

B288/8703

ISSN 0101-3084

**CNEN/SP**

---

***ipen*** Instituto de Pesquisas  
Energéticas e Nucleares

**SISTEMA DE TRANSFERÊNCIA DE COMPOSTOS FLUORADOS  
GASOSOS PARA ANÁLISE POR ESPECTROFOTOMETRIA  
INFRAVERMELHA**

**Lúcia Prado**

**PUBLICAÇÃO IPEN 149**

**JULHO/1968**

**SÃO PAULO**

**SISTEMA DE TRANSFERÊNCIA DE COMPOSTOS FLUORADOS  
GASOSOS PARA ANÁLISES POR ESPECTROFOTOMETRIA  
INFRAVERMELHA**

**Lúcia Prado**

**DEPARTAMENTO DE PROCESSOS ESPECIAIS**

**CNEN/SP  
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES  
SÃO PAULO – BRASIL**

Série PUBLICAÇÃO IPEN

INIS Categories and Descriptors

B11.20

FLUORIDES

GASES

INFRARED SPECTRA

MATERIALS HANDLING

SPECTROPHOTOMETRY

VACUUM SYSTEMS

---

IPEN - Doc - 3018.

Aprovado para publicação em 14/05/88.

Nota: A redação, ortografia, conceitos e revisão final são de responsabilidade do(s) autor(es).

# SISTEMA DE TRANSFERÊNCIA DE COMPOSTOS FLUORADOS GASOSOS PARA ANÁLISE POR ESPECTROFOTOMETRIA INFRAVERMELHA

- LÚCIA PRADO -

## RESUMO

Apresenta-se um projeto para uma linha de vácuo destinada a manuseio e transferência de gases fluorados envolvidos no processo de análise por infravermelho do hexafluoreto de urânio. O texto inclui comentários específicos de características para cada componente e das possibilidades de sua obtenção no mercado nacional.

## TRANSFERENCE SYSTEM OF GASEOUS FLUORIDE COMPOUNDS FOR INFRARED SPECTROFOTOMETRIC ANALYSIS

### ABSTRACT

A vacuum line design for transference of gaseous fluoride compounds involved in the uranium hexafluoride infrared analysis is presented. The text include specific comments about the characteristics of each component and about the possibilities of its acquisition in the national market.

### I. INTRODUÇÃO

Em vista da inexistência de normas específicas para a análise por infravermelho do hexafluoreto de urânio o laboratório do CDTN-NUCLEBRAS segue as sugestões dadas pelo professor W. Bacher do "Kernforschungszentrum Karlsruhe Institut für Kernverfahrenstechnik". Essas sugestões consistem em:

- A) Medida da concentração de  $UF_6$  de uma amostra pesada completamente transferida na fase gasosa. Antes da medida deve-se efetuar uma calibração cuidadosa do instrumento;
- B) Medida de pressão total a  $0^\circ C$  ( $23,5 \pm 0,2$  mb);
- C) Determinação de concentração de impurezas gasosas que podem estar presentes no fluor usado para produção de  $UF_6$  ( $HF, SiF_4, CF_4$ ) e que podem não ter sido removidas durante a purificação do  $UF_6$ . Para isso transfere-se, a  $25^\circ C$ , uma amostra gasosa de  $UF_6$  para uma célula com caminho ótico de 10cm e com janelas de  $AgCl$  e o espectro de absorção ótica é registrado no intervalo compreendido entre  $4000$  e  $400cm^{-1}$ .

Para que a amostra analisada seja satisfatória é necessário que as seguintes condições sejam observadas:

- A) Não pode ocorrer absorção ótica em  $3876 \pm 2\text{cm}^{-1}$ , que corresponde à linha rotacional mais intensa, dentro do ramo P, da banda vibracional de HF. Ausência de absorção nessa região indica haver uma quantidade de HF na amostra inferior a 5mb.
- B) Deve-se registrar cuidadosamente a absorção em  $1282 \pm 2\text{cm}^{-1}$ , correspondente ao  $\text{CF}_4$ , e comparar esse valor com a curva de calibração relevante. Deve-se efetuar um cálculo quantitativo do conteúdo de  $\text{CF}_4$ , cujo valor não deve exceder 0,01 mol%.
- C) O valor de absorção em  $1029 \pm 2\text{cm}^{-1}$  correspondente à absorção do  $\text{SiF}_4$ , deve ser registrado cuidadosamente e comparado à curva de calibração relevante. Deve-se efetuar o cálculo quantitativo do conteúdo de Si na amostra de  $\text{UF}_6$ , o qual não deve exceder 50µg Si/gU.

Antes de se efetuar as análises B e C pode haver necessidade de se tratar a amostra de  $\text{UF}_6$  por algumas horas com 1 bar de fluor, a  $100^\circ\text{C}$ , de forma a converter todo C em  $\text{CF}_4$  e todo Si em  $\text{SiF}_4$ .

As curvas de calibração acima mencionadas consistem em gráficos da intensidade de absorção em função da pressão de material puro colocado na célula de medida, para os comprimentos de onda de interesse.

## II. OBJETIVO DO PRESENTE TRABALHO

Tendo em vista as considerações anteriores o presente tem por finalidade apresentar um projeto de uma linha a vácuo para manuseio e transferência dos gases envolvidos no processo de análise de  $\text{UF}_6$  por infravermelho buscando, na medida do possível, uma opção nacional em termos de componentes empregados que sejam compatíveis com o material manuseado.

## III. CONSIDERAÇÕES TÉCNICAS

### III.1. PROCESSO DE TRANSFERÊNCIA

A transferência de material do cilindro de amostragem para a célula de medida é feita segundo o princípio de transferência a vácuo por vaporização e a coleta é efetuada por condensação. Segundo Schriver (1) para que o processo de transferência seja eficiente duas premissas básicas devem ser satisfeitas. A primeira delas requer que, numa transferên

cia quantitativa, a pressão de vapor máxima tolerável na linha seja da ordem de 1 micron ( $10^{-3}$  torr). Isso implica no emprego de temperaturas baixas para condensação do material sendo que o refrigerante normalmente utilizado nessas operações é o nitrogênio líquido (ponto de ebulição =  $-196^{\circ}\text{C}$ ).

A segunda condição requer a obtenção de um bom vácuo inicial na linha pois a presença de moléculas estranhas irá impedir o movimento dos gases condensáveis. Em geral recomenda-se que seja empregado um vácuo inicial de  $10^{-3}$  torr em processos de transferência de grandes quantidades de gases não reativos. No caso de se lidar com pequenas quantidades de gás e gases altamente reativos recomenda-se a obtenção de um vácuo inicial na faixa de  $10^{-4}$  a  $10^{-5}$  torr.

A separação de compostos de diferente volatilidade pode ser feita por temperatura passando-se a mistura gasosa por armadilhas refrigeradas a temperaturas diferentes de forma a condensar os componentes de uma forma seletiva. Se a razão entre as pressões de vapor para dois compostos for maior do que  $10^4$ , a separação pode ser considerada excelente; se for igual a  $10^3$  pode-se obter uma boa separação e para uma razão de  $10^2$  a separação deve ser considerada apenas satisfatória.

No tocante à velocidade de bombeamento do sistema é interessante observar-se a fórmula para o número de moléculas por segundo deslocadas de uma das extremidades de um tubo cilíndrico para a outra, equação essa válida para a região de fluxo molecular ( $<10^{-2}$  torr):

$$q = \frac{Nd^3 \pi}{3L \sqrt{2} \pi MR} \left( \frac{P_2}{\sqrt{T_2}} - \frac{P_1}{\sqrt{T_1}} \right) \quad (\text{ref.1, pg.24})$$

onde:

N ..... número de Avogadro

d ..... diâmetro do tubo

L ..... comprimento do tubo

M ..... peso molecular do gás

R ..... constante do gás

$P_1, T_1$  .. pressão e temperatura numa das extremidade do tubo

$P_2, T_2$  .. pressão e temperatura na outra extremidade do tubo

É perfeitamente visível da equação ( $q \propto d^3$ ) que a utilização de tubos e válvulas de diâmetros maiores melhoram a velocidade de bombeamento.

mento à baixa pressão. Se no entanto forem empregados válvulas e tubos de grandes dimensões num ponto da linha e o oposto em outro local o sistema será ineficiente uma vez que, à semelhança do circuito elétrico, a impedância total do sistema ( $I_t \propto \frac{1}{q}$ ) é igual à soma das impedâncias individuais. Conseqüentemente os tubos e válvulas de pequeno diâmetro irão determinar proponderantemente a impedância do sistema. Para se ter uma otimização do sistema aconselha-se o emprego de tubos e válvulas de diâmetros maiores na região de alto vácuo da linha e na região de armadilhas, em relação aos diâmetros empregados na região de manuseio dos gases.

### III.2. MATERIAIS ENVOLVIDOS

Tanto o  $UF_6$  como o HF e o  $F_2$  em maior escala são compostos altamente corrosivos sendo necessário portanto uma atenção especial na escolha do material a ser utilizado na linha de vácuo. Considerações a respeito de propriedades químicas e compatibilidade de materiais com o  $F_2$  em diferentes condições de temperatura e fase do material podem ser encontradas detalhadamente nas referências 1 capítulo 6 e referência 2.

Para manuseio do fluor à temperatura ambiente pode-se utilizar o aço inox da série 300. Para altas temperaturas recomenda-se o uso de níquel ou monel (T até 800°C).

Não se recomenda a utilização de anéis de neoprene ou mesmo viton como vedação para vácuo. Segundo estudos efetuados por W. Bacher e outros (3) anéis de fluoroelastômeros são atacados por  $UF_6$  com subsequente formação de HF. Aconselha-se portanto a utilização de vedações metálicas de cobre eletrolítico ou alumínio ou então vedações de polímeros de tetrafluoroetileno (teflon).

As janelas óticas clássicas de cloreto de sódio e brometo de potássio são atacadas pelo fluor e por compostos de fluoretos oxidantes. Janelas de cloreto de prata ( $AgCl$ ) são mais resistentes ao ataque pelo fluor.

A limpeza da linha de vácuo deve ser feita de uma forma cuidadosa de modo a eliminar traços de contaminantes orgânicos tais como óleo, graxa, borracha natural, que sofrem ignição em contato com o fluor. Em vista disso uma bomba mecânica comum não pode ser utilizada numa linha de manuseio de compostos fluorados. A bomba utilizada deve ser do tipo selada, com todas as suas vedações feitas de um material resistente ao fluor e deve operar com um tipo de óleo especial, o fomblin.

O tipo de solda mais apropriado é a solda por gás inerte por ser a menos porosa.

As válvulas empregadas devem ser totalmente metálicas. Pode-se também utilizar válvulas com vedação em teflon lembrando-se apenas que estas suportam um limite de temperatura inferior ao suportado pelas metálicas implicando numa qualidade de limpeza inferior.

Todo equipamento, linha e conexões destinados a trabalhar com o fluor devem ser submetidos a testes de "leak detector". A resistência a corrosão desses materiais irá depender também do processo de passivação do sistema que leva à formação de um filme fluorado passivo na superfície do metal. É bom salientar que o processo de passivação destina-se a eliminar traços de impureza no sistema devendo ser aplicado somente após limpeza inicial do sistema a vácuo. Após a evacuação do sistema o fluor deve ser introduzido no sistema vagarosamente para evitar reações violentas, até uma pressão de 50 mb, por exemplo, e o sistema deve ser mantido nessas condições por uma hora. É em seguida evacuado. Repete-se então a operação de introdução do fluor e após ser novamente evacuado o sistema pode ser considerado em condições de receber a amostra.

O  $F_2$  é inerte ao  $N_2$ . Recomenda-se portanto que a linha seja preenchida com este gás quando não estiver em operação ou sempre que se necessitar efetuar a abertura do sistema.

Para condicionamento de segmentos do sistema que não podem ser aquecidos, Schriver (1) propõe a introdução de  $ClF_3$  no sistema por algumas horas. Dentro de uma escala de reatividade uma mistura de HF e  $F_2$  é muito mais reativa do que o HF ou o  $F_2$  isoladamente. O composto  $ClF_3$  por sua vez é muito mais reativo que o  $F_2$ .

De uma certa forma, a introdução de  $ClF_3$  no sistema só iria aumentar o grau de dificuldade de manuseio da linha. Uma solução razoável seria eliminar-se o emprego do  $ClF_3$  e melhorar-se o vácuo inicial do sistema para a faixa de  $10^{-6}$  a  $10^{-7}$  torr o que implicaria na utilização de uma bomba difusora no sistema além da bomba mecânica. Esse procedimento diminuiria sem dúvida a probabilidade de se induzir no sistema reações com subsequentes formação de HF, além da quantidade já presente na amostra como impureza.

É bom lembrar que esta linha de vácuo destina-se à análise de materiais fluorados, devendo interferir o menos possível no sistema para que se possa ter uma boa avaliação do comprometimento das medidas adota-



das nas etapas de elaboração do material. Um mínimo de condições básicas devem ser satisfeitas a fim de não se contaminar a amostra e assim comprometer a finalidade do sistema.

#### IV. LINHA DE TRANSFERÊNCIA

A esquematização da linha de transferência foi baseada na linha utilizada nos laboratórios do CDTN-NUCLEBRAS procurando-se efetuar na medida do possível as modificações condizentes com o mercado brasileiro.

Os diagramas esquemático e isomérico da linha de transferência podem ser vistos na figura I e II respectivamente. A interpretação dos componentes encontra-se na tabela I.

O esquema básico inclui apenas uma unidade de bomba mecânica mas a linha foi projetada de tal forma a se poder incluir facilmente uma bomba difusora no sistema a fim de melhorar a limpeza do mesmo.

O sistema todo deve ser montado preferencialmente dentro de uma capela. As dimensões aproximadas da linha podem ser vistas na figura II.b.

A especificação dos vários componentes encontra-se na tabela I. Em geral são mencionadas duas opções:

- A primeira refere-se ao equipamento recomendado para manuseio do fluor;
- A segunda corresponde à opção nacional disponível.

Comentários mais detalhados a respeito de cada elemento da linha são mencionados a seguir.

##### 1. Válvulas de Bloqueio do Sistema de Vácuo:

A válvula Balzers modelo UVH 016 é uma válvula totalmente metálica, em aço inox, operando na faixa de  $10^{-12}$  mbar a 6 bar. Pode ser aquecida até a temperatura de  $400^{\circ}\text{C}$ . Apresenta uma taxa de vazamento melhor do que  $10^{-10}$  mbar l/s, sendo indicada, em catálogo, para manuseio do fluor. A sua aquisição deve ser feita por importação direta.

Como opção nacional sugere-se a utilização de válvula VAVA 16MA fabricada pela Firma Emeto. Ela opera na faixa de  $10^{-8}$  mbar a 3 bar, apresentando uma taxa de vazamento na sede de  $10^{-7}$  mbar l/s. A desvantagem dessa válvula é que a vedação na sede é de P.F.A. o que limita o tempo de vida da válvula bem como a temperatura de aquecimento para um máximo de  $130^{\circ}\text{C}$ . Ambas as válvulas apresentam conexões tipo "conflat", próprias para serem utilizadas com selos metálicos de cobre eletrolítico.

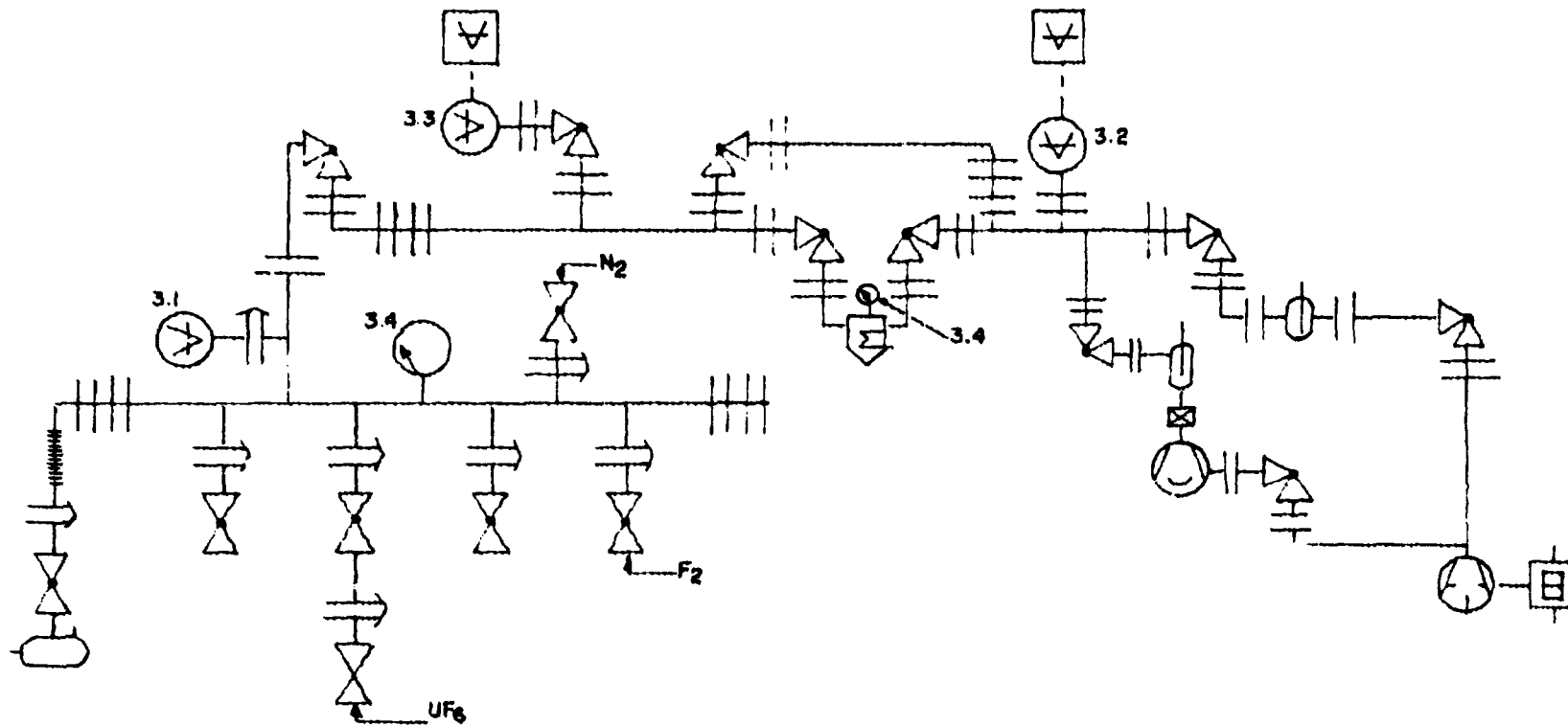
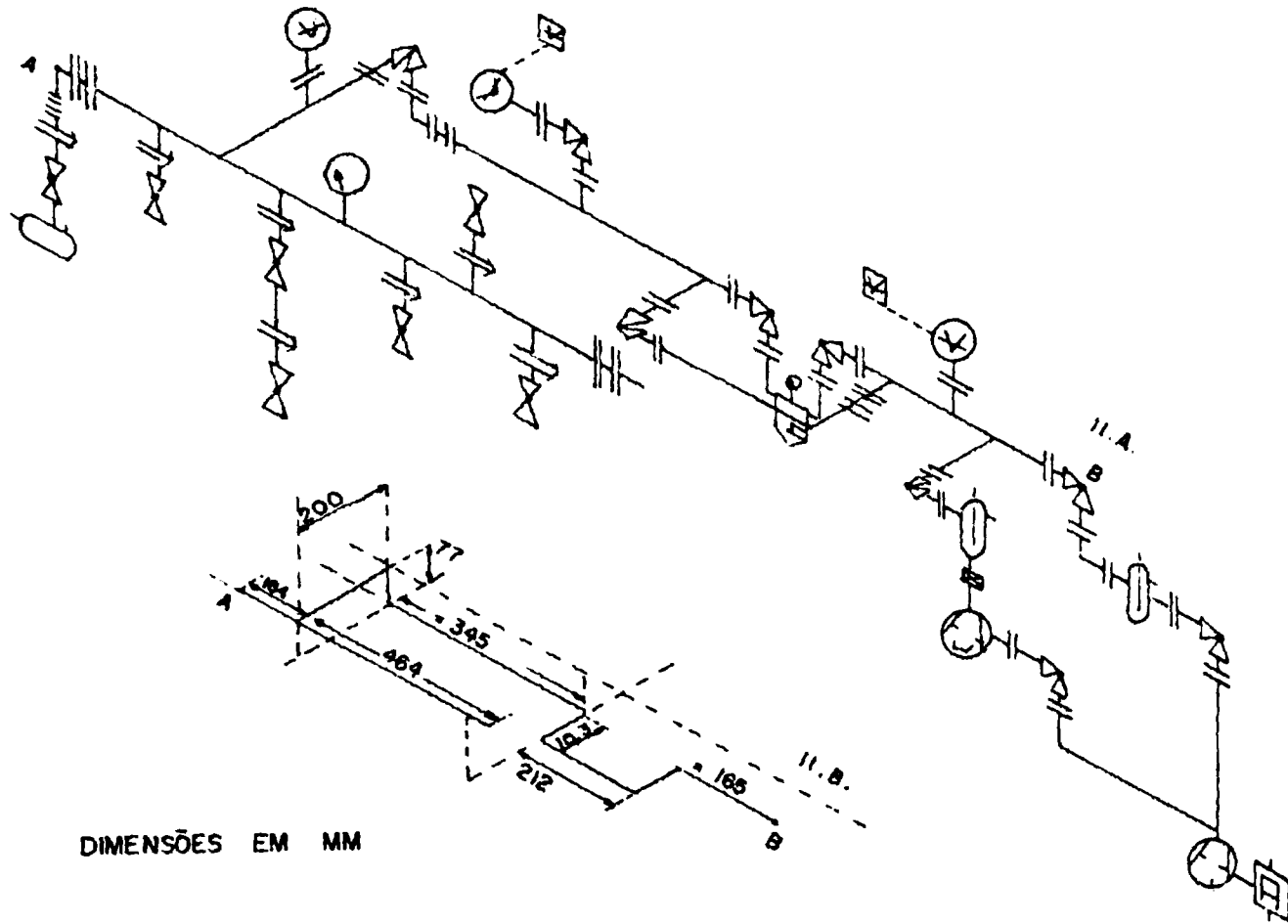





FIGURA 1. DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DA LINHA DE TRANSFERÊNCIA











DIMENSÕES EM MM

FIGURA II . DIAGRAMA ISOMÉRICO DA LINHA DE TRANSFÊNCIA

TABELA I . COMPONENTES DA LINHA DE VÁCUO

ÍTEM	SÍMBOLO	COMPONENTE	ORIGEM	QUANTIDADE MÍNIMA
1		A) Válvula Balzers modelo UVH016 B) Válvula de bloqueio manual Ermeto modelo VAVA-16MA	Suíça Brasil	09
2		A) Válvula "bellows" Nupro SS-4BK-V51 em aço inox com conexões tipo VCR de 1/4" B) Válvula de amostragem Ermeto modelo SS-4BK com conexões tipo VCR de 1/4"	USA Brasil	08
3		3.1) A) Transmissor de pressão capacitivo absoluto MKS Baratron modelo 310-BHS-10, com unidade eletrônica 170 M-6B B) Marca Smar modelo LD200A-03-F2 com indicador digital, próprio para materiais corrosivos 3.2) Sensor tipo Pirani, resistente a corrosão Leybold-Heraeus modelo TR-205 CF com unidade eletrônica Thermovac TM202 3.3) Sensor tipo Penning Edwards modelo CP 25 com unidade eletrônica Penning 78 3.4) Manovacuômetro tipo Bourdon em aço inox para a faixa de -760 ÷ 0 mm Hg e 0 ÷ 3 bar	USA Brasil Alemanha ou Brasil Brasil Brasil	01 01 01 02

ÍTEM	SÍMBOLO	COMPONENTE	ORIGEM	QUANTIDADE MÍNIMA
4		Bomba mecânica rotativa a palhetas Pfeiffer modelo DUO-0088, especial para fluor	Alemanha	01
		Bomba difusora Edwards diff stak modelo 63/150 M	Brasil	01
5		Conexão para vácuo tipo VCR marca Cajon para tubo de 1/4" compatível com a válvula Nupro com selo de níquel	USA ou Brasil	10
		Conexão de ultra alto vácuo tipo Conilat, NW16CF	Brasil	27
		Conexão NW16CF de ga	Brasil	01
6		Armadilha de alumina ativada ( $\varnothing = 133$ mm, h = 475 mm)	Brasil	01
		Armadilha para condensação de UF <sub>6</sub> ( $\varnothing = 5$ " , h = 250 mm)	Brasil	
		Armadilha de nitrogênio líquido	Brasil	
7		Célula de aço inox para gases com caminho ótico de 10 cm e janelas de AgCl	Brasil e USA	
		Tubulação flexível tipo "bellows" de $\varnothing = 3/4$ "	Brasil	
		Tubulação principal em aço inox 304 ou 316 L de $\varnothing = 3/4$ "	Brasil	

## 2. Válvulas de Amostragem:

As válvulas de amostragem SS-4 BK fabricadas pela Firma Ermeto apresentam desenho semelhante ao das válvulas Nupro série 4 BK com características um pouco mais restritas em função das adaptações efetuadas. As válvulas nacionais são feitas em aço inox e operam na faixa de 1 bar para pressão externa e na faixa de 10 mbar a 2500 mbar de pressão interna. Suportam uma temperatura de aquecimento máxima de 200°C no corpo e 80°C no atuador. Podem ser fornecidas com conexões de vácuo tipo VCR cuja vedação é feita com auxílio de anéis metálicos de níquel. A taxa de vazamento para essas válvulas é de  $5 \times 10^{-8}$  mbar l/s na sede.

## 3. Medidores de Pressão:

### 3.1. Transmissor de Pressão Capacitivo, Absoluto

Para controle da pressão de gás introduzido na linha, recomenda-se a utilização de transmissores de pressão capacitivos, absolutos, cuja principal característica é fornecer medida direta da pressão, independente da composição do gás. Os medidores da Firma MKS, tipo Baratron, são particularmente interessantes em vista de seus sensores serem confeccionados em Inconel, material resistente à corrosão, terem boa sensibilidade e larga faixa de operação. Além do mais a unidade sensora é desacoplada da parte eletrônica o que a torna uma componente mais adequada para inserção numa linha de vácuo de pequeno porte. O modelo 310BHS-10 em particular opera no intervalo de 0 a 10 mb com uma precisão mínima de 0.5% de leitura, sensibilidade esta bastante apropriada para elaboração das curvas de calibração e para controle de eficiência de transferência e da própria limpeza da linha. Ele pode ser fornecido com conexões que utilizam vedação metálicas. A sua aquisição deve ser feita por importação direta. Não há representantes dessa firma no Brasil.

A única opção nacional de nosso conhecimento é o modelo oferecido pela Firma "Smar Equipamentos Industriais Ltda". Ao meu ver este equipamento apresenta um porte robusto (9,2Kg, dimensões aproximadas de 278 x 140mm) mais indicado para utilização em plantas industriais do que para linhas de laboratório. Sua versão mais sensível atende à faixa de 0 - 400 mbar com precisão de  $\pm 0.5\%$  da faixa. O fundo de escala pode ser ajustado entre os valores mínimo e máximo de 62.5 a 400 mbar o que fornece, na melhor das hipóteses uma precisão de apenas 0.3 mb

em contraposição ao sensor da Firma MKS cuja precisão é de 0.5% da leitura (exemplo para uma leitura de 1 mbar, a precisão correspondente seria 0.005 mbar). No caso de se optar pelo transmissor de pressão da Smar é necessário entrar-se em entendimento com a firma para que haja substituição do fluido de enchimento da célula e dos materiais de vedação para materiais compatíveis com o fluor.

### 3.2. Sensores de Vácuo:

Os sensores de vácuo são os normalmente utilizados para suas respectivas faixas de pressão. O sensor tipo Pirani deve ser adquirido na sua versão resistente à corrosão. O modelo da Firma Leybold-Heraeus proposto, "Thermovac TR-205 CF" é indicado em catálogo para manuseio de  $UF_6$ . Essa firma no Brasil é representada pela "Jaraguá S/A Indústrias Mecânicas". A unidade eletrônica pode ser adquirida no Brasil.

Os manovacuômetros utilizados devem ser do tipo Bourdon confeccionados totalmente em aço inox. A rigor, no lugar do manovacuômetro 3.4 situado na tubulação de amostragem (figura I) deveria ser instalado um transmissor de pressão capacitivo operando na faixa de 0 a 1000 mbar que fornece medidas mais precisas. No caso de se optar pela aquisição do medidor tipo Baratron operando na faixa de 0 a 10 mbar para o sensor 3.1. (figura I) a opção por um outro sensor semelhante operando na faixa de 0 a 1000 mbar torna-se obrigatória.

Considerando-se porém que no caso particular do composto de interesse, o  $UF_6$ , o controle da quantidade de material transferido é feito naturalmente, obedecendo apenas às condições de equilíbrio para a pressão de vapor do sistema e que a medida da quantidade de fluor (1 bar) acrescentada à amostra para tratamento não é crítica sugere-se o emprego do manovacuômetro se for feita a opção, para o sensor 3.1., pelo transmissor de pressão capacitivo da Firma Smar. O comprometimento dessa opção reside no fato de não se poder controlar adequadamente a quantidade de material no sistema na faixa compreendida entre 400 e 1000 mbar. Essas limitações podem eventualmente prejudicar a elaboração das curvas de calibração do espectrofotômetro infravermelho efetuadas com os gases padrões.

### 4. Bombas de Vácuo:

Bombas mecânicas comuns não podem ser utilizadas em sistemas que manuseiam fluor devido ao material de construção destas (óleo, graxa, borracha natural entram em ignição em contacto com o fluor). As firmas

Leybold-Heraeus e Pfeiffer (associada à Firma Balzers) já desenvolvem versões especiais de bombas mecânicas próprias para trabalhar com fluor. Essas bombas além de apresentarem um revestimento interno resistente a corrosão tem todas as suas vedações substituídas por materiais resistentes ao fluor. Elas devem ser operadas com óleo tipo fomblin, bastante resistente ao ataque pelo fluor. Sugere-se na presente linha que seja utilizada uma bomba mecânica rotativa a palhetas marca Pfeiffer, modelo DUO 008B, especial para trabalhar com fluor. Essa bomba possui 2 estágios e apresenta uma velocidade de bombeamento de  $10\text{m}^3/\text{h}$ . A aquisição dessas versões especiais para fluor só pode ser feita por importação direta.

Segundo a Firma Edwards suas bombas de linha normal podem ter suas vedações internas de neoprene substituídas por vedações de viton e as associadas à utilização do óleo fomblin serem utilizadas em ambientes corrosivos. Nada consta porém quanto à sua utilização com o fluor. Além do mais as bombas mecânicas comuns da Pfeiffer já utilizam vedações de viton e no entanto essa firma desenvolveu uma versão especial própria para o manuseio do fluor. A utilização de uma bomba Edwards selada especial para trabalhar com  $\text{UF}_6$  implicaria em resultados imprevisíveis.

As bombas difusoras já são construídas em aço inox de forma que se pode utilizar uma bomba difusora comum operando, contudo, com óleo fomblin. As conexões da bomba difusora podem eventualmente empregar o uso de anéis de viton uma vez que essa região da linha só entra em operação após o restante do sistema ter sido pré-evacuado com bomba mecânica. Poderia utilizar-se, por exemplo, uma bomba difusora Edwards Diffstak modelo 63/150 M cuja velocidade de bombeamento é de  $135 \text{ l/s}$ .

##### 5. Conexões:

Aconselha-se a utilização de conexões em aço inox empregadas em ultra alto vácuo do tipo "conflat" que além de apresentarem uma excelente estanqueidade, utilizam selos de vedação metálicos ao invés de anéis de borracha de viton. Para as conexões envolvendo tubulações de diâmetro pequeno ( $\approx 1/4$  polegada) aconselha-se a utilização da conexão "cajon" tipo VCR.

As conexões VCR podem ser fornecidas por encomenda pela Firma Ermeto. Para as conexões tipo VCR a Firma Ermeto fornece também os selos metálicos em níquel. Para as conexões tipo conflat os selos metálicos de cobre eletrolítico podem ser adquiridos de firmas de vácuo existentes



no mercado. Estão sujeitas por $\bar{e}$ m a processos de importação direta.

#### 6. "Armadilhas"

São empregadas três tipos de armadilha na presente linha. A armadilha contendo alumina ativada deve ser instalada na saída da bomba mecânica. Ela destina-se a reter o fluor manuseado no sistema que não pode ser liberado diretamente para a atmosfera em vista de seu alto teor de corrosão e toxicidade. É aconselhável ainda conectar a saída da armadilha a um tanque de lavagem como medida de proteção no caso de ocorrer saturação da alumina. Sugere-se a utilização de uma armadilha de 133mm de diâmetro por 475mm de altura.

A armadilha de condensação tem por finalidade coletar todo o UF<sub>6</sub> manuseado na linha. Sugere-se que essa armadilha seja preenchida com pedacinhos de tela de aço inox para aumentar a área de adsorção. A condensação do UF<sub>6</sub> é obtida por imersão da armadilha de condensação numa garrafa criogênica contendo nitrogênio líquido. Sugere-se para essa armadilha as dimensões de cinco polegadas de diâmetro e altura de 250mm.

Utiliza-se ainda uma armadilha de nitrogênio líquido convencional em aço inox empregada em sistemas de vácuo com a dupla finalidade de se proteger a linha de vácuo contra vapores de óleo que podem retornar ao sistema oriundos das bombas de vácuo e aumentar a qualidade de vácuo atingido na linha.

A alumina ativada pode ser adquirida em firmas de vácuo tais como Edwards e Micronal.

#### 7. Célula de Gás para Análise por Infravermelho:

A célula deve ser confeccionada em aço inox 304 ou 316 L com caminho ótico de 10cm e conexões para as janelas tipo "conflat" tamanho NW 16 CF. A conexão para a válvula deve ser do tipo cajon, VCR compatível à válvula utilizada.

As janelas óticas mais resistentes ao ataque pelo fluor são as de cloreto de prata (AgCl). Como esse material reage com metal as vedações devem ser confeccionadas em teflon. Essas janelas são sensíveis à luz devendo-se evitar a sua exposição prolongada à luz ambiente ou à luz do aparelho desnecessariamente. Elas não são encontradas no Brasil podendo ser adquiridas por importação direta da Firma "Prolab Sales Inc." - USA nas dimensões de 1 polegada de diâmetro por 4mm de espessura.

O projeto foi concebido de forma a não se desconectar a célula da linha durante a medida óptica. No caso de não se poder instalar o espectrofotômetro infravermelho próximo à linha, aconselha-se a instalação, na célula, de um sensor de pressão para se poder monitorar a ocorrência de um possível vazamento decorrente da desconexão da célula da linha de vácuo o que poderia acarretar uma impurificação da amostra.

#### 8. Garrafas Criogênicas:

São empregados dois tamanhos de garrafas criogênicas. Para a armadilha de condensação pode utilizar-se uma garrafa com capacidade de cinco litros, de diâmetro interno de 150mm e altura de 354mm. Para o cilindro de amostragem pode-se utilizar uma garrafa criogênica com capacidade de um litro, diâmetro interno de 85mm e altura de 250mm. Ambas garrafas podem ser adquiridas da Firma "Cryometal S.A. Metais Especiais e Equipamentos Criogênicos".

#### 9. Ampola de Amostragem:

É necessário ter-se uma ampola de amostragem para coleta e tratamento do UF<sub>6</sub> (analisado inicialmente sem tratamento algum) com fluor a 100°C. Esse cilindro em aço inox pode ser adquirido da Firma Ermeto e vem acompanhado da válvula SS-4 BK descrita anteriormente.

#### 10. Tubulação:

Optou-se, no presente trabalho, pela utilização do menor tamanho de conexão tipo "conflat" constante em catálogo, o NW 16 CF. A tubulação sem costura correspondente deve ter um diâmetro externo de 3/4" e ser confeccionada em aço inox 304 ou 316 L.

A tubulação flexível tipo "bellows" também deve ter diâmetro externo de 3/4" e um possível fornecedor seria a Firma "Dinatécnica Indústria e Comércio Ltda".

### V. COMENTÁRIOS FINAIS

No presente trabalho procurou-se restringir-se à linha adotada pelo laboratório do CDTN em vista desta ter sido desenvolvida na Alemanha e já estar oferecendo resultados positivos. Alguns comentários baseados em dados levantados da literatura foram acrescentados com intuito de permitir uma melhor compreensão do papel desempenhado pelos diferentes componentes da linha e verificação da importância da escolha correta do elemento a ser utilizado.

A linha de transferência utilizada no Laboratório do CDTN foi trazi

da da Alemanha e emprega componentes próprios para trabalhar com o fluor. As opções nacionais mencionadas no presente trabalho basearam-se na análise comparativa desses componentes com os importados uma vez que no Brasil ainda não se tem o domínio do manuseio do fluor. A performance desses componentes em relação ao fluor constitui algo a ser verificado.

Apesar dos produtos importados serem mais versáteis pode-se optar por correspondentes nacionais desde que essa substituição acarrete pequenas restrições no desempenho do processo, não se podendo tolerar, todavia, modificações que de antemão já se saibam propícias a acarretar sérios acidentes em vista do grau de periculosidade do fluor.

#### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. SHRIVER, D.F. The manipulation of air-sensitive compounds. New York, N.Y., McGraw-Hill, 1969.
2. ENCYCLOPEDIA of chemical technology. 2 ed. New York, N.Y., John Wiley, 1966. V.19. p.506-526.
3. BACHER, W.; BIER, W.; GUBER, A. Reation von uranhexafluorid mit fluorelastomeren. Karlsruhe, Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, 1986 45p. (KFK-4029).