentra colocado antes del silo de almacenamiento del material molido.

1.4 Lixiviación

Como se dijo, es un proceso químico mediante el cual el uranio se separa de la ganga que lo acompaña solubilizándolo en una solución apropiada. Según el carácter de ésta solución, la lixiviación puede ser ácida ó alcalina.

1.4.1 Lixiviación Acida

Se emplea para aquellos minerales con un bajo contenido de carbonato de calcio. Se usa una solución de ácido sulfúrico, del cual se consume una gran cantidad y la lixiviación se efectúa a un pH constante, aproximadamente entre 1 y 2.

Los factores que afectan la eficiencia de solubilización del uranio son : concentración de ácido, temperatura de lixiviación, tamaño de partículas y grado de oxidación del uranio (el uranio hexavalente es fácilmente solubilizado, no así el tetravalente).

1.4.2 Lixiviación Alcalina

Se recomienda para los minerales cuyo contenido en carbonato de calcio es alto y no es costeable su tratamiento ácido ya que el ácido sulfúrico no podría recuperarse, el cual se consume en grandes cantidades.

El proceso alcalino se efectúa con una solución de carbonato de sodio (aproximadamente de 60 a 100 g/l) y es usual una relación de mineral : solución de 1 : 1.

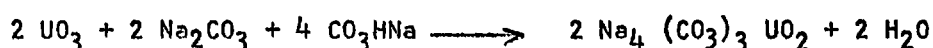
Las soluciones alcalinas tienen varias ventajas importantes sobre las soluciones ácidas, como son: sus propiedades no corrosivas, y una selectividad relativamente específica para uranio y vanadio; pocos componentes del mineral además del uranio, vanadio y algunos silicatos son atacados por el reactivo. Comparativamente se obtienen soluciones más puras y el consumo de reactivo por el mineral es bajo.

El uranio puede recuperarse fácilmente de las soluciones de lixiviación y éstas pueden regenerarse para emplearse de nuevo. Las lixiviaciones alcalinas requieren una molienda más fina del mineral que las ácidas.

Los factores que afectan la eficiencia de extracción de uranio son: grado de oxidación del mineral, temperatura y tiempo de lixiviación, concentración del reactivo, grado de molienda.

En la Planta Piloto de la C.N.E.N. se emplea éste método para el tratamiento de los minerales de tiyamunita. Se dispone de lixivadores provistos de camisa para calentamiento con vapor, termómetro y agitador. La lixiviación se hace continua bajo las siguientes condiciones: temperatura = 90°C, tiempo de residencia = 10 - 12 horas, concentración de solución $\text{CO}_3\text{Na}_2 = 70 - 90 \text{ g/l} + \text{NaHCO}_3 = 5 - 10 \text{ g/l}$.

La solubilización del uranio de un mineral con uranio hexavalente como la carnotita ó la tiyamunita puede expresarse en la forma siguiente:



en la ecuación anterior solo se ha escrito el uranio en el primer miembro, pues es una ecuación general para todos los minerales hexavalentes.

Después de la lixiviación, la solución resultante tiene un contenido aproximado de 5 g/l de U_3O_8 , dependiendo de la ley del mineral; contiene además carbonato de sodio, carbonato ácido de sodio y compuestos solubles de vanadio, molibdeno y calcio.

El carbonato de sodio consumido en la disolución es relativamente bajo, por lo que al final de la lixiviación se obtiene un sobrante apreciable de este reactivo. Esto no se desperdicia, pues la solución se emplea para nuevas lixivitaciones una vez que se haya separado el uranio, -- según se verá más adelante.

1.5 Separación del mineral lixiviado de la solución

Generalmente se emplean filtros de tambor para efectuar la separación del mineral agotado de la solución en la cual se encuentra el uranio.

En la Planta Piloto se han usado filtros de hojas y filtros de charolas que filtran por medio de vacío. En estos filtros la torta del mineral obtenido se lava con agua para disminuir las pérdidas del uranio que puede quedar en la torta húmeda. Por lo general nunca se separa el licor de filtración de las aguas de lavado.

1.6 Recuperación de uranio de la solución

Existen diversos métodos para separar el uranio de las soluciones

de lixiviación y su empleo depende del mineral que se procese, así como de un balance económico que determina el más conveniente.

Los métodos más usuales son los siguientes :

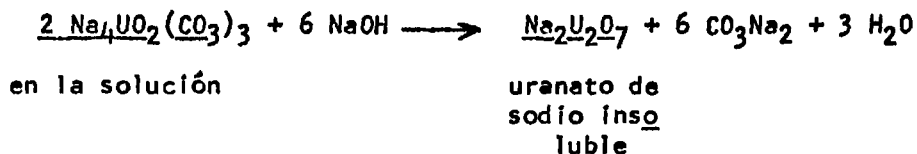
- Precipitación
- Intercambio iónico
- Extracción con Solventes

1.6.1 Precipitación

En la Planta Piloto se ha empleado el primer método y será el - que se describirá.

Consiste en separar el uranio en forma de un compuesto insoluble en la solución. Pueden emplearse como agentes precipitantes cal, amoníaco, sosa cáustica.

En la Planta se emplea ésta última la cual forma un uranato de sodio insoluble según la ecuación siguiente :



Se dispone de tanques de precipitación provistos cada uno de agitador, termómetro y serpentín interior para calentamiento con vapor; la precipitación es casi cuantitativa y solo permanece una cantidad de uranio muy pequeña en la solución (aproximadamente 0.1 g/l de U₃O₈).

La filtración para separar el uranato de sodio de la solución, se hace en un filtro prensa que tiene 10 marcos de 30. x 30.5 cm; la capacidad del filtro es de 30 kg de torta húmeda (17 kg de mineral seco).

El uranato de sodio húmedo se seca y se envasa en cuñetes. Este producto recibe el nombre de uranato de sodio técnico, el cual es un concentrado con aproximadamente 50 - 60 % U_3O_8 , pero que todavía contiene impurezas y es necesario purificarlo para convertirlo en un material de alta pureza para la elaboración de elementos nucleares.

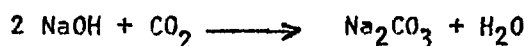
Recuperación de las soluciones agotadas en uranio.

Después de la separación del uranato de sodio, la solución agotada obtenida contiene CO_3Na_2 y el exceso de NaOH que se agregó para efectuar la precipitación.

Esta solución puede emplearse en futuras lixiviaciones, pero es necesario eliminar el exceso de NaOH pues éste insolubiliza el uranio, según se ha observado.

El hidróxido de sodio se elimina haciendo pasar el licor a contracorriente con gases de combustión en dos columnas empacadas de anillos rashig.

Dentro de la columna ocurre la siguiente reacción



Los anillos Rashig son de 2.5 cm y las columnas tienen un diámetro de 30 cm y 1.2 m de altura de empaque.

El líquido obtenido puede emplearse de nuevo para tratar minerales; éste se usa en el proceso de ~~molienda~~ que como ya se mencionó es una molienda húmeda.

2. PURIFICACION DE CONCENTRADOS DE URANIO

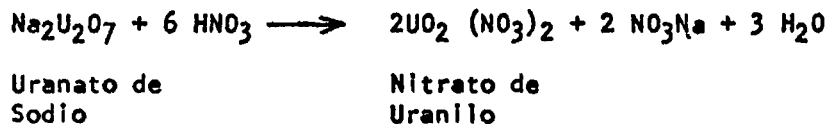
La purificación ó refinación de concentrados consta de los siguientes pasos :

- Disolución del concentrado
- Extracción selectiva del uranio por medio de solventes
- Separación del uranio en forma de un compuesto insoluble apropiado

2.1 Disolución del concentrado

La disolución del concentrado, llamado también digestión se efectúa tratando el concentrado con una solución de ácido nítrico, se solubiliza el uranio y las impurezas metálicas que lo acompañan tales como vanadio y molibdeno.

La disolución se efectúa según la siguiente reacción química:



Las condiciones de las digestiones son las siguientes :

temperatura = 90°C, tiempo = 3 horas, concentración final de ácido nítrico = 2.5 - 3 N, concentración final de uranio = 250 g/l.

El proceso se lleva a cabo en un digestor de acero inoxidable provisto de camisa para calentamiento con vapor, control automático de temperatura, agitador, termómetro. El digestor cuenta con tolva y un sistema de alimentación manual del concentrado, así como también de lavado de los gases producidos en la reacción que son tóxicos.

El producto se filtra en filtros tipo nutcha de acero inoxidable de 50 cm de diámetro por medio de vacío.

2.2 Extracción con solvente

Debido a que la solución obtenida en la digestión está impura, se hace una extracción de ésta con fosfato de tributilo que extrae el uranio selectivamente formando un complejo con éste.

Este proceso se lleva actualmente en columnas pulsadas empacadas con anillos Rashig, siendo ambas de acero inoxidable.

Se dispone de dos columnas iguales : en la primera se efectúa la extracción del uranio poniendo en contacto la solución de la digestión filtrada con una mezcla de 30 % de TBP y 70 % de petróleo incoloro; las columnas se pulsan por medio de aire comprimido a una frecuencia de 50 - 60 ciclos/minuto.

Reacción de extracción :



La fase orgánica cargada de uranio se pasa a la segunda columna llamada de desextracción donde se pone en contacto con agua desmineralizada, la cual opera a 50 - 60°C. En esta columna el uranio de la fase orgánica pasa totalmente a la fase acuosa, obteniéndose una solución pura de nitrato de uranio conteniendo 80 - 90 g de U/litro.

Las columnas de extracción y desextracción son iguales y tienen - una longitud total de 3.4 m y un diámetro interno de 5.5 cm; la altura de la sección empacada es de 3 metros.

3. CONVERSION (Ver 4 y 13 en Bibliografía).

Esta etapa constituye el objeto primordial de nuestro estudio, pues será el punto de comparación ó diferenciación en la obtención del UF_4 (Figura 1).

Se describirá por separado el procedimiento actual (Vía Seca) y a continuación el propuesto (Vía Húmeda).

3.1 VIA SECA

Como se dijo, la conversión consiste, en la transformación del concentrado purificado de uranio, que se encuentra en la forma de un compuesto adecuado, en UF_4 y posteriormente a uranio metálico.

Consiste en los siguientes pasos

- Separación del uranio de la solución purificada, en forma de uranato de amonio
- Producción de dióxido de uranio (UO_2)
- Preparación de UF_4

3.1.1 Separación del uranio de la solución purificada

Aunque este proceso pertenece propiamente a la etapa de Purificación del Concentrado, el cual es la parte final, se considerará como el primer paso en la conversión, debido a que en la Vía Húmeda la materia prima para la obtención de UF_4 , es la solución pura de nitrato de uranio sin ningún tratamiento posterior; en cambio en la Vía Seca se necesita precipitar en forma de un compuesto insoluble.

Para ello se hace burbujear amoníaco en la solución de uranio,

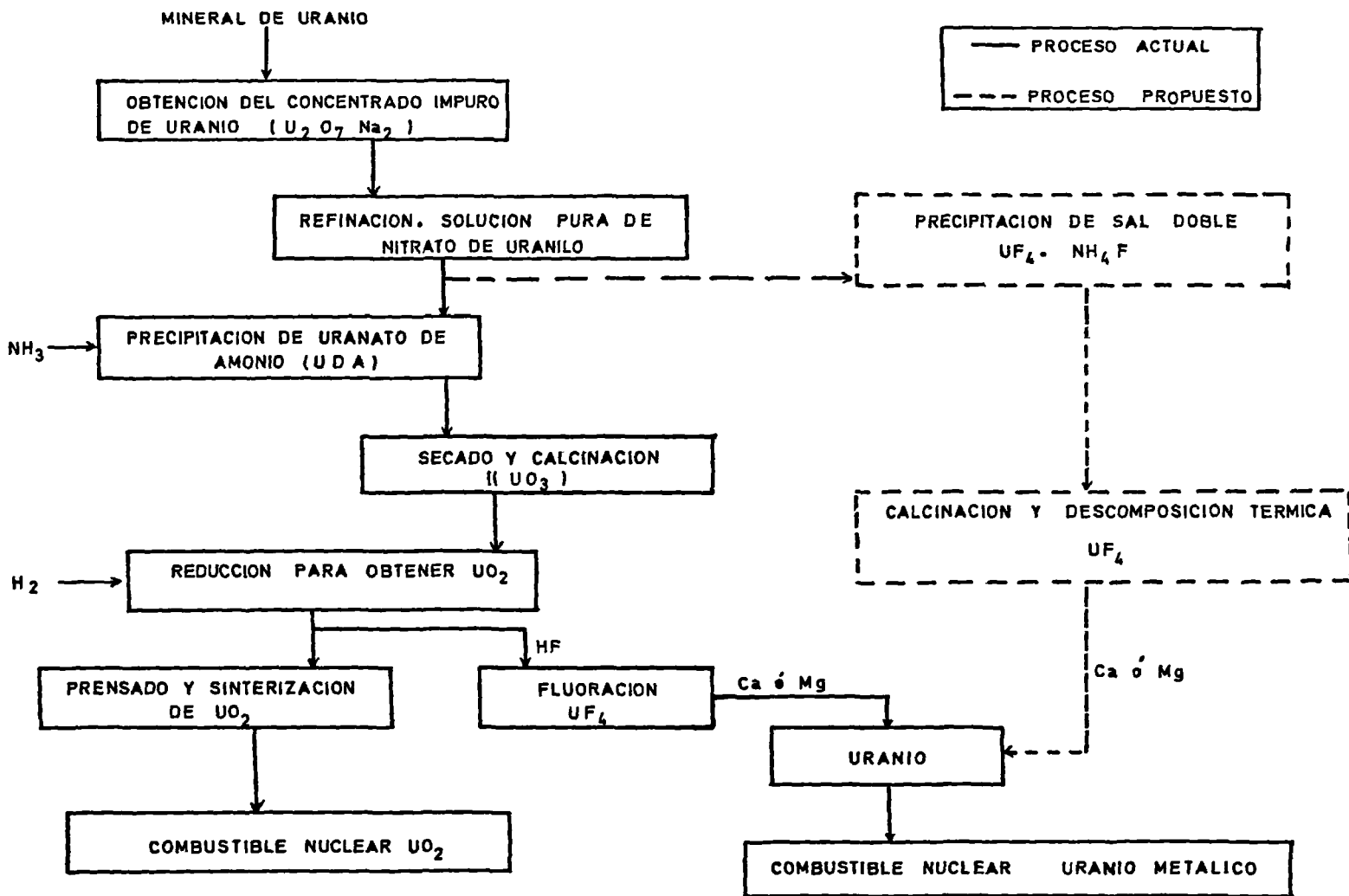
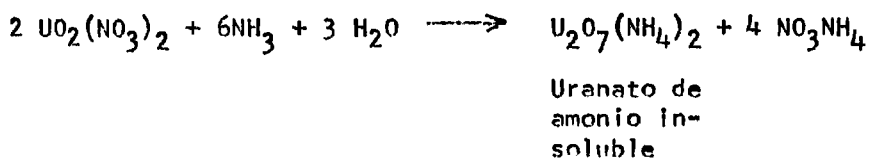


FIG. 1 DIAGRAMA DE BLOQUES DEL PROCESO ACTUAL Y PROPUESTO

formándose uranato de amonio insoluble, el cual no tiene una composición química definida pues es una mezcla de varios compuestos, que a su vez dependen de las condiciones de la precipitación.

Reacción



Para ésta precipitación se tiene un precipitador de 10.5 litros de capacidad, de acero inoxidable, provisto de camisa de vapor para calentamiento, agitador, control automático de temperatura, termómetro y potenciómetro para la indicación del pH, se tienen además rotámetros que miden los caudales de NH_3 , aire y solución de uranio.

Las condiciones de precipitación son :

Temperatura = 50°C , tiempo de residencia de la solución 50 minutos, -
pH = 5.5 - 6.

El precipitado se filtra en filtros tipo Büchner con vacío, se seca en un secador de charolas y se envasa en cuñetes; el uranato de amonio obtenido en esta forma tiene un contenido de 87 % de U_3O_8 y es espectrográficamente puro.

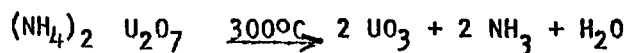
3.1.2 Preparación de dióxido de uranio

Puede prepararse por reducción del Trióxido de Uranio (UO_3) con hidrógeno, que a su vez se puede preparar por desnitración (descomposición térmica) de una solución concentrada de nitrato de uranio puro, o bien por calentamiento de uranato de amonio puro.

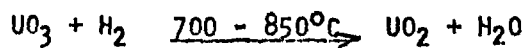
Desnitración :



Calentamiento de Uranato :

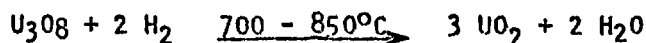
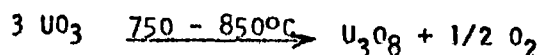
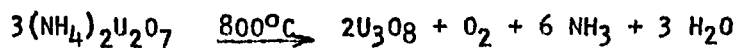


El Trióxido de Uranio u óxido anaranjado obtenido por algunos de los métodos anteriores se reduce con hidrógeno.



En el Laboratorio de Estudios Metalúrgicos de la C.N.E.N. el procedimiento empleado consiste en calcinar uranato de amonio hasta obtener U_3O_8 y después reducir con hidrógeno hasta UO_2 , el cual es sinterizado en el Laboratorio de Tecnología Nuclear donde se prensa en forma de pastillas.

Reacciones :



3.1.3 Preparación de UF_4

Una vez obtenido el UO_2 se trata con ácido fluorhídrico gaseoso para obtener el UF_4 .



Cuando se efectúa la fluoración la reacción permanece exotérmica - cuando la temperatura se eleva, tal que el horno es calentado sólo al principio del proceso, la zona de temperatura de reacción es $450 - 500^\circ\text{C}$, la cual es después mantenida por el calor cedido durante la reacción.

El exceso de ácido fluorhídrico no requiere más del 20 % del teórico necesario.

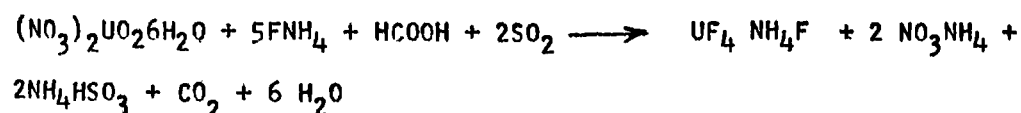
Todo el equipo está constituido de Monel, grafito y materiales sintéticos que resisten la corrosión en atmósfera de ácido fluorhídrico.

3.2 VIA HUMEDA

Como se dijo, la idea básica de este procedimiento consiste en pasar directamente de la solución pura de nitrato de uranilo a fluoruro de uranio, por tratamiento de dicha solución con un agente reductor en presencia de iones fluoruro.

El agente reductor utilizado es el ácido hiposulfuroso que se obtiene por la reacción de ácido fórmico caliente con anhídrido sulfuroso, reduciéndose los iones uranilos a iones uranosos, los cuales en presencia de fluoruro y iones amonio, precipitan en forma de un fluoruro uranoso doble. (Ver 2 en Bibliografía)

Reacción de obtención del fluoruro doble :



Una cantidad adecuada de fluoruro de amonio es añadida a la solución de nitrato de uranilo y elevada su temperatura a 80°C; una solución de ácido fórmico es añadida, seguido por el SO₂ en condiciones gaseosas.

El fluoruro doble que precipita es verde; éste es bien cristalizado y muy denso, lo cual hace posible separarlo de la fase acuosa con gran facilidad por filtración o asentamiento; después puede ser secado sin muchas preocupaciones a la atmósfera a 120°C sin ninguna descomposi-

ción u oxidación.

Una vez obtenido el fluoruro doble se descompone por calentamiento, a UF_4 y NH_4F .

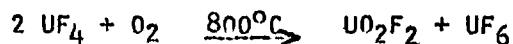
Todos los detalles de éste método de obtención, se darán en el capítulo II Parte Experimental.

PROPIEDADES Y ESPECIFICACIONES DEL UF_4 .

1. Propiedades fisicoquímicas (Ver I en Bibliografía).

Es una sustancia verde cristalina. Su punto de fusión es de $960 \pm 5^\circ C$, no es apreciable su volatilidad en atmósfera de nitrógeno a $500 - 600^\circ C$, su densidad volumétrica varía de 1.5 a 3.5 g/ml; cuando es producido a altas temperaturas tiene una densidad mucho mayor que si se produce a bajas temperaturas.

Desde el punto de vista químico, el tetrafluoruro puede ser considerado como una sustancia relativamente inerte. A $800^\circ C$ reacciona con el oxígeno formando el oxifluoruro y el hexafluoruro el cual se volatiliza.



Si es cuidadosamente calcinado en presencia de poco oxígeno se forma solo el oxifluoruro.

El tetrafluoruro se disuelve fácilmente en ácido perclórico fumante y también en presencia de agua oxigenada y amoníaco; es casi insoluble en soluciones diluidas de ácido clorhídrico, sulfúrico, fosfórico y acético. Su solubilidad en agua es aproximadamente 10^{-4} mol/litro.

2. Especificaciones (Ver 12 en Bibliografía).

	No.	Especificaciones
Composición (sobre base de muestra)	1.	96.0 % UF_6 mínimo (en peso)
	2.	1.9 % AOI ¹ máximo
	3.	1.0 % UO_2F_2 mínimo
	4.	2.5 % UO_2F_2 máximo
Propiedades Físicas (sobre base de muestra)	5.	Polvo uniformemente mezclado que fluye libremente con una densidad aparente mínima de 3 g/ml.
	6.	Mínimo de 98 % pasa malla 40 Mínimo de 80 % pasa malla 80 De 45 a 70 % pasa malla 325
Niveles de máxima impureza (sobre base de U)	7.	Gd 0.05 ppm máximo
	8.	Dy 0.10 " "
	9.	B 0.20 " "
	10.	Th 50.0 " "
	11.	Cd 0.20 " "
	12.	Ag 1.0 " "
	13.	V 30.0 " "
	14.	Cu 70.0 " "
	15.	Ni 65.0 " "
	16.	Cr 20.0 " "
	17.	Fe 60.0 " "
	18.	C 100.0 " "
	19.	Si 20.0 " "
	20.	Mn 10.0 " "

¹ Insolubles en oxalato de amonio

- 21. Mo 1.0 ppm máximo
- 22. P 50.0 " "
- 23. S 100.0 " "
- 24. Un máximo de 250 ppm es permitido para elementos que forman fluoruro no volátiles (por definición aquellos que tienen una presión de vapor de 1 atmósfera a 300°C) tales como Na, K, Ca, Mg y Al.
- 25. Una excesiva contaminación constituirá una base para rechazo o renegociación de precio.
- 26. El tamaño del lote nominal recomendado para muestreo es 10000 lbs.

CAPITULO II

PARTE EXPERIMENTAL

Esta parte del estudio tiene como fin primordial, una vez determinado que la reacción se puede llevar a cabo, investigar las variables del sistema a reaccionar que afectan la velocidad de reacción y con ello determinar las mejores condiciones de operación, es decir, mejor temperatura, y concentración de reactivos. Existe la posibilidad de que procesos físicos, tales como transferencia de masa, de calor, deben ser tomados en cuenta para la evaluación de la velocidad total de transformación de reactivos a productos.

Para tal experiencia, se construyó un reactor de laboratorio que operara isotérmica e intermitentemente; los experimentos se llevaron a cabo en tal forma que el número de factores que cambiara simultáneamente fuera el mínimo. Así por ejemplo los efectos de concentración, se determinaron por experimentos en los cuales las demás variables permanecieran constantes.

1. Descripción del reactor de laboratorio

Un diagrama del aparato aparece en la Fig. 2 consta de : un recipiente de varias bocas con una capacidad de un litro y medio en el cual se lleva a cabo la reacción, agitador de motor para mantener homogénea la solución y tener una eficiente absorción y distribución del gas, fuente de calor para elevar y mantener constante la temperatura de la solución, para ello se usó una resistencia eléctrica conectada a un regulador de voltaje para controlar la temperatura; termómetro para medición de temperatura, condensador para mantener constante la concentración de la solución, muestrea-

- 20 -

dor que es una pipeta graduada y bomba de vacío y por último una entrada de gas cuyo flujo se controla con un rotámetro.

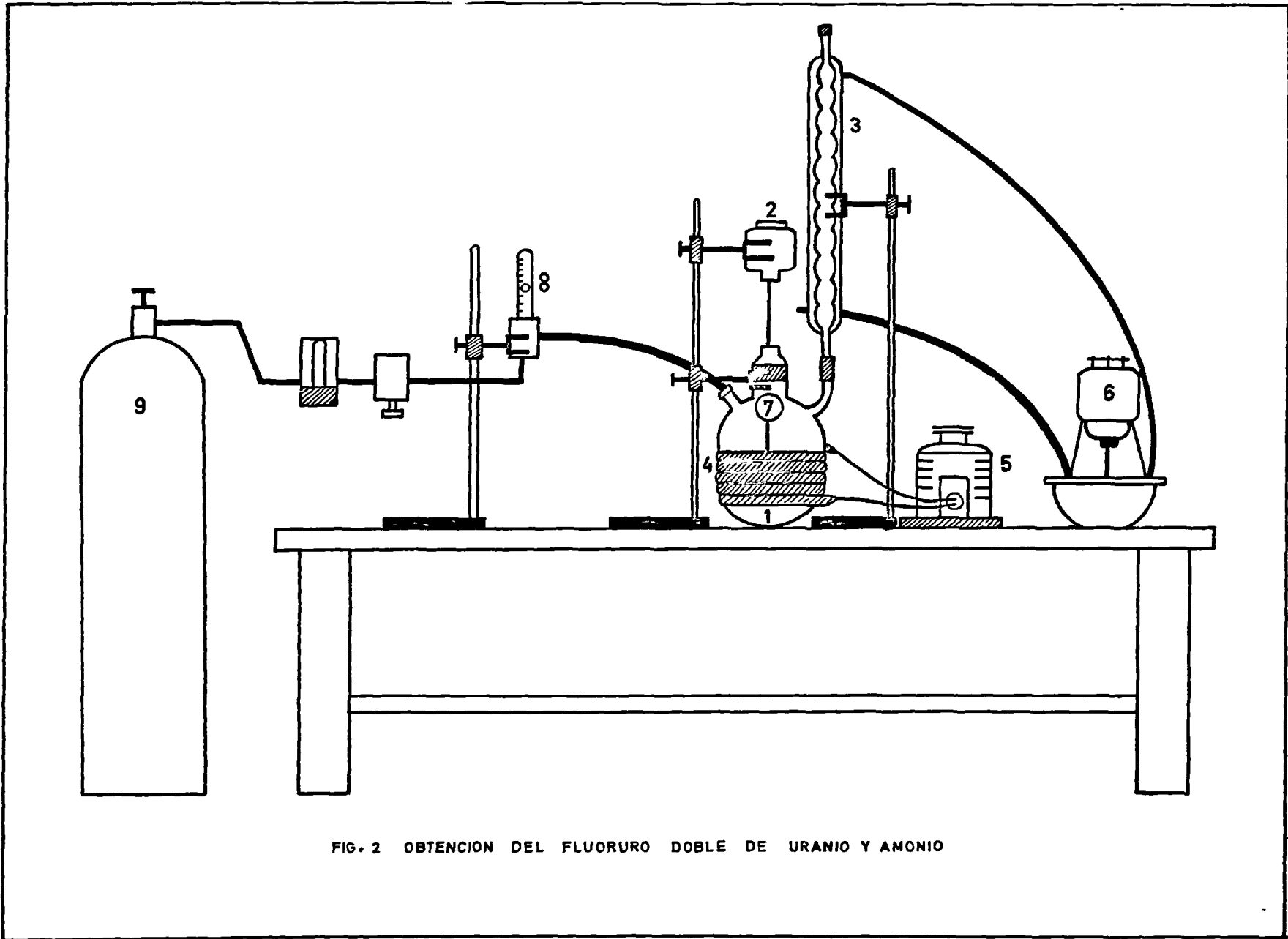


FIG. 2 OBTENCION DEL FLUORURO DOBLE DE URANIO Y AMONIO

F I G U R A 2

1. REACTOR
2. AGITADOR DE MOTOR
3. CONDENSADOR
4. RESISTENCIA ELECTRICA
5. REGULADOR DE VOLTAJE
6. BOMBA DE RECIRCULACION DE AGUA
7. TERMOMETRO
8. ROTAMETRO CON FILTRO Y REGULADOR DE PRESION
9. CILINDRO CON SO₂

2. Calibración del rotámetro para medición de SO₂

Debido a que el rotámetro para medir el flujo del anhídrido sulfuroso no estaba calibrado, se tuvo que hacer la calibración usando primero aire y luego anhídrido. En la Fig. 3 aparece un diagrama del aparato. Consta de : un cilindro que contiene el gas, filtro y regulador, el rotámetro en cuestión, el cual se encuentra conectado a un tubo previamente graduado en cuya parte inferior se pone una película de solución de jabón la cual forma burbujas a medida que se pasa el gas, midiéndose el tiempo que tarda una de ellas en desplazarse entre dos marcas determinadas y esto correspondiente a cada uno de los números en la escala del rotámetro.

A partir de estas mediciones se hizo la curva de calibración para medir el caudal del gas.

Tabla 1 Calibración con aire

Volumen de medición = 530 ml

Número en la escala	Tiempo (segundos)	Gasto (ml/seg.)
1	20.0	26.5
2	11.4	46.4
3	7.4	71.6
4	5.4	98.1
5	4.5	117.7
6	3.7	143.2
7	3.0	176.6
8	2.7	196.3
9	2.4	222.
10	2.0	265.

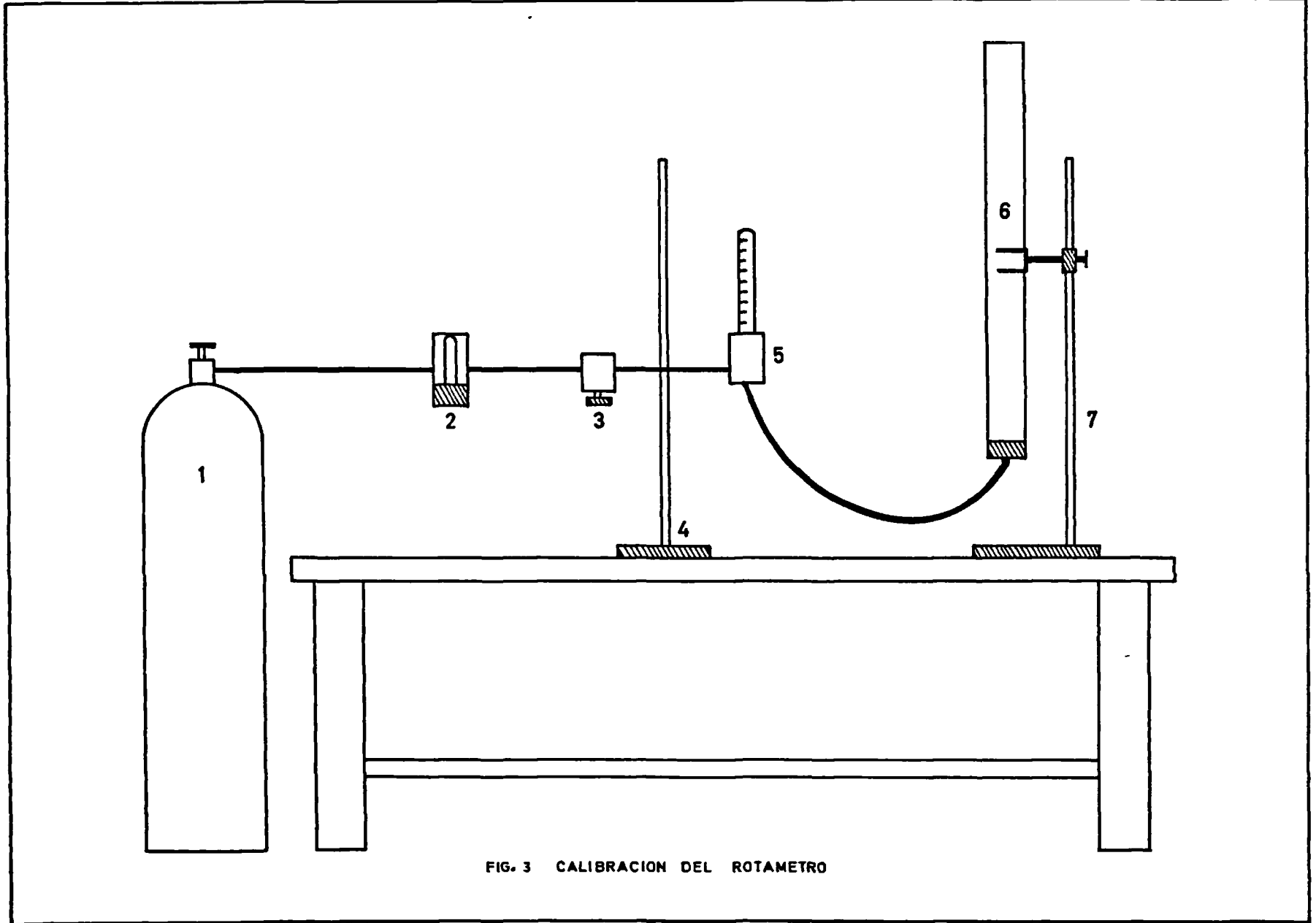


FIG. 3 CALIBRACION DEL ROTAMETRO

F I G U R A 3

1. CILINDRO CON SO₂
2. REGULADOR DE PRESION
3. FILTRO DE GASES
4. SOPORTE
5. ROTAMETRO A CALIBRAR
6. TUBO GRADUADO DE MEDICION DE FLUJO
7. SOPORTE

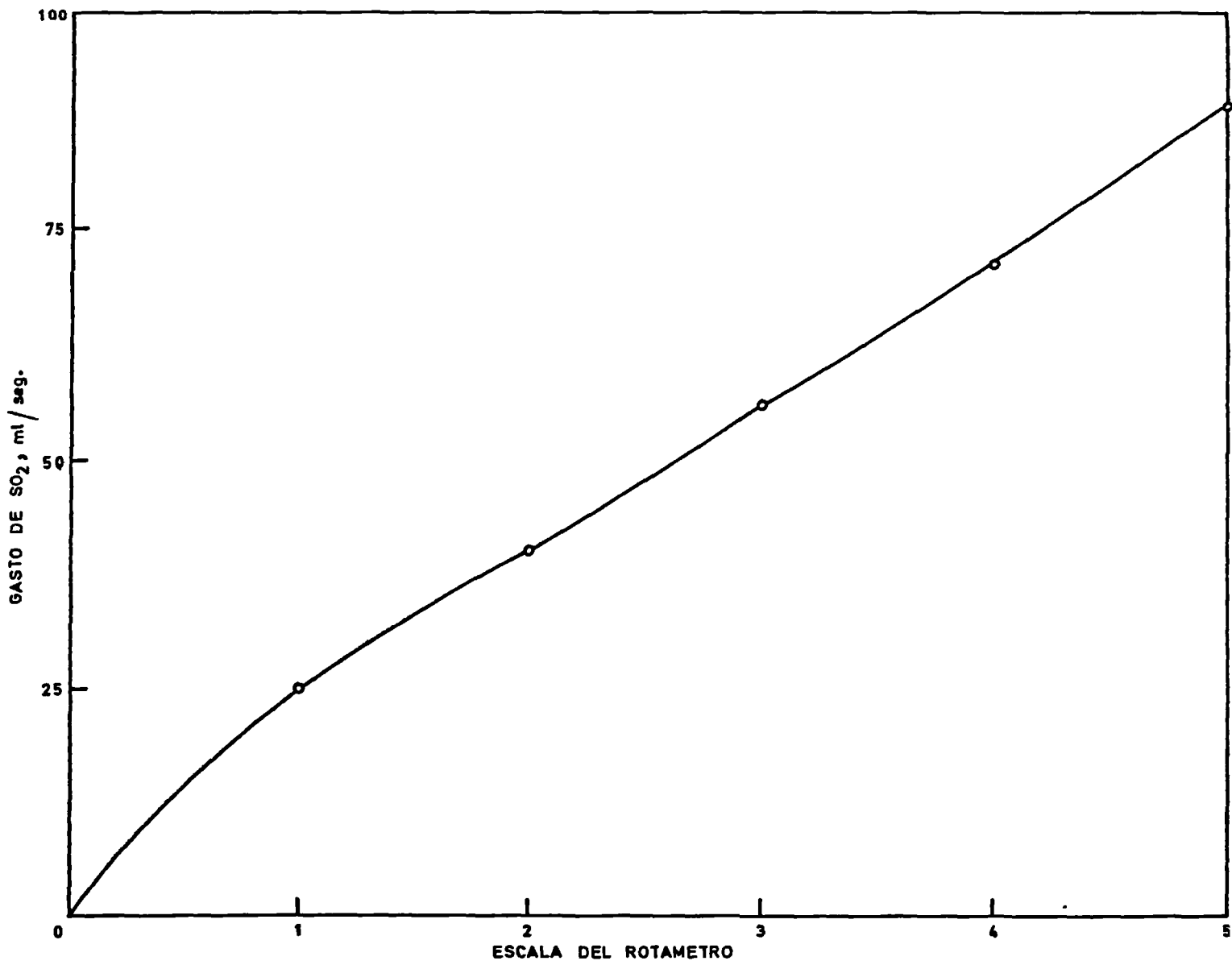


FIG. 4 CURVA DE CALIBRACION DEL ROTAMETRO PARA SO₂

Tabla 2 Calibración con SO₂

Número en la escala	Tiempo (segundos)	Gasto (ml/seg.)
1	21.0	25.2
2	13.1	40.4
3	9.5	55.8
4	7.5	70.6
5	6.0	88.3

Se recomienda para la calibración, usar la menor cantidad posible de solución de jabón.

3. Condiciones de reacción

Para las cargas o experimentos intermitentes se fijaron los siguientes rangos de variación de temperatura y concentración.

3.1 Concentración de nitrato de uranilo como U = 75 g/l la cual se fija, pues a ésta concentración es a la que sale siempre de la Planta Piloto de Refinación.

3.2 Concentración de FNH₄ = 5 % y 20 % del estequiométrico sobre la reacción $U^{4+} + 5FNH_4 \longrightarrow UF_4NH_4F + 4 NH_4^+$

3.3 Concentración de HCOOH = 9.07, 15.90, 22.70, 48.35 g/l.

3.4 Temperatura : 80 y 90°C

3.5 Reuso de la solución agotada en uranio

Las condiciones de temperatura y concentración a variar son recomendadas por R.E. Robinson. (Ver 10 en Bibliografía).

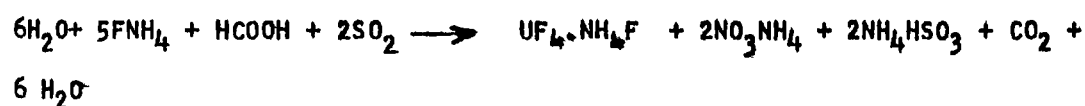
4. Experimentación

A continuación se describirá la forma en que se llevó a cabo una de las experiencias, siendo las demás similares en cuanto a procedimiento poniéndose solamente en forma tabular. A cada experiencia se le denominó progresivamente con una letra (A, B, C, etc.). El reuso de la solución agotada merece una explicación aparte.

EXPERIMENTO C

Se distinguen 2 etapas en la preparación del UF₄ :

C.1 Obtención del fluoruro doble por la siguiente reacción (UO₃)₂UO₂.



C.2 Descomposición térmica $\text{UF}_4 \cdot \text{NH}_4\text{F} \longrightarrow \text{UF}_4 + \text{FNH}_4$

C.1 Obtención del Fluoruro Doble (Aparato Fig. 2)

C.1.1 Concentraciones usadas :

NU = Nitrato de Uranilo = 158.25 g/l.

Fluoruro de Amonio = 61.2255 g (5 % en exceso del estequiométrico).

$$\frac{185\text{gFNH}_4}{502\text{ g NU}} \times 158.25\text{ g NU} = 58.31\text{ g FNH}_4$$

$$\text{FNH}_4\text{ TOTAL} = 58.31 + (58.31)(0.05) = 61.2255\text{ g.}$$

Acido Fórmico = 45.35 g/l.

Volumen de Acido fórmico = 37.2 ml

Densidad = $\frac{\text{masa}}{\text{volumen}}$ Densidad Acido fórmico = 1.22 g/ml.

$$V = \frac{M}{D} = \frac{45.35 \text{ g}}{1.22 \text{ g/ml}} = 37.2 \text{ ml.}$$

C.1.2 Proceso isotérmico : T = 80°C.

C.1.3 Sistema de operación : intermitente; se considera además que se opera a presión atmosférica el recipiente.

C.1.4 Operación : se carga el reactor con un litro de solución de NU al que se le denominará extracto acuoso (E Aq T), se le añade el fluoruro de amonio y se empieza la agitación a 130 R.p.m. y el calentamiento hasta tener la temperatura requerida en la solución; inmediatamente se agrega la solución de ácido fórmico y se comienza a pasar el anhídrido sulfuroso gaseoso el cual burbujea en la solución.

Cálculo del Caudal de SO₂ necesario (Por la reacción).

$$\text{SO}_2 \text{ estequiométrico } \frac{(64 \times 2) \text{ g SO}_2}{502 \text{ g NU}} \times 158.25 \text{ g NU} = 40.3 \text{ g SO}_2$$

Volumen de SO₂ necesario .

$$PV = NRT$$

$$V = \frac{NRT}{P}$$

V = Volumen de gas

$$N = \text{Número de moles} = \frac{40.3}{64} = 0.63 \text{ g Mol.}$$

$$T = \text{Temperatura del gas} = 20^\circ\text{C} = 293^\circ\text{K}$$

$$P = \text{Presión del gas} = 590 \text{ mmHg} = 0.776 \text{ atm.}$$

$$R = 0.08205 \frac{\text{atm-l}}{\text{gmol-}^\circ\text{K}}$$

$$V = \frac{(0.63) (0.08205) (293)}{(0.776)} \quad \text{g mol} \times \frac{\text{atm-l}}{\text{g mol}^\circ\text{K}} \times \frac{^\circ\text{K}}{\text{atm}}$$

$$V = 19.4 \text{ litros}$$

Este volúmen se relaciona con la curva de calibración para SO_2 por medio del tiempo de residencia del reactor fijado previamente en 4 - horas .

$$\text{Gasto} = \frac{19400 \text{ ml}}{4 \times 60 \times 60 \text{ seg.}} = 1.35 \text{ ml/seg.}$$

En la Fig. 4 con el gasto del gas se determina el número correspondiente en la escala del rotámetro, en éste caso específico fue de 0.07 pero como se recomienda usar un exceso de 2 - 3 veces el necesario, se mantuvo en 0.25 durante toda la operación. A medida que progresaba la reacción observándose la formación de un precipitado verde, se fueron sacando muestras de 20 ml a intervalos regulares de tiempo poniéndolas inmediatamente en hielo; el repentino enfriamiento hace que la velocidad de reacción disminuya lo suficiente, tal que el análisis de uranio tomado del filtrado dá una indicación satisfactoria del progreso de la reacción en un instante determinado.

Cada muestra sacada es un refinado acuoso (R Aq) ya que se le ha extraído el uranio por lo que para su denominación se pone la letra correspondiente al experimento, añadiendo el número de muestra en orden progresivo por ejemplo : C-R Aq-1, C-R Aq-2, etc., estas muestras se mandaron a analizar junto con la solución cabeza con el resultado siguiente:

Número de Muestra	Tiempo (minutos)	Concentración de U_3O_8 (g/l)
C-EAq-T	0	85.93
C-RAq-1	40	43.22
C-RAq-2	80	17.25
C-RAq-3	120	1.08
C-RAq-4	160	0.49
C-RAq-5	200	0.68
C-RAq-T	240	0.53

El progreso de la reacción se expresa en función de un reactivo en este caso el N.U., que por comodidad del método de análisis se reporta como concentración de U_3O_8 en g/l.

Terminado el tiempo de reacción previamente fijado, la suspensión del doble fluoruro se filtra en embudo büchner y al vacío, siendo la velocidad de filtración muy rápida y fácil debido a lo denso del precipitado; el precipitado se lava una vez con agua destilada. Después éste se seca a $110 - 120^{\circ}C$ a la atmósfera en una estufa con termostato durante dos horas. El filtrado se guarda y es lo que se denomina "solución agotada".

C.1.5 Resultados

Una vez seco el precipitado ($C-UF_4.NH_4F$) se pesa y se manda a analizar obteniéndose los siguientes resultados :

Peso $C-UF_4.NH_4F$ 103.4 g.

Contenido Total en U = 64.3 %

Contenido Teórico en U = $\frac{U}{UF_4.NH_4F} \times 100 = \frac{238}{351} \times 100 = 67 \%$

Cálculo de la eficiencia de la reacción ó conversión

$$\text{UF}_4 \cdot \text{FNH}_4 \text{ teórico} = \frac{\text{UF}_4 \cdot \text{NH}_4\text{F}}{(\text{NO}_3)_2\text{UO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \times 158.25 \text{ g } (\text{NO}_3)_2\text{UO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 110.68 \text{ g}$$

$$\text{UF}_4 \cdot \text{FNH}_4 \text{ obtenido} = 103.$$

$$\text{Eficiencia} = \frac{103.4}{110.68} \times 100 = 93.4 \%$$

Este 93.4 % de eficiencia no puede ser tomado como cierto, debido a que al sacar cada muestra se iba precipitando en ella, la cual para el análisis posterior se filtraba no pudiéndose recuperar ese precipitado. Por tanto éste cálculo se hará tomando en cuenta las concentraciones ;

$$\text{CA} = \text{CA}_0 - \text{CA}_0 X$$

CA = Concentración de la solución final en g/l de U_3O_8

CA_0 = Concentración de la solución inicial, g/l U_3O_8

X = Eficiencia

$$\text{CA} = \text{CA}_0 (1-X)$$

$$X = 1 - \frac{\text{CA}}{\text{CA}_0}$$

$$X = 1 - \frac{0.53}{85.93} = 1 - 0.006$$

$$X = 0.994$$

Eficiencia de precipitación = 99.4 %

C.2 Descomposición térmica del fluoruro doble.

Un diagrama del aparato en que se llevó a cabo aparece en la Figura No. 5. El fluoruro doble seco se pesa y se coloca en una navecilla, la cual se introduce en un horno de Monel de resistencias eléctricas con reós

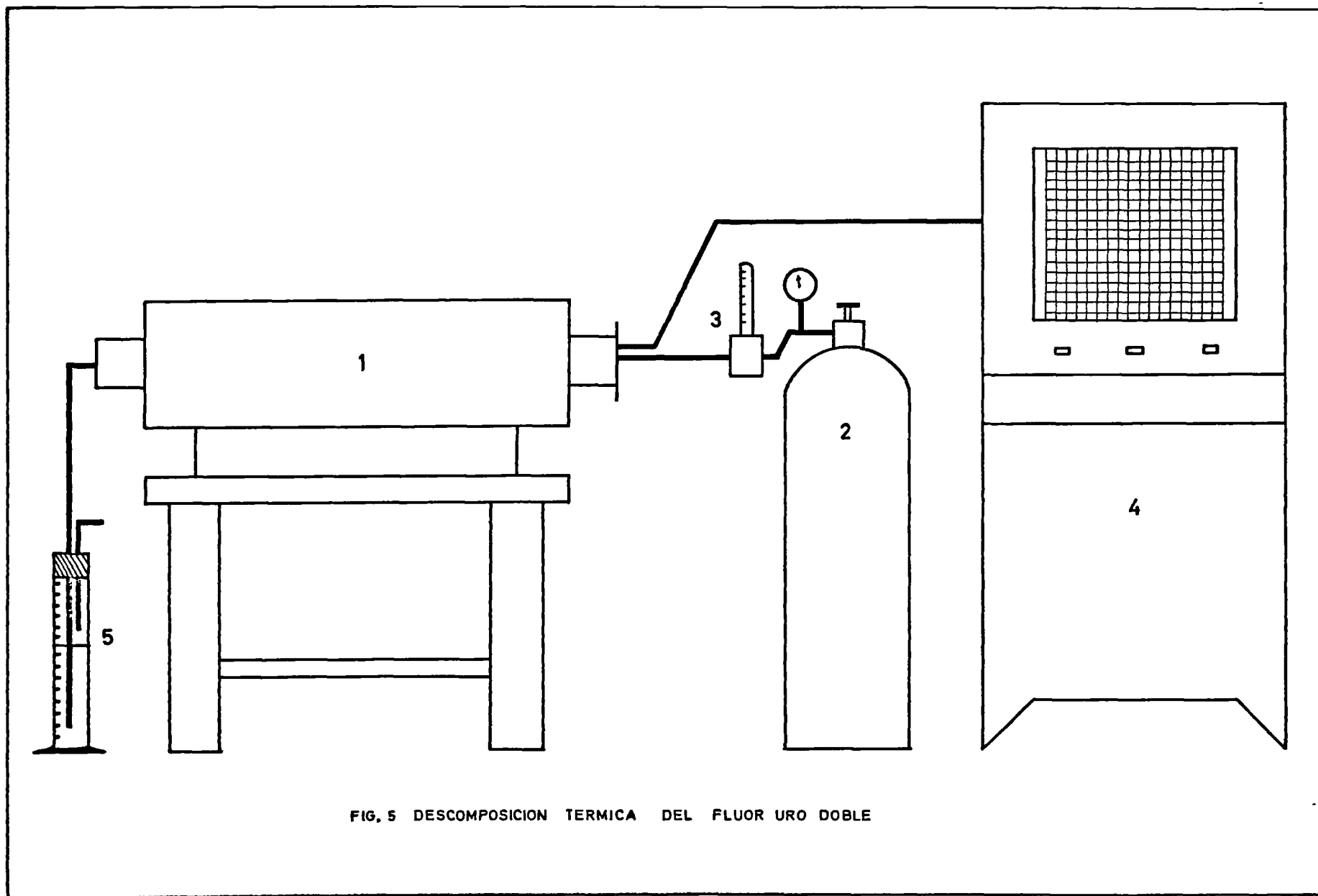


FIG. 5 DESCOMPOSICION TERMICA DEL FLUOR URO DOBLE

F I G U R A 5

- 1.- HORNO
- 2.- CILINDRO CON NITROGENO GASEOSO
- 3.- ROTAMETRO
- 4.- REGISTRADOR DE TEMPERATURA
- 5.- PROBETA DE BURBUJEO

tato para controlar la temperatura; cuenta además con una entrada y salida de nitrógeno gaseoso para mantener atmósfera inerte regulando su flujo con un rotámetro, de un pirómetro para medición de temperatura y de un registrador que determina la variación de temperatura con el tiempo. (Figura 6) Se hace el calentamiento en atmósfera inerte debido a que en una experiencia que se hizo en una mufla a 500°C en ausencia de nitrógeno se oxidó casi todo el UF_4 a U_3O_8 .

Para este caso en particular para efectuar la descomposición se calentó el fluoruro durante 1 hora a una temperatura de 400°C con una corriente de nitrógeno de 1.4 l/min el cual se descarga a la atmósfera arrastrando vapor de agua y FNH_4 que parte se adhiere en las paredes del horno; la corriente de nitrógeno se dejó hasta que se enfriara, una vez frío se saca la navetilla y se pesa el polvo verde de UF_4 el cual se mandó a analizar con el siguiente resultado :

$$UF_4 = 79.5 \%$$

$$U_3O_8 = 12.94 \%$$

$$UO_2 = 5.83 \%$$

$$\text{Siendo el U Total } U^{+4} = 65.5 \%$$

$$U^{+6} = 10.98 \%$$

Como se notará se oxidó el U de + 4 a + 6 debido quizá a que no se desalojó al principio muy bien el oxígeno del horno o a una entrada de aire no identificada.

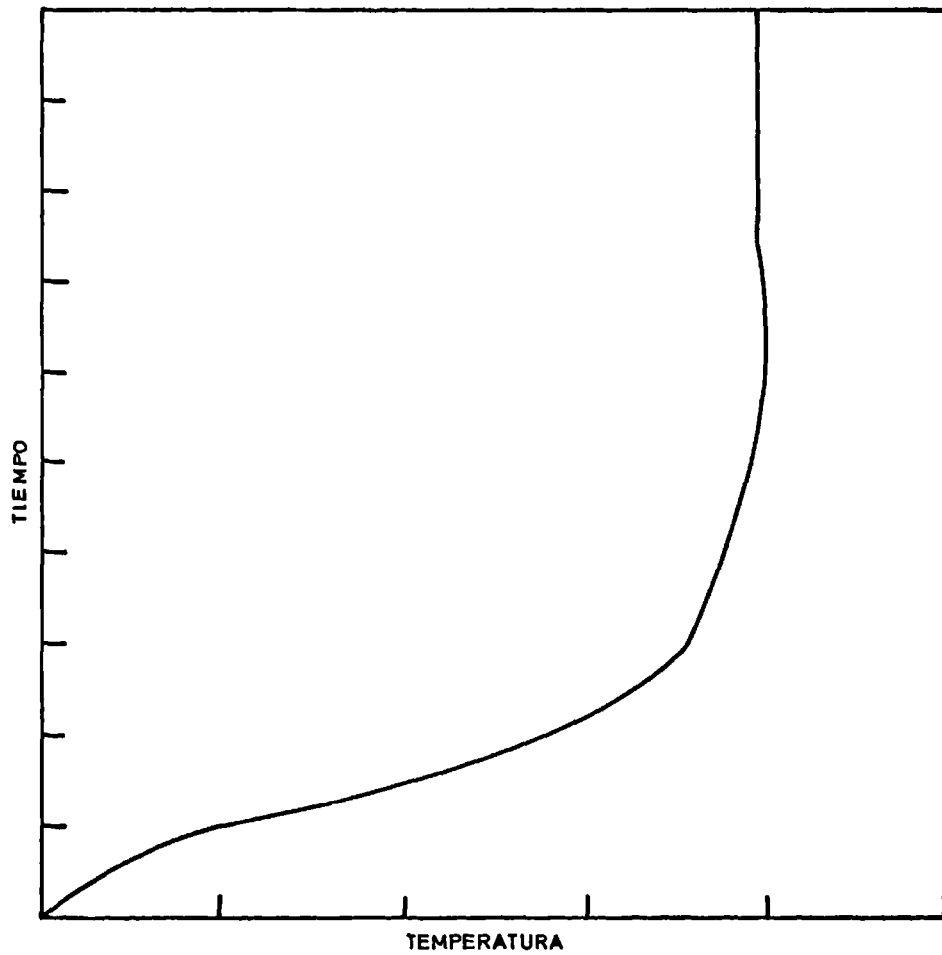


FIG 6 CURVA DE DESCOMPOSICION TERMICA

Cálculos

Peso C-UF₄ · NH₄F = 94.5 g.

Peso obtenido después de la descomposición = 83 g.

$$\text{UF}_4 \text{ Teórico} = \frac{(\text{UF}_4)}{\text{UF}_4 \cdot \text{NH}_4\text{F}} \cdot (94.5) \times \text{g UF}_4 \cdot \text{NH}_4\text{F}$$

UF₄ Teórico = 82.2 g.

Eficiencia de descomposición de UF₄ = $\left(\frac{83}{82.2}\right) (0.795) = 79 \%$

Aquí se termina la descripción del experimento C (y de las demás en general) tratándose a continuación el factor "reuso de la solución -- agotada".

REUSO DE LA SOLUCION AGOTADA EN URANIO. (Ver 10 en Bibliografía).

De acuerdo con la literatura el agente reductor que proviene del HCOOH no se consume durante la reducción. Por lo tanto es de esperarse -- que esta substancia reductora presente casi en su totalidad en la solución agotada pueda emplearse de nuevo. Existen 2 formas para realizar este objeto :

- 1o. A la solución agotada se le agrega nitrato de uranilo sólido y NH₄F -- hasta alcanzar las concentraciones que originalmente tenía antes de -- precipitar:
- 2o. La solución agotada se mezcla con un volumen igual de solución fresca de N.U. La concentración de NH₄F y de HCOOH baja a la mitad por lo que se añade NH₄F y HCOOH para obtener la concentración original de -- estos reactivos. Sin embargo la concentración de nitrato de uranilo permanece a la mitad pues no se agrega éste en forma sólida.

Desde el punto de vista práctico en el trabajo de la Planta Pil_oto es más conveniente el segundo método ya que aparentemente resultaría costoso evaporar las soluciones para obtener nitrato de uranilo en cristales y agregarlo a la solución por precipitar.

Se hicieron tres experimentos con relación a este reuso (G, J, K) explicándose sólo los dos últimos, debido a que en éstos se obtuvieron los mejores resultados, aunque en diferentes condiciones.

EXPERIMENTO J

La solución agotada utilizada fue la de la experiencia E en la que la temperatura de reacción era 90°C y la concentración de ácido fórmico 22.7 g/l.

Condiciones de reacción : Deben ser idénticas a las del experimento E excepto al añadir el ácido fórmico.

T = 90°C.

Nitrato de Uranilo = 76.25 g/l (teóricamente)

Fluoruro de Amonio = 30.61 g (5 % en exceso al estequiométrico)

Acido Fórmico = 22.7 g/l.

Operación : Se cargó el recipiente con 500 ml de solución agotada y 500 ml de solución de N.U. añadiéndose el fluoruro de amonio, sin adición de ácido fórmico; se dejó reaccionar 4 horas y media con una agitación constante de 130 rpm sacando muestras de 20 ml que se mandaron analizar con el resultado siguiente :

Número de Muestra	Tiempo (minutos)	Concentración de U_3O_8 (g/l)
J-EAq-T	0	42.9
J-RAq-1	60	8.44
J-RAq-2	120	0.016
J-RAq-3	180	0.051
J-RAq-4	240	0.054
J-RAq-5	270	0.062

$J-UF_4 \cdot NH_4F = 60.13 \% U \text{ Total.}$

Estos resultados fueron usados para graficar la curva de velocidad de reacción que se muestra en la Fig. 7. Esta figura ilustra claramente que el agente reductor activo no ha sido agotado durante la primera reacción de precipitación y que más cantidades de uranio pueden ser precipitadas por la adición de nitrato de uranio y fluoruro de amonio a la solución agotada al final de la primera etapa.

Desde un punto de vista práctico, estos efectos son de considerable importancia, debido a que el ácido fórmico es uno de los más caros reactivos en el proceso.

Por lo tanto éste experimento indica que después de la adición de ácido fórmico, el agente reductor activo formado a partir del ácido fórmico y presente en la solución agotada puede ser reusado.

EXPERIMENTO K

Debido a que al agregar los 500 ml de solución agotada a igual volumen de solución fresca de N.U. de 85.93 g/l de U_3O_8 , la concentración de todos los reactivos de esta solución baja a la mitad lo cual no es deseable pues siempre se tiene que tener la misma concentración ini-

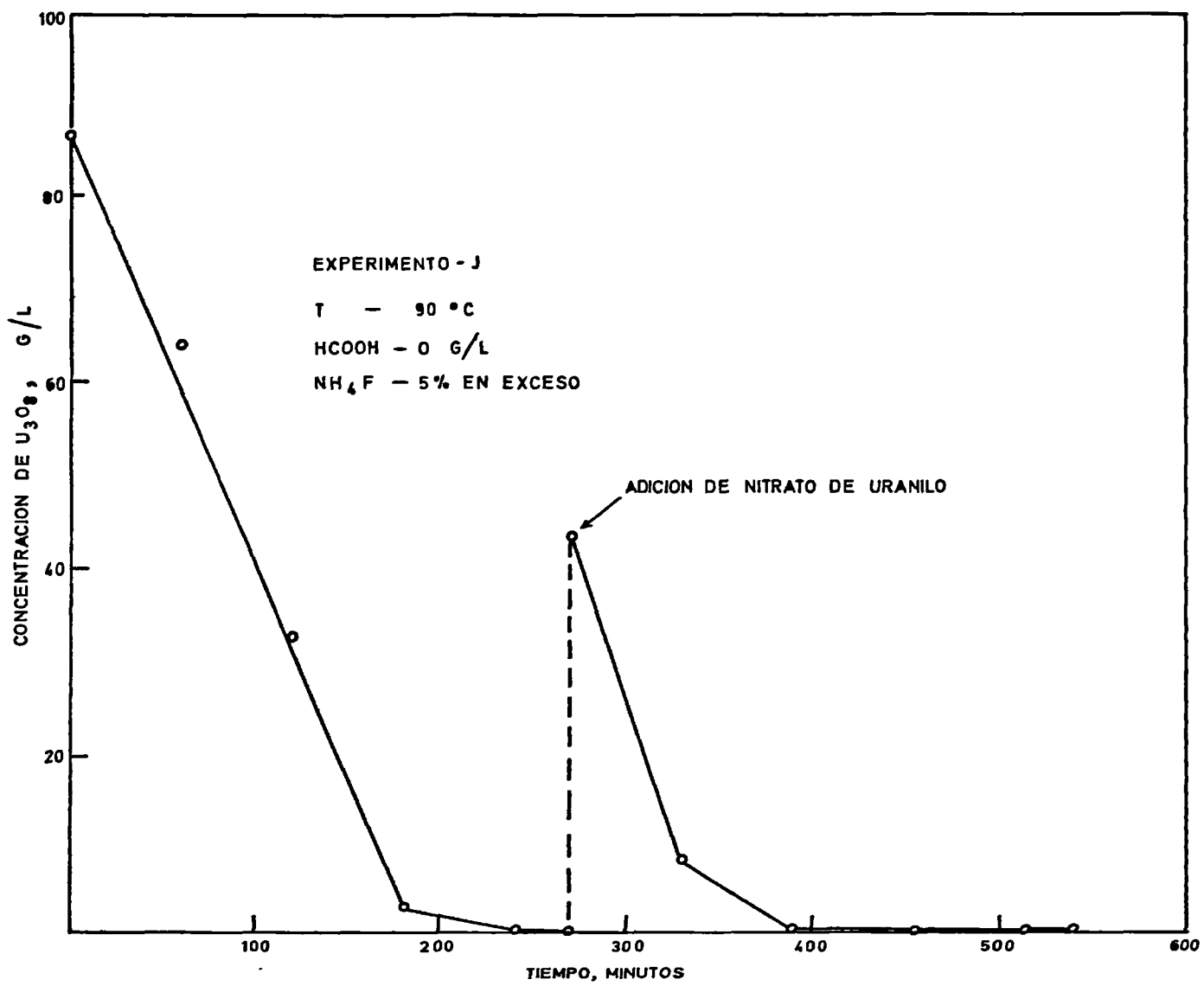


FIG. 7 REUSO DE LA SOLUCION AGOTADA

cial en todos los baches. Por lo tanto se hizo un experimento nuevo para el reuso de la solución agotada (se usó la 1) en las siguientes condiciones .

T = 80°C.

Nitrato de Uranilo = 155.5 g/l.

Fluoruro de Amonio = 61.2255 g (más o menos el 5 % en exceso estequiométrico)

Acido Fórmico = 18 g/l

En este se mezclaron volúmenes iguales de solución agotada y de solución de nitrato de uranilo (500 ml) y se añadió N.U., 9 g/l de ácido fórmico y NH_4F con el objeto de tener concentraciones iniciales semejantes a las del experimento 1.

Los resultados de este experimento aparecen en la Figura 8.

Número de Muestra	Tiempo (minutos)	Concentración del U_3O_8 (g/l).
K-EAq-T	0	86.5
K-RAq-1	60	51.93
K-RAq-2	120	29.42
K-RAq-3	180	0.61
K-RAq-4	240	0.082
K-RAq-5	300	0.09
K- UF_4 NH_4F = 63 % U Total		

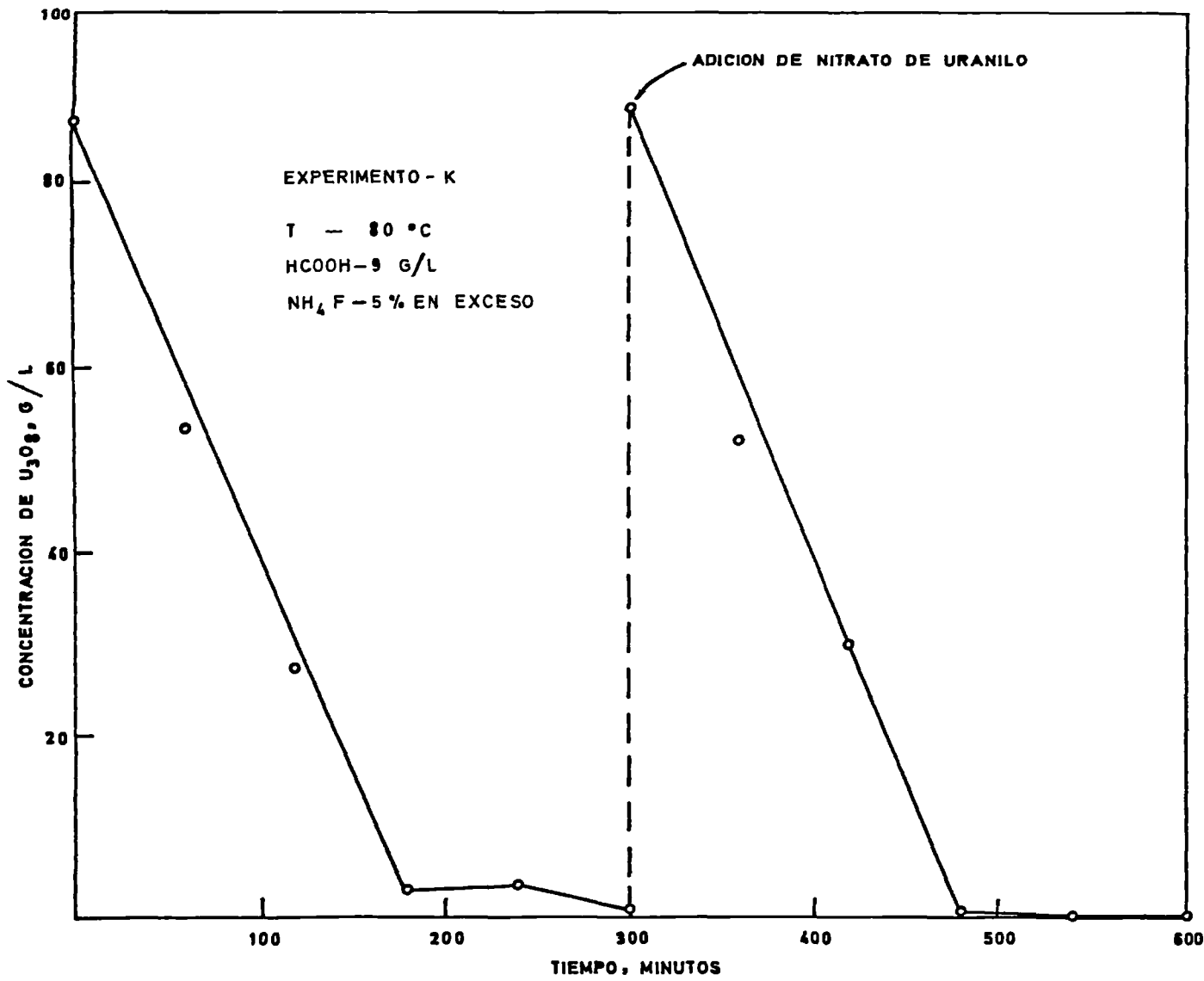


FIG. 8 REUSO DE LA SOLUCION AGOTADA

TABULACION DE EXPERIMENTOS

EXPERIMENTO

CONDICIONES

RESULTADOS

PRECIPITACION	T	= 800c.		
	N.U.	= 158.25 g/l.		
	SO ₂	= 2-3 veces teórico		
	HCOOH	= 9.07 g/l.		
	FNH ₄	= 61.2255 g. (5 %)		
	Agitación	= 130 rpm.		
	Tiempo reacción	= 2 horas		
			UF ₄ .NH ₄ F = 67 % de U Total.	
			Eficiencia = 27.5 %	
DESCOMPOSICION	T	= 500°C	UF ₄	= 23.5 %
	Flujo de Nitrógeno	= 0	U ₃ O ₈	= 76.5 %
	Tiempo	= 3 horas	Eficiencia	= 23.5 %

EXPERIMENTO

CONDICIONES

RESULTADOS

B	PRECIPITACION	T	= 80°C	
		N.U.	= 158.25 g/l.	
		HCOOH	= 22.7 g/l.	
		SO ₂	= 2-3 veces teórico	UF ₄ ·NH ₄ F = 58 % de U Total.
		FNH ₄	= 61.2255 (5 %)	Eficiencia = 96.3 %
		Agitación	= 130 rpm.	
		Tiempo reacción	= 4 horas	

	DESCOMPOSICION	NO SE HIZO	
--	----------------	------------	--

C		YA DESCRITO	
---	--	-------------	--

EXPERIMENTO

CONDICIONES

RESULTADOS

		T	= 90°C.	
		N.U.	= 158.25 g/l.	
		SO ₂	= 2-3 veces teórico	
0	PRECIPITACION	HCOOH	= 9.07 g/l.	UF ₄ .NH ₄ F = 67.7 % del U Tot.
		FNH ₄	= 61.2255 g. (5 %)	Eficiencia = 42 %
		Agitación = Variable por Agitador Neumático.		
		Tiempo	= 4 horas.	
				UF ₄ = 94.17 %
		T	= 370°C.	UO ₂ = 0.06 %
	DESCOMPOSICION	Tiempo	= 45 minutos	U ₃ O ₈ = 0.89 %
		Flujo de nitrógeno	= 1.4 l/min.	NH ₄ ⁺ = 1.2 %
				Eficiencia = 94 %

EXPERIMENTO		CONDICIONES		RESULTADOS	
F	PRECIPITACION	T	= 90°C.		
		N.U.	= 158.25 g/l.		
		SO ₂	= 2 - 3		
		HCOOH	= 22.7 g/l.	UF ₄ .NH ₄ F	= 67 % de U Total
		FNH	= 61.2255 g (5 %)	Eficiencia	= 99.99 %
		Agitación	= Variable		
		Tiempo reacción	= 4 horas 30'		
	DESCOMPOSICION	T	= 360°C	UF ₄	= 96.4 %
		Flujo de Nitrógeno	= 1.4 l/min.	UO ₂	= 0.11 %
		Tiempo	= 1 hora	U ₃ O ₈	= 0.57 %
				Eficiencia	= 96.4 %

EXPERIMENTO	CONDICIONES	RESULTADOS
PRECIPITACION	T = 90°C.	
	N.U. = 158.25 g/l.	
	CO ₂ = 2 - 3	
	HCOOH = 22.7 g/l.	UF ₄ .NH ₄ F = 62.67 % del U Total
	FNH ₄ = 60.97 g (20 %)	Eficiencia = 99.97 %
	Agitación - Variable	
	Tiempo de reacción = 4 horas 30'.	
DESCOMPOSICION	T = 350°C	UF ₄ = 84.07 %
	Flujo de Nitrógeno = 1.4 l/min	UO ₂ = 0.07 %
	Tiempo = 1 hora 30'	U ₃ O ₈ = 11.12 %
		NH ₄ ⁺ = 1.14 %
	Eficiencia = 84 %	

EXPERIMENTO

CONDICIONES

RESULTADOS

		T	= 80°C	
		N.U	= 15 o/l	
		SO ₂	= 2 - 3	
F	PRECIPITACION	Reuso solución agotada		Eficiencia = 21. %
		FNH ₄	= 30.61 g (5 %)	
		Agitación	= Variable	
		Tiempo reacción	= 4 horas 30'	
	DESCOMPOSICION	No se hizo por el poco precipitado obtenido.		

EXPERIMENTO	CONDICIONES		RESULTADOS
H	PRECIPITACION	T = 90°C.	$UF_4 \cdot NH_4F = 63\%$ del U Total Eficiencia = 86.2 %
		N.U. = 158.25 g/l.	
		$SO_2 = 2 - 3$	
		HCOOH = 9.07 g/l.	
		$FNH_4 = 61.2255\text{ g (5\%)}$	
		Agitación = Variable	
		Tiempo reacción = 8 horas 30'	
DESCOMPOSICION	T = 380°C.	$UF_4 = 70\%$	
	Flujo de Nitrogeno = 1.4 l/min.	$UO_2 = 0.12\%$	
	Tiempo = 1 hora	$U_3O_8 = 22.2\%$ Eficiencia = 70 %	

EXPERIMENTO	CONDICIONES		RESULTADOS
PRECIPITACION	T	= 80°C	$UF_4 \cdot NH_4F = 65.22 \% \text{ de U Total}$ Eficiencia = 98.3 %
	N. U.	= 158.25 g/l.	
	SO ₂	= 2 - 3	
	HCOOH	= 15.9 g/l.	
	FNH ₄	= 61.2255 g (5 %)	
	Agitación	= Variable	
	Tiempo reacción	= 6 horas	
DESCOMPOSICION	No se hizo		_____
J	Ya descrito		_____
K	Ya descrito		_____

Como complemento de los análisis químicos realizados a las sales $UF_4 \cdot NH_3$, UF_4 y UF_4 se anexan los resultados del análisis térmico diferencial, termogravimétrico y espectrográfico que se les practicaron para determinar el % de impurezas en el UF_4 .

DETERMINACION DE LAS MEJORES CONDICIONES DE PRECIPITACION (REACTOR).

Los datos de los que fueron extraídos los resultados (de eficiencia o conversión) anteriores puestos en forma tabular, se detallarán a continuación en forma gráfica y además se interpretarán para tratar de obtener las mejores condiciones de operación.

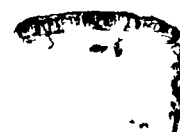
Los datos con los que se construyeron las gráficas se anexarán a) final del capítulo.

1. Temperatura

Como se ve en la Figura 9 al comparar dos experimentos con las condiciones de reacción iguales excepto la temperatura (B-80°C, E-90°C), a un mismo tiempo de reacción (tiempos finales) se tienen conversiones prácticamente iguales, fijando por tanto la temperatura de 80°C como la temperatura de reacción por el ahorro que supone el gasto de energía calorífica en aumentar 10°C más la temperatura de la suspensión.

2. Fluoruro de Amonio

En la Figura 13 se compara el efecto que tiene en la eficiencia de la reacción, la variación del % en peso de fluoruro de amonio en exceso al estequiométrico; teniendo las mismas condiciones en dos experimentos con excepción de fluoruro de amonio (E = 5 %, F = 20 %) se obser



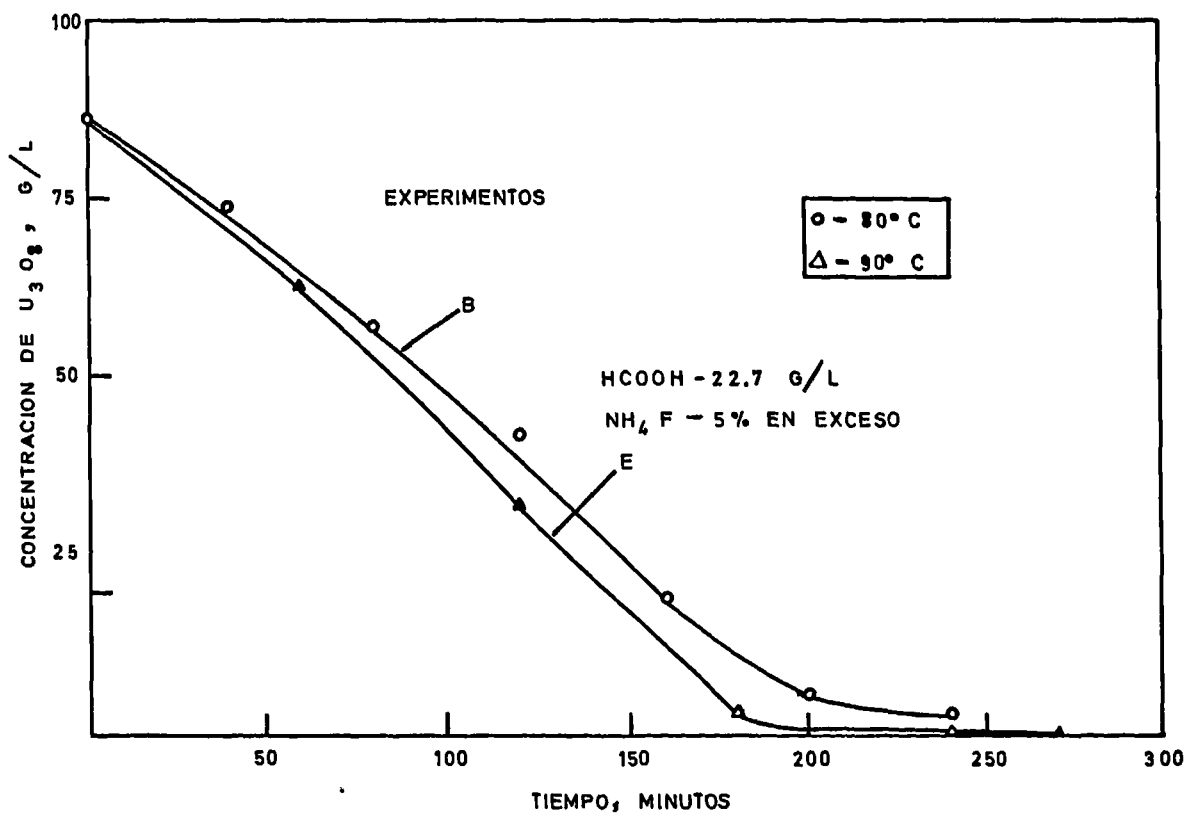


FIG 9 EFECTO DE LA TEMPERATURA EN LA CONVERSION

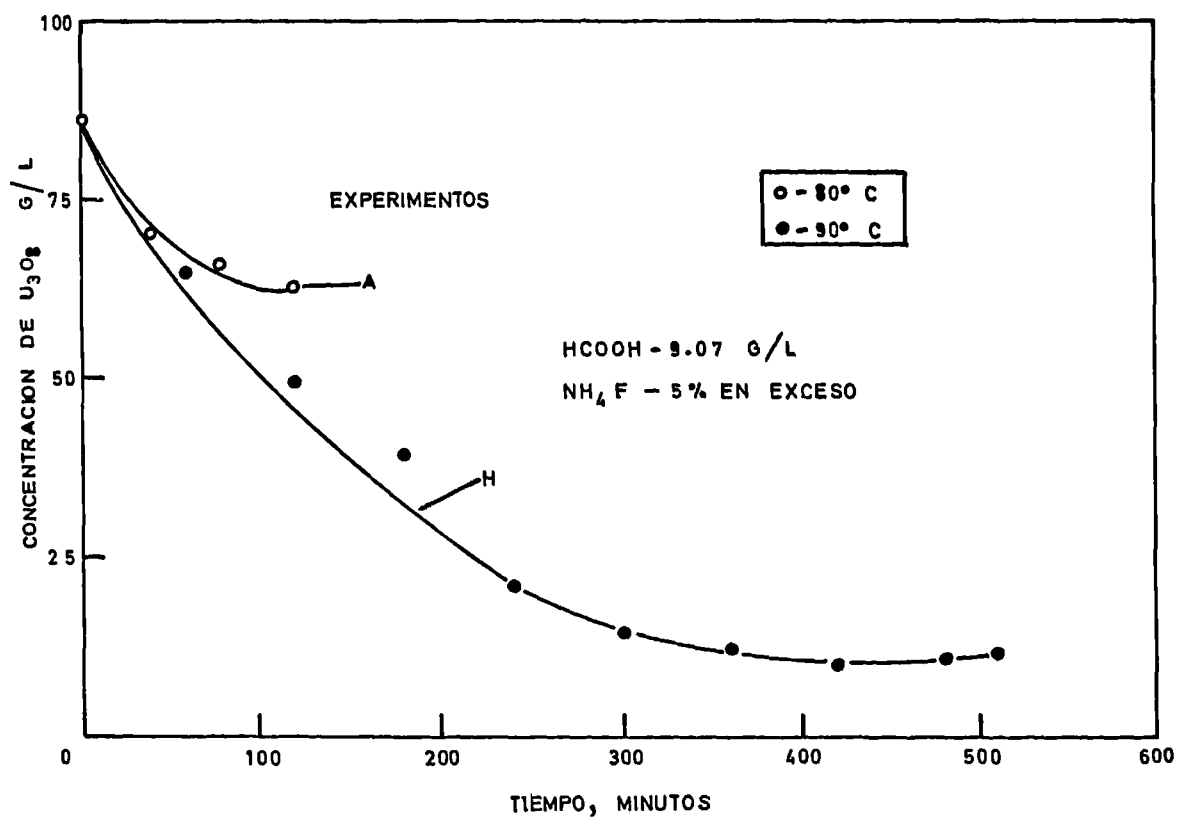


FIG.10 EFECTO DE LA TEMPERATURA EN LA CONVERSION

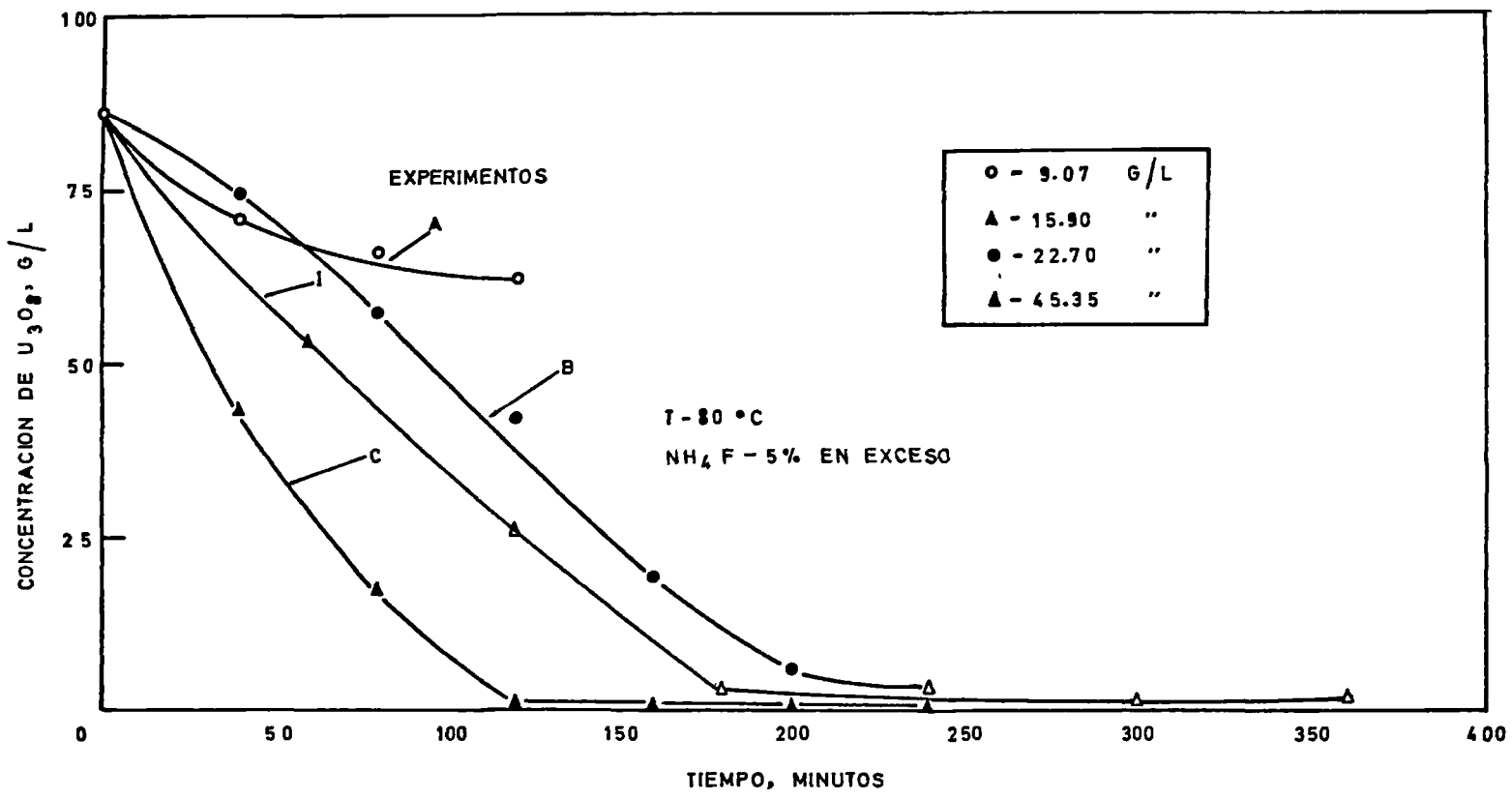


FIG 11 EFECTO DEL HCOOH EN LA CONVERSION

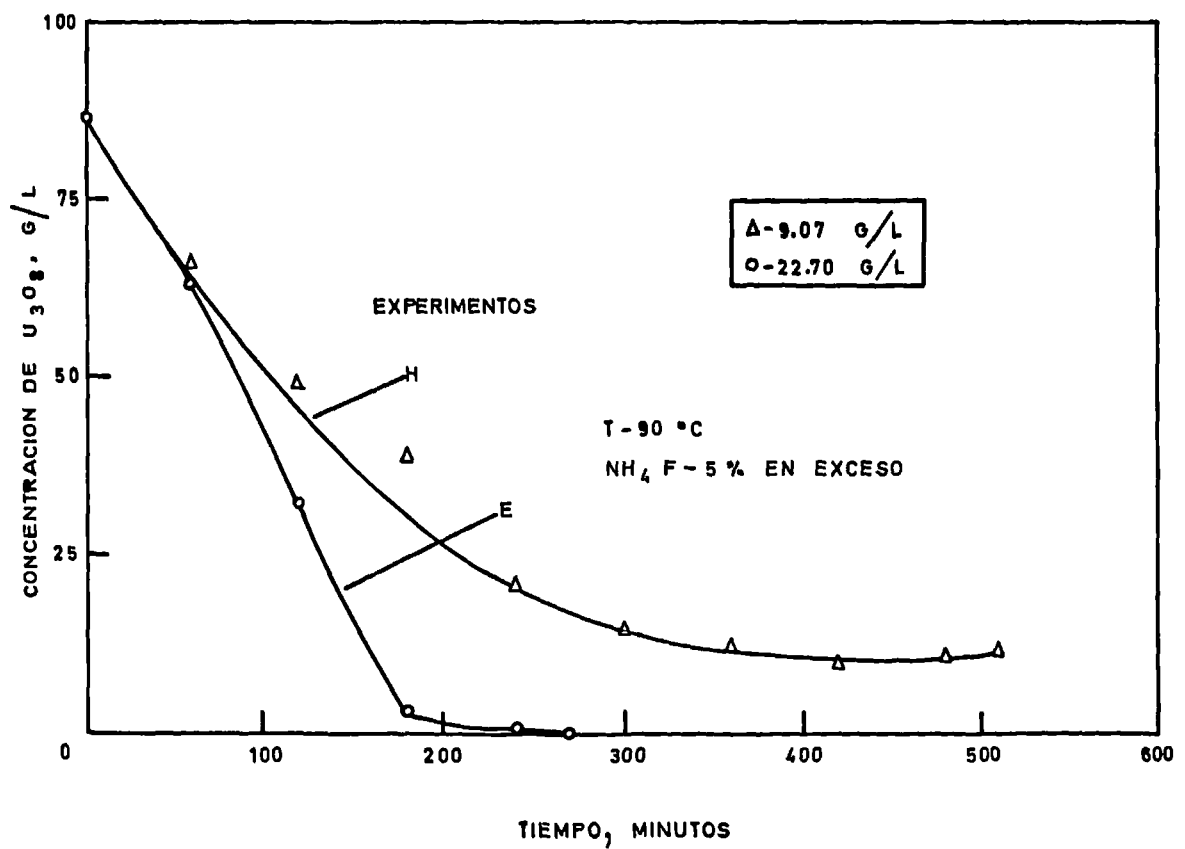


FIG. 12 EFECTO DEL $HCOOH$ EN LA CONVERSION

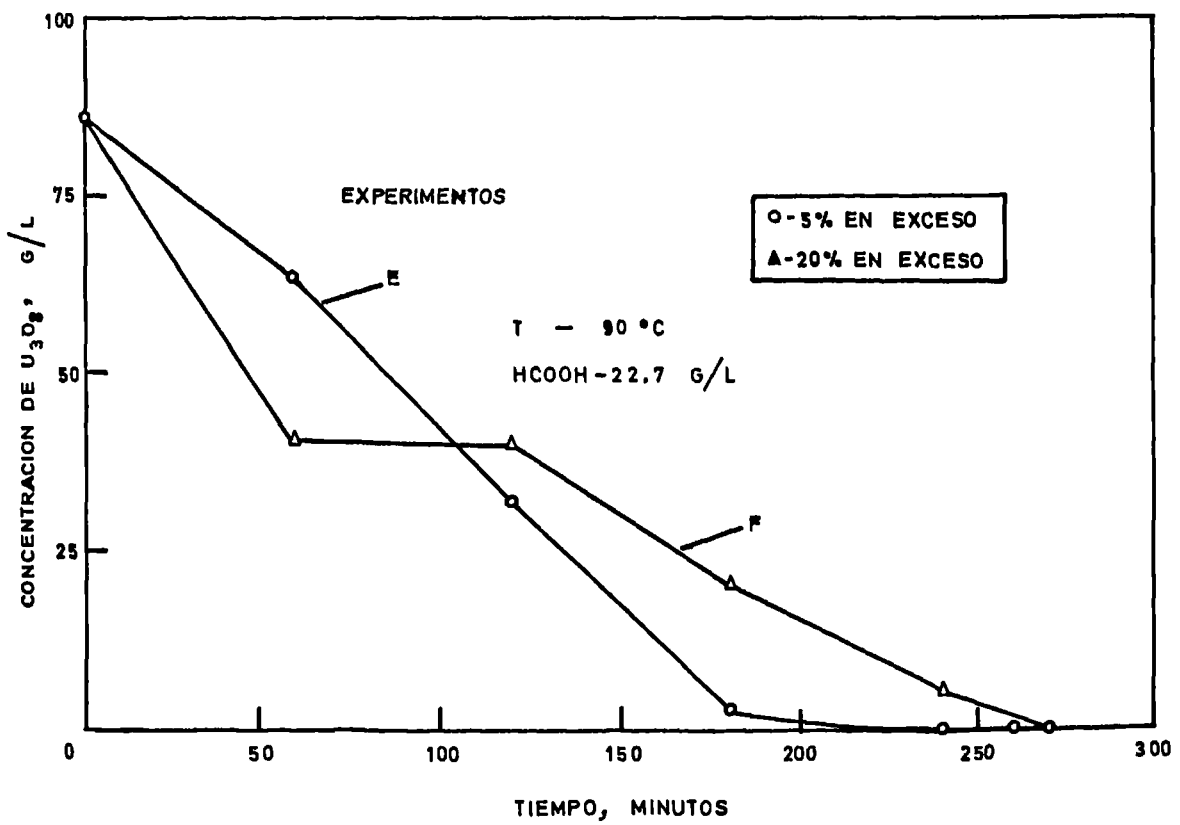


FIG. 13 EFECTO DEL FNH_4 EN LA CONVERSION

va que para el tiempo final de reacción se tienen conversiones iguales por lo que el aumento de fluoruro en exceso no tiene ningún efecto en la velocidad de reacción y por consecuencia en la conversión. Se fija entonces la cantidad de fluoruro de amonio en 5 % en exceso al estequiométrico.

3. Dióxido de Azufre

Debido a que en todas las experiencias se obtuvo relativamente eficiente precipitación se fija en 2 - 3 veces el teórico calculado.

4. Nitrato de Uranilo.

Fijado por el proceso en aproximadamente 75 g/l de concentración en U.

5. Acido Fórmico

Establecidas las condiciones anteriores se concluye que el tiempo de residencia en el reactor depende principalmente de la concentración de ácido fórmico; para fijar esta concentración es necesario hacer un estudio económico, comparando las tres alternativas (experimentos) a la temperatura de 80°C y 5 % de fluoruro de amonio en exceso -- (condiciones ya fijas) las cuales dieron la mejor conversión, haciendo ésta comparación por medio de las siguientes variables: tiempo de resididencia, concentración de ácido fórmico y conversión, fijando la alternativa que nos dé el menor costo.

La comparación anterior supone el cálculo del reactor ya no en escala de laboratorio, sino para una capacidad determinada que se fija para este proceso Vía húmeda, no pudiéndose por esta razón fijar -

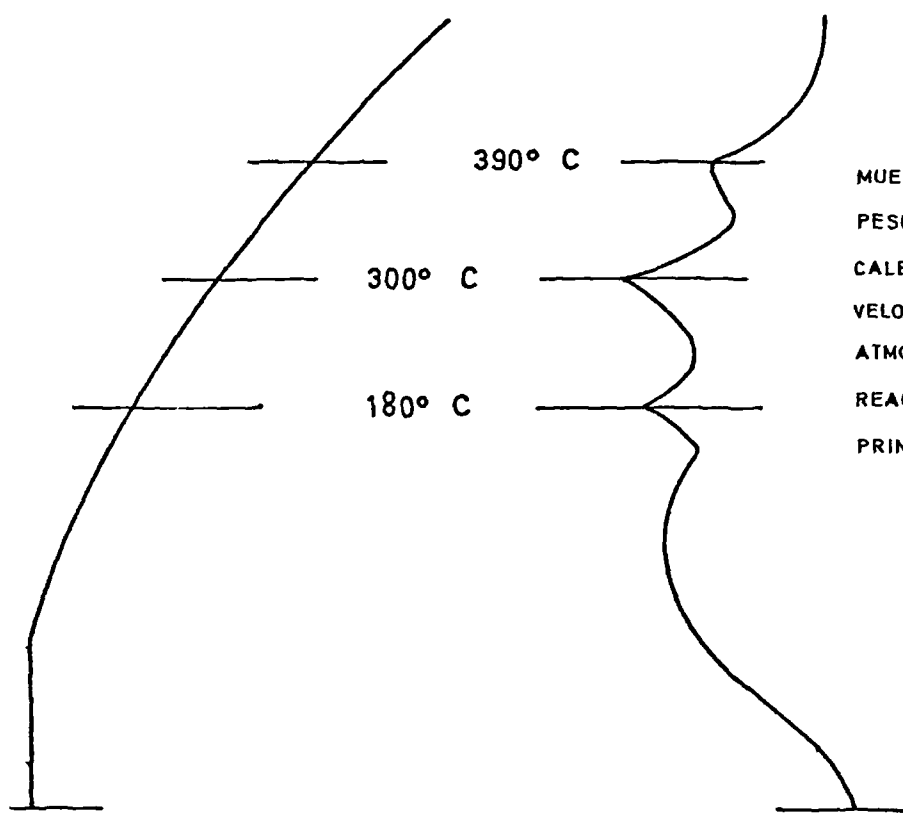
dentro de la parte experimental todas las condiciones óptimas de la reacción de precipitación. Este cálculo se hará para cada alternativa y constituye el Capítulo III.

Las condiciones óptimas de descomposición térmica se resumen en el Capítulo de Conclusiones.

RESULTADO DEL ANALISIS ESPECTROGRAFICO PRACTICADO A

LA MUESTRA DE TETRAFLUORURO DE URANIO E-UF₄

U	=	1	%
Cr	=	10	ppm
Ca	=	4	ppm
Al	=	22	ppm
Ni	=	25	ppm
Cu	=	25	ppm
Mg	=	39	ppm
Ba	=	850	ppm



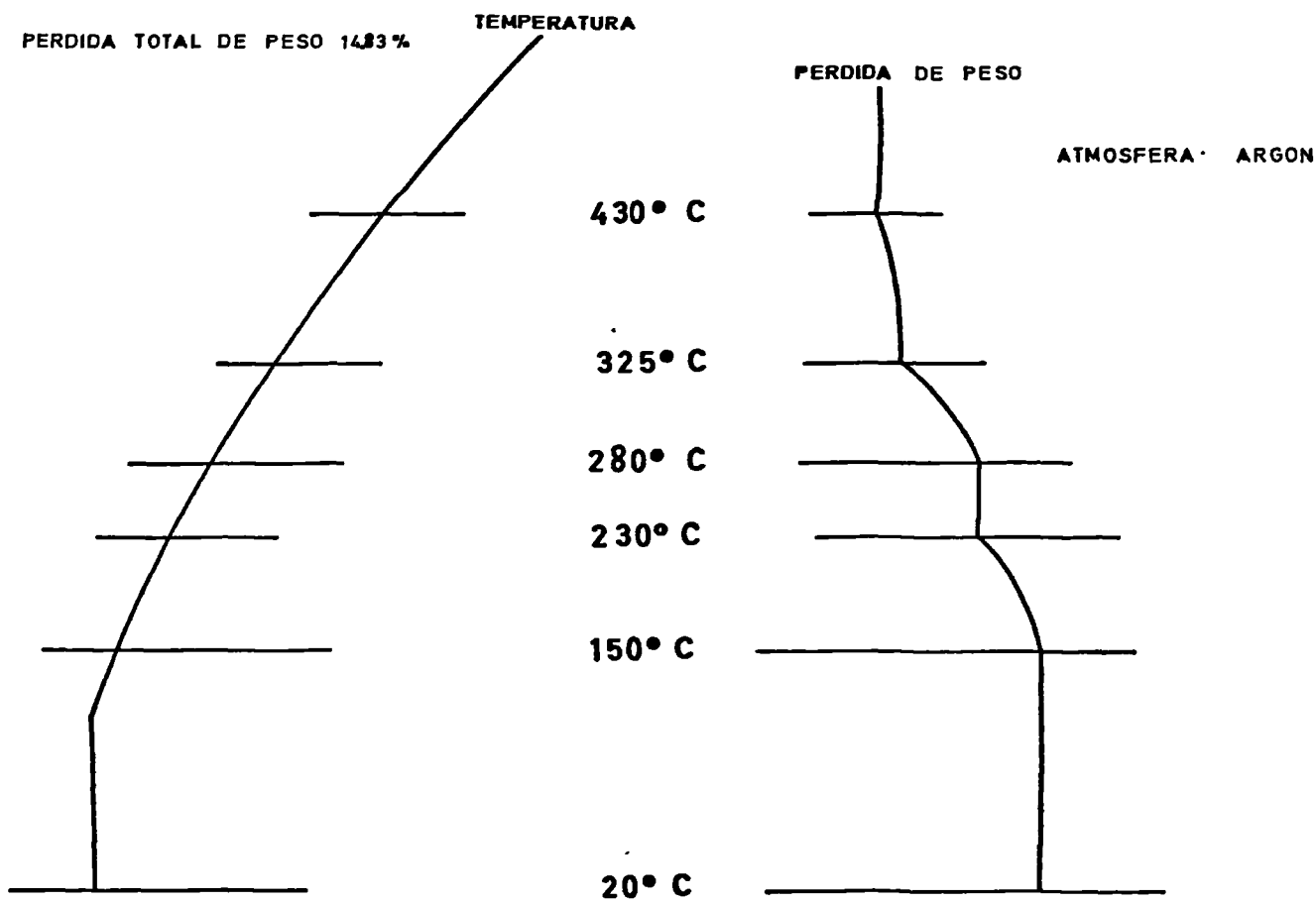
MUESTRA $K-Uf_4 NH_4F$
 PESO 0.3172 g
 CALENTAMIENTO 250° C h.
 VELOCIDAD PAPEL 60 mm h.
 ATMOSFERA ARGON
 REACCION ENDOTERMICA DESDE EL
 PRINCIPIO. CALENTANDO HASTA 350° C

ANALISIS TERMICO DIFERENCIAL

MUESTRA: $K-U\text{F}_6 \cdot NH_4F$

PESO: 0.1484 g

PERDIDA TOTAL DE PESO 14.83%



ANALISIS TERMICO GRAVIMETRICO

DATOS PARA LA CONSTRUCCION DE LAS CURVAS DE VELOCIDAD
DE REACCION.

EXPERIMENTO	No. DE MUESTRA	TIEMPO (min)	CONCENTRACION DE U_3O_8 (g/l)
A	T	0	85.93
	1	40	70.31
	2	80	65.92
	3	120	62.25
<hr/>			
B	T	0	85.93
	1	40	73.78
	2	80	57.34
	3	120	41.96
	4	160	19.38
	5	200	5.87
	6	240	3.20
<hr/>			
D	T	0	85.93
	1	60	68.55
	2	120	60.6
	3	180	50.65
	4	240	49.71

LOS DATOS DE LA C YA FUERON TABULADOS

EXPERIMENTO	No. de Muestra	TIEMPO (min)	CONCENTRACION DE U_3O_8 (g/l)
E	T	0	85.93
	1	60	63
	2	120	32.21
	3	180	2.88
	4	240	0.025
	5	260	0.031
	6	270	0.012
F	T	0	85.93
	1	60	40.84
	2	120	40.27
	3	180	20.62
	4	240	5.82
	5	270	0.025
G	T	0	85.6
	1	60	49.17
	2	120	45.06
	3	180	42.00
	4	240	39.72
	5	270	39.18

EXPERIMENTO	No. DE MUESTRA	TIEMPO (min)	CONCENTRACION DE U_3O_8 (g/l)
H	T	0	85.93
	1	60	65.75
	2	120	49.73
	3	180	39.18
	4	240	20.93
	5	300	14.39
	6	360	12.41
	7	420	10.31
	8	480	10.94
	9	510	11.93
<hr/>			
I	T	0	85.93
	1	60	53.03
	2	120	26.71
	3	180	2.90
	4	240	3.56
	5	300	1.09
	6	330	1.21
	7	360	1.50
<hr/>			
J	DATOS YA TABULADOS		
<hr/>			
K	DATOS YA TABULADOS		
<hr/>			

CAPITULO III

CALCULO DEL REACTOR

En este capítulo se va a determinar el tamaño del reactor intermitente en el cual se lleva a cabo la precipitación del fluoruro doble de uranio y amonio. Como se dijo el cálculo se hará en base de una misma capacidad de producción de uranio metálico para cada uno de los tres experimentos en los cuales se tuvieron las mejores condiciones de reacción y eficiencia de precipitación (B, C, I) escogiéndose el que resulte económicamente mejor.

1. Datos

Producción requerida = 50 Kg U/día; el día se considera de 8 horas

Tiempo de Operación = 300 días/año

Elementos de costo que varían para cada experimento .

Experimento	Eficiencia U ₃ O ₈ en Sol. Agotada (%)	(g/l)	HCOOH (g/l)	Tiempo de Residencia (horas)
B	96.3	3.2	22.7	4
C	99.4	1.08	45.35	2
I	98.4	1.0	15.90	6

Precios :

Vapor a 30 psia - 16 \$/Ton.

Anhidrido sulfuroso - 7 \$/Kg.

Acido Fórmico - 5.30 \$/Kg.

Uranio natural - 660 \$/Kg.

Aislante Lana de Roca - 8 \$/m².

2. Procedimiento de Cálculo

Se hará para la experiencia 8 tabulándose solamente los otros dos. Todos los cálculos son para dos baches.

2.1 Relación de reactivos para un bache

Se obtiene a partir de los datos experimentales del laboratorio.

Solución Inicial : Densidad = 1.1 g/ml. Peso mol. promedio = 502 g/g mol.

$$NU = (158.25 \frac{\text{g}}{1000 \text{ ml. sol}}) (\frac{1 \text{ ml sol}}{1.1 \text{ g mol}}) = 144 \frac{\text{g}}{1000 \text{ g. sol.}}$$

$$HCOOH = (\frac{22.7 \text{ g}}{1000 \text{ ml sol}}) (\frac{1 \text{ ml sol}}{1.1 \text{ g sol}}) = 20.7 \frac{\text{g}}{1000 \text{ g sol}}$$

$$FNH_4 = (61.2255 \frac{\text{g}}{1000 \text{ ml sol}}) (\frac{1 \text{ ml sol}}{1.1 \text{ g sol}}) = 56 \frac{\text{g}}{1000 \text{ g sol}}$$

$$SO_2 = (2.7 \frac{\text{ml}}{\text{seg } 1000 \text{ ml sol}}) (\frac{1 \text{ ml sol}}{1.1 \text{ g sol}}) = 2.45 \frac{\text{ml}}{\text{seg } 1000 \text{ g sol}}$$

2.2 Cantidad de reactivos para la producción deseada :

$$\text{Masa de solución} = (\frac{N.U.}{U}) (\frac{25 \text{ Kg U}}{0.963}) (\frac{1 \text{ Kg solución}}{0.144 \text{ Kg NU}}) = (\frac{502}{238}) (\frac{25}{0.963}) (\frac{1}{0.144})$$

$$\text{Masa de solución} = 382.5 \text{ Kg}$$

$$\text{Masa de N.U} = (0.144 \frac{\text{kg}}{\text{Kg sol}}) (382.5 \text{ Kg Sol}) = 55 \text{ Kg.}$$

$$\text{Masa de HCOOH} = (0.0207 \frac{\text{kg}}{\text{Kg Sol}}) (382.5 \text{ Kg Sol}) = 7.9 \text{ Kg}$$

$$\text{Masa de FNH}_4 = (0.056 \frac{\text{kg}}{\text{Kg Sol}}) (382.5 \text{ Kg Sol}) = 21.5 \text{ Kg.}$$

$$\text{Masa de SO}_2 = 27.5 \text{ Kg}$$

$$\text{Flujo } \text{SO}_2 = 2.45 \frac{\text{ml}}{\text{seg Kg Sol.}}$$

$$\text{Moles } \text{SO}_2 = \frac{PV}{R_T} \quad P = 0.77 \text{ atm}$$
$$V = \frac{0.00245 \text{ litros}}{\text{Kg Sol.}} \times 382.5 \text{ Kg Sol} = 0.935 \text{ litros}$$
$$R = 0.08205 \frac{\text{atm} \cdot \text{l}}{\text{g mol} \cdot ^\circ\text{K}}$$
$$T = 293^\circ\text{K}$$

$$\text{Moles } \text{SO}_2 = \frac{(0.77)(0.935)}{(0.08205)(293)} = 0.03 \frac{\text{g mol}}{\text{seg}}$$

como el tiempo de residencia es 4 horas

$$\text{Masa } \text{SO}_2 = (0.03 \frac{\text{g mol}}{\text{seg}}) (64 \frac{\text{g}}{\text{l g mol}}) (\frac{3600 \text{ seg}}{\text{l hora}}) (4 \text{ h}) = 27.5 \text{ Kg}$$

$$\text{Masa de Agua} = 270.6 \text{ Kg}$$

2.3 Volumen del reactor

$$V_R = V_r + V_L$$

V_R = volumen del reactor

V_r = volumen ocupado por los reactivos

V_L = volumen libre; se expresa como un % de V_r

$$V_r = \frac{382.5 \text{ kg}}{1.1 \frac{\text{Kg}}{\text{l}}} = 350 \text{ litros}$$

$$V_L = (350)(0.2) = 70 \text{ litros} \quad \text{se fija el 20 \% (Ver II en Bibliografía)}$$

$$V_R = 350 + 70 = 420 \text{ litros}$$

2.4 Dimensiones del reactor

Para tener una buena homogeneidad en la mezcla reaccionante se fija la altura igual al diámetro, considerándolo de forma cilíndrica.

$$V_R = \frac{3.1416}{4} D^2 \cdot H$$

D = diámetro del reactor

H = altura del reactor

como D = H

$$V_R = \frac{3.1416}{4} D^3$$

$$D = \left(\frac{4 V_R}{3.1416} \right)^{1/3} = \left(\frac{4 \times 420000}{3.1416} \right)^{1/3}$$

$$D = 75 \text{ cm.}$$

$$H = 75 \text{ cm.}$$

2.5 Consumo de vapor

2.5.1 Se determina por un balance de calor, siendo el calor cedido por el vapor (que se condensa) igual a la cantidad de calor necesaria para elevar y mantener la temperatura de la mezcla reaccionante.

2.5.2 Calor sensible

$$Q_1 = m \bar{c}_p (T_2 - T_1)$$

Q_1 = Calor sensible suministrado para elevar la temperatura de la solución de T_1 a T_2 .

m = Masa de solución

\bar{c}_p = Calor específico medio de la solución

T_2, T_1 = Temps. final e inicial

Para determinar \bar{c}_p se considera que se tiene una solución inicial de 30 % de soluto, recurriéndose entonces a una regla aditiva para su cálculo

$$\bar{c}_p = \bar{c}_{p1} C_1 + \bar{c}_{p2} C_2$$

\bar{c}_{p1} = Calor específico del solvente
 C_1 = Concentración del Solvente
 \bar{c}_{p2} = calor específico del soluto
 C_2 = concentración del soluto

$$\bar{c}_p = (1)(0.7) + (0.5)(0.3) = 0.7 + 0.15 = 0.85$$

$$\bar{c}_p = 0.85 \frac{\text{cal}}{\text{g } ^\circ\text{C}}$$

$$Q_1 = (382500 \text{ g}) \left(0.85 \frac{\text{cal}}{\text{g } ^\circ\text{C}}\right) (80 - 25) ^\circ\text{C} \left(\frac{1 \text{ BTU}}{252 \text{ cal}}\right)$$

$$Q_1 = 70000 \text{ BTU}$$

como el tiempo requerido para llegar a 80°C es de 20 minutos

$$Q_1 = \frac{70000}{20} = 3500 \frac{\text{BTU}}{\text{min}}$$

2.5.3 Pérdidas de calor

En la práctica se han observado coeficientes de $8 - 10 \frac{\text{BTU}}{\text{h ft}^2}$ para éstas pérdidas usando aislante de lana de roca

$$Q_2 = \left(10 \frac{\text{BTU}}{\text{h ft}^2}\right) (A_T)$$

Q_2 = pérdidas de calor

A_T = área de transmisión

$$Q_2 = (10) (3.1416) \left(\frac{75}{30.5}\right)^2$$

$$Q_2 = \left(190 \frac{\text{BTU}}{\text{h}}\right) \left(\frac{1 \text{ h}}{60 \text{ min}}\right)$$

$$Q_2 = 3.18 \frac{\text{BTU}}{\text{min}}$$

2.5.4 Cantidad de Vapor

$$Q = V h$$

Q = calor suministrado al reactor en $\frac{\text{BTU}}{\text{min}}$

V = Vapor saturado

h = entalpia del vapor a 30 psia (250°F)

$$V = \frac{Q}{h} = \frac{3500 \text{ BTU/min}}{1164 \frac{\text{BTU}}{\text{lb}}}$$

$$V = \left(3 \frac{\text{lb}}{\text{min}}\right) \frac{1 \text{ kg}}{2.216}$$

$$V = 1.36 \text{ kg/min}$$

Debido a que se requiere un gasto muy pequeño de vapor y que es prácticamente igual en los 3 casos no se tomará en cuenta para la comparación económica.

2.6 Cálculo del Agitador (Ver 4 y 8 en Bibliografía)

2.6.1 Generalidades

La agitación de un fluido en un recipiente es una operación basada en los principios de mecánica de fluidos. El recipiente en donde se efectúa la agitación debe estar provisto de baffles o mamparas para mantener uniforme el nivel del fluido independientemente de la velocidad de rotación del agitador. Sin embargo si el recipiente no tiene baffles, a una alta velocidad de rotación, se formará un vórtex. El vórtex ocurre cuando el nivel del fluido se incrementa a lo largo del radio y éste fenómeno puede ocurrir en una superficie ilimitada trayendo como consecuencia el aumento de la potencia del motor del agitador.

2.6.2 Tipo de Impulsor

Se va a emplear el impulsor de "turbina" que es el adecuado para recipientes en los cuales se lleva a cabo una reacción química como la

estudiada teniéndose buena eficiencia en la agitación, además con un costo de impulsor no muy elevado.

2.6.3 Especificaciones del impulsor

De la literatura se sacan los siguientes datos

Impulsor	$\frac{D_T}{D_I}$	$\frac{Z_L}{D_I}$	$\frac{Z_I}{D_I}$	Baffles	
				No.	$\frac{W}{D_T}$
Turbina	3	2.7-3.9	0.75-1.3	4	0.17

D_T = diámetro del tanque

D_I = diámetro del impulsor

Z_L = altura del líquido

Z_I = elevación del impulsor

W = espesor del baffle

2.6.4 Dimensiones del impulsor

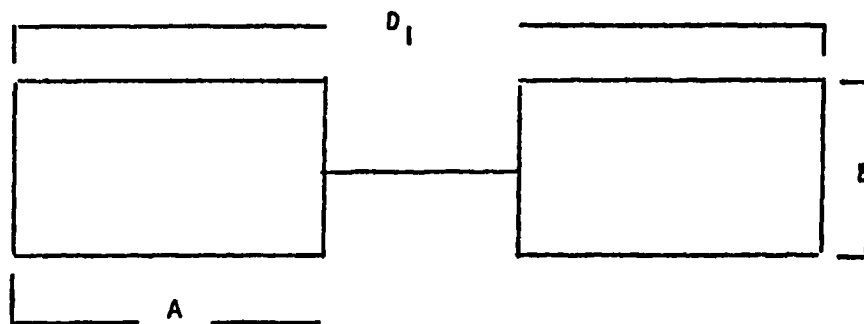
Diámetro

$$D_I = \frac{D_T}{3} = \frac{75 \text{ cm.}}{3}$$

$$D_I = 25 \text{ cm}$$

$$A = 1,25 D_I = 6.25 \text{ cm.}$$

$$B = 0.2 D_I = 5 \text{ cm.}$$



Elevación

$$\frac{Z_1}{D_1} = 1$$

$$Z_1 = 25 \text{ cm}$$

Baffles

4 Baffles con un espesor de 17 cm

$$W = D_T (0.17) = 13 \text{ cm}$$

Altura del líquido

$$\frac{Z_1}{D_1} = \frac{80 \text{ cm}}{25 \text{ cm}} = 3.2 \text{ (dentro de las especificaciones)}$$

2.6.5 Potencia del Motor

Es necesario corregir el número de R.P.M. del agitador en el laboratorio por medio del Reynolds para agitación y poder así aplicarlo a una escala mayor.

$$Re_L = \frac{N_p}{N_L}$$

$$50 \quad 1$$

$$50-100000 \left(\frac{D_L}{D_p} \right) 0.56$$

$$100000 \left(\frac{D_L}{D_p} \right) 0.67$$

L = en equipo de laboratorio

P = en equipo grande

N = R.P.H.

D = diámetro

$$Re_L = \frac{D_1^2 N_L d}{\nu} \quad \nu = \text{viscosidad del fluido l c.p. (supuesto)}$$

$d = \text{densidad del flujo l.l g/ml}$

$N_L = 130 \text{ R.P.M.}$

$D_1 = 6 \text{ cm}$

$$Re_L = \frac{(6)^2 (130) (60) (62.3) (1.1)}{(30.5)^2 (1) (2.42)} = 8500$$

$$\frac{N_p}{N_L} = \left(\frac{D_L}{D_p}\right)^{0.56}$$

$$N_p = N_L \left(\frac{D_L}{D_p}\right)^{0.56} = 130 \left(\frac{6}{75}\right)^{0.56}$$

$N_p = 21 \text{ R.P.M.}$

Potencia del Motor

$$P = \frac{N_{p0} d N_p^3 D_1^5}{g_c e}$$

$P = \text{potencia en } \frac{\text{lb-ft}}{\text{seg}}$ cuando se tiene baffles

$$g_c = 32.2 \frac{\text{lb-ft}}{\text{lb-sec}^2}$$

$N_{p0} = \text{número de potencia}$

$e = \text{eficiencia del motor}$

Po se calcula por medio de una gráfica que está en función del Re y de

la relación $\frac{W}{D}$ escogida (Foust p 414)

$$Re = \frac{N_p D_1^2 d}{\nu} = \frac{(0.83)^2 (21) (60) (68.5)}{(1) (2.42)}$$

$$Re = 42800 \quad \frac{W}{D} = 0.17$$

$$N_{p0} = 7$$

$$P = \frac{(7) (68.5) (21)^3 (1.09)^5}{(60)^3 (32.2) (0.9)} = 1.2 \frac{\text{lb-ft}}{\text{seg}}$$

$$P = \frac{1.2}{500} = 0.0024 \text{ H.P.}$$

Como no se tienen motores con ésta potencia nominal, en el catalogo B-536 R de Lightning Mixers se tiene el motor requerido para las necesidades del caso es de 1/30 H.P. pero se tiene 200 litros como volumen máximo de agitación. Por lo tanto para el caso en el que el volumen es de 1000 litros aproximadamente se recomienda usar un motor con una potencia nominal de 1/8 H.P. sacado este dato del catálogo B-540 de Lightning Mixers.

Por lo tanto el consumo de electricidad es : (1/8 H.P.)

$$\left(\frac{0.745 \text{ kw}}{1 \text{ HP}}\right) (4.5 \text{ h}) = 0.42 \text{ Kw} - \text{h.}$$

Debido a que el consumo de electricidad es muy pequeño, como consecuencia resulta con un costo muy bajo que tendrá muy poca influencia en el costo comparativo por lote.

2.7 Uranio en solución agotada

$$U = (0.0032) \left(\frac{3U}{U_3O_8}\right) \left(\frac{382.5}{1.1}\right) = 0.95 \text{ Kg}$$

2.8 Materiales de construcción (Ver 10 en Bibliografía)

Pruebas de corrosión efectuadas por Muir y Golante indican - que sólo las aleaciones Coronel 230 y 240 pueden ser consideradas para el manejo de líquidos muy corrosivos tal como el sistema fluoruro de amonio-ácido fórmico-dióxido de azufre. Sin embargo en gran escala su

costo llega a ser prohibitivo.

Por tanto se usan materiales plásticos, en donde sea posible.

2.8.1 Reactor

Penton se usa en su construcción en forma de una cubierta homogénea sobre acero. Es muy resistente en la corrosión pero tiene la desventaja de tener muy baja resistencia al esfuerzo mecánico.

2.8.2 Impulsor

Polipropileno se usa en su construcción, es muy resistente a la corrosión y al esfuerzo mecánico. En la flecha del agitador se usa como recubrimiento.

2.9 Costo comparativo por lote

Elementos de Costo	Consumo	Precio	Costo por lote (\$)
SO ₂ (Kg)	27.5	7 \$/Kg	192.50
U Sol. Agotada (Kg)	0.95	660 \$/Kg	625.00
HCOOH (Kg)	7.9	5.30 \$/Kg	42.00
			<hr/>
			\$ 859.50

COMPARACION DE ALTERNATIVAS POR EL COSTO POR LOTE

Experimento	B	C	I
Costo por lote			
SO ₂	192.50	96.25	420.00
U Sol. Agotada	625.00	120.00	310.00
HCOOH	42.00	21.00	415.00
	<hr/>	<hr/>	<hr/>
	859.50	237.25	1,145.00
	<hr/> <hr/>	<hr/> <hr/>	<hr/> <hr/>

IV) CONCLUSIONES

I) Del punto de vista de comparación el método de obtención por Vía Seca.

1.- Se reducen el número de etapas o procesos químicos en la fase final del tratamiento de los minerales de uranio para obtención de combustibles nucleares, pues mientras en la Vía seca son cuatro en la húmeda son dos; además al disminuir el número de etapas, hay menos posibilidad de contaminación del producto y por tanto mayor pureza.

2.- Se elimina de el proceso el ácido fluorhídrico el cual es muy corrosivo y peligroso, evitándose por tanto el uso de equipo construido con material muy especial y muy costoso. Una consecuencia de ésta cualidad es la utilización de este procedimiento en países donde no se produce HF en escala industrial.

II) Del punto de vista de operación

1.- Las condiciones de precipitación más convenientes de la sal doble en el reactor son las siguientes :

T - 80°C (Operación isotérmica)

$(\text{NO}_3)_2\text{UO}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ como U_3O_8 - 85.93 g/l.

FNH_4 - 5 % en exceso del estequiométrico necesario

HCOOH - 45.35 g/l. Esta condición se fijó por el estudio hecho en el Capítulo III en el que la alternativa C resultó con el más bajo costo - siendo esto debido a que al aumentar la concentración de HCOOH aumenta la eficiencia de la precipitación de la sal doble disminuyendo el uranio en la solución agotada, siendo éste factor predominante en el costo com-

parativo por lote en las tres alternativas.

Tiempo de residencia - 2 horas

3. Las condiciones de descomposición de la sal doble más convenientes son :

T = 360°C

Tiempo - 1 hora

Atmósfera de nitrógeno con un flujo de 1.4 l/min.

2. La precipitación se ve afectada además por los siguientes factores

2.1 El factor principal que influye en la precipitación es la concentración inicial de HCOOH en la solución inicial.

2.2 De los resultados obtenidos en laboratorio indican que existe un gradiente constante durante el curso de la precipitación y esto es - mantenido debido a la continua regeneración de un agente reductor activo. Este agente reductor es un complejo derivado del HCOOH el cual es regenerado por SO₂. Esto sugiere que la solución agotada obtenida después de la completa precipitación puede ser reusada e iniciar posteriores precipitaciones sin adición de HCOOH y para la práctica con adición de éste en sólo la mitad de la concentración existente en la solución inicial.

III) Características generales del reactor

Diámetro - 64 cm.

Altura - 64 cm.

Impulsor de Turbina - D = 21.5 cm

Elevación - 21.5 cm.

4 Baffles con un espesor de 11 cm.

potencia del motor - 1/8 HP

B I B L I O G R A F I A

1. Atomic Fuel Corporation. Japan. Refining of Uranium Metal by The Excer Process (1963)
2. Brodsky M. and P. Pagny. Progress in the Fabrication of Uranium : The Double Fluoride Cycle. Proceedings of the Second International Conference on the Peaceful Uses of Atomic Energy. Vol. 4 P-69. United Nations (1958)
3. Foust A.S. and L.A. Wenzel. Principles of Unit Operations. John Wiley & Sons, Inc. New York (1960),
4. Galkin N.P., Malorou, U.D. Veryatin. The Technology of the Treatment of Uranium concentrates. The Mac Millan Company. New York (1963)
5. Kern D.G. Process Heat Transfer. McGraw Hill Book Co. Inc. New York (1950).
6. Mineral Fact and Problems. United States Department of the Interior Bureau of Mines. (1965)
7. Nuclear Abstracts. Ammonium Uranium Fluorides. 18:37293 A/CONF 28/P836.
8. Perry J.H. Chemical Engineers Handbook. McGraw Hill Book Co. Inc. New York. (1963).
9. Rand M.H. and O. Kubaschewski. The Thermochemical Properties of - Uranium Compounds. Interscience Publishers, New York (1963).
10. Robinson R.E. and C.W.A Muir. Laboratory and Pilot Plant Tests on the production of ammonium uranous fluoride in refining operations. Proceedings of the Third International Conference on the Peaceful Uses of Atomic Energy. Vol. 12 P-281. United Nations (1965).

11. Smith J.M. Chemical Engineering Kinetics. Mac Graw Hill Series
in Chemical Engineering. New York. 1958.
12. Rodden C.J. Current Commission Methods for producing UO_3 , UF_4 ,
 UF_6 . Analytical Chemistry Considerations TID 5295. 1956.
13. Turnbull R. y Argandoña J.R. Generalidades sobre el tratamiento de
Minerales de Uranio. C.N.E.N. 1965.
14. Urrea Lugo J. Aspectos Mecánicos y Eléctricos en el Anteproyecto
de una Planta Metalúrgica para obtener uranato de sodio. Tesis.