

Dankwoord

Graag zou ik van deze gelegenheid gebruik willen maken om iedereen te bedanken die mij tijdens de stageperiode en het realiseren van mijn eindwerk hebben ondersteund.

In de eerste plaats wil ik mijn promotoren van het SCK•CEN dr. Aimé Bruggeman en ir. Johan Braet bedanken omdat zij mij de mogelijkheid hebben geboden om onder hun deskundige leiding stage te lopen.

Daarnaast was ook technische medewerker John Seghers steeds bereid om tijd vrij te maken en mij met raad en daad bij te staan. Ik dank hem voor de professionele ondersteuning die hij mij gaf.

Ook dhr. Eric Cantrel, Mevr. Greet verstrepen, dhr. Tom verstacken en dhr. Vincent massaut zou ik willen bedanken voor hun steun, raad en de mogelijkheid om daar in het laboratorium experimenten uit te voeren.

Verder gaat mijn oprechte dank uit naar dhr. Patrick Goethals, dhr. Kris Dylis, dhr. Danny Penneman, licenciate Karen Van Hecke, dhr. Sven Vanderbiesen en mijn medestagiairs voor de fijne samenwerking en de prettige werksfeer.

Ook mijn hogeschoolpromotor dhr. Paul Vanderauwera, wil ik bedanken voor zijn raad, vertrouwen en begeleiding gedurende mijn stageperiode.

Daarnaast wil ik ook mijn klasgenoten en vrienden bedanken voor een aangenaam en kleurrijk jaar en de enorme steun gedurende het ganse jaar.

And last but not least, wil ik mijn ouders, zus en vriend bedanken voor hun steun gedurende de ganse stageperiode.

Kortom, iedereen bedankt.

Samenvatting

Het SCK•CEN bezit zelf een hoeveelheid van 90 liter besmet en geactiveerd natrium. De momenteel beschikbare processen maken gebruik van de reactie water-natrium. Deze voldoet, volgens het SCK•CEN niet aan het ALARA-principe. Het SCK•CEN wilde daarom zelf een oplossing vinden voor de verwerking van dit natriumafval. Het onderzoek werd opgestart door de Wamibox-groep (SANDS-proces) en het doel was om het natrium gecontroleerd te injecteren in een met zand (SiO_2) gevulde wervelbedreactor. Het "SANDS-proces", bestaat uit 2 apart uit te voeren reacties namelijk, een oxidatie met zuurstof tot natriumoxide gevolgd door een carbonatatie met koolstofdioxide tot vorming van natriumcarbonaat. Door de hoogoplopende kosten en de vele technische problemen besliste deze groep om het onderzoek te stoppen.

Het onderzoek werd overgenomen door FUCHEM. Op basis van de ervaring van deze onderzoeksgroep werd beslist om gebruik te maken van een reactor met mechanisch aangedreven roerder. Dit project kreeg de naam SimSan (Simple Sands). Ook het SimSan-proces is gebaseerd op een reactie in twee stappen, de oxidatie gevolgd door de carbonatatie.

Ondersteund door labo-experimenten en een theoretische studie werd beslist een pilotinstallatie te bouwen voor het uitvoeren van niet-actieve experimenten. In deze installatie werd tot 5 kg natrium per test verwerkt. Mijn eindwerk beschrijft de opbouw en verwerking van de pilotinstallatie alsook de analyses op de eindproducten.

Dankwoord.....	1
Samenvatting.....	1
Lijst symbolen & Afkortingen.....	1
Lijst Figuren, Tabellen & Grafieken	1
Hoofdstuk 1: Algemene beschouwingen.....	1
1.1. SCK•CEN ⁽¹⁾	1
1.2 Behandeling van natriumafval.....	4
1.2.1. Gebruik van natrium in reactoren ⁽³⁾	4
1.2.2. Verspreiding van natrium in de nucleaire industrie ⁽⁴⁾	5
1.2.3 Beschrijving van het atoom natrium ^(5,6,7,8,9)	6
1.2.3.1 Isotopen van natrium ^(5,10)	9
1.2.4 Verwerkingstechniek ⁽¹¹⁾	9
1.2.4. De verschillende verwerkingstechnieken voor natrium uitgeoefend in een aantal landen ^(11,12)	10
Hoofdstuk 2: Beschrijving van het SimSan proces.....	13
2.1 Het drogen.....	13
2.2 Het coaten ⁽³⁾	13
2.3 De chemische reacties ⁽¹¹⁾	14
2.3.1 De oxidatie.....	14
2.3.2 De carbonatatie	14
Hoofdstuk 3 : De installatie	16
3.1 Schema en verklarende woordenlijst ⁽¹³⁾	16
3.1.1.Verklarende woordenlijst.....	16
3.1.2 Schema pilootinstallatie SimSan.....	16
3.2 De cel ⁽¹³⁾	18
3.3 De reactor ^(14,15)	18
3.4 Randapparatuur.....	19
3.4.1 Smeltkroes of natriumsmelttank ⁽¹⁶⁾	19
3.4.2 Vultrechter	21
3.4.3 Filter ⁽¹⁷⁾	21
3.4.4 Koeler	22
3.4.5 Buffertank & breekflens ⁽¹⁸⁾	22
3.4.6 Oliebaden = Thermoregulators ^(19,20)	23
3.4.7 Gasverdeelcentrale ⁽²¹⁾	24
3.5 Instrumentatie	25
3.5.1 Het besturingssysteem	25
3.5.1 Sensoren	26
3.5.1.1 Temperatuurelementen (Fig.18)	26
3.5.1.2 Drukelementen	27
3.5.2 Thermokoppel ^(22,23,24,25)	27

3.5.3 Gas dosering ^(26,27,28)	29
3.5.4 Analysatoren ^(29,30,31)	30
3.5.5 Sturing roerwerk ⁽³²⁾	32
3.5.6 Dichtingen ⁽³³⁾	33
3.5.7 Verwarmingsdraad	33
Hoofdstuk 4 : De testen	35
4.1 Het drogen.....	35
4.2 Het coaten van het natriumcarbonaat met natrium.....	35
4.3 De oxidatie van natrium	37
4.4 De carbonatatie van het natriumoxide	38
4.5 Berekening van de theoretische verbruikte hoeveelheid zuurstof en koolstofdioxide gedurende het experiment:	39
4.6 Bekomen resultaat	40
4.6.1 Resultaat met 5 kg natrium	40
4.6.2 Besluit:	41
4.7 Problemen gedurende het uitvoeren van de experimenten	41
Hoofdstuk 5 : Analyse methoden.....	43
5.1 Titraties:.....	43
5.1.1 Principe van titratie: ⁽³⁵⁾	43
5.1.2 Beschrijvende Statistiek: Bepaling van de standaardafwijking ⁽³⁶⁾	43
5.1.3 Werkwijze van de titrator:.....	44
5.1.4 Resultaten:.....	45
5.1.3.1 Berekening van de standaardafwijking en de variatiecoëfficiënt:	45
5.1.3.3 Resultaat bij een belading van de matrix met 5 kg natrium.....	47
5.2 Granulatie: ⁽³⁷⁾	52
5.2.1 Doel:	52
5.2.1 Het principe van zeven:	52
5.2.2 Zeefanalyse:	53
5.2.3 Zeefapparatuur:	53
5.2.4 Uitvoering.....	53
5.2.4.1 Werkwijze	53
5.2.4.2 Resultaten:	54
Algemeen besluit	57
Referenties	105

Lijst Symbolen & Afkortingen

Afkortingen

SCK•CEN:	<u>St</u> udie <u>C</u> entrum voor <u>K</u> ernenergie – <u>C</u> entre d'étude de l' <u>E</u> nergie <u>N</u> ucleaire
BR2:	Belgische reactor 2
BR1:	Belgische reactor 1
MWth = Mw:	Megawatt
MOX:	Mengoxiden
BR3:	Belgische reactor 3
MYRRHA:	Multipurpose Accelerator Driven System for research and development
ADS:	Accelerator Driven Subcritical System
R&D:	Research & Development
FUCHEM:	Fuel chemistry
DRAB:	Dienst radioactief afval beheer
WAMIBOX:	Waste Minimisation by Oxidation
IRI:	Instituut of reasearch innovation
CEA:	Commissariat à l'Energie Atomique
SANDS:	SAfe Na Destruction System
SimSan:	Simple sands
MSR:	Mechanisch geroerde reactor
NaMT:	Natriumsmelttank
ST 1:	Trechter
ST 2	Opvangtank
F1:	Gasfilter
F2:	Gasfilter
HEX 1:	Warmtewisselaar
GT 1:	Buffertank
THR1:	Thermoregulator 1 (oliebad 1)
THR2:	Thermoregulator 2 (oliebad 2)
HT 1:	Verwarming natriumsmelttank
HT 2:	Verwarming natriumlijn tussen NaMT en MSR
HT 3:	Verwarming lijn reactor
AL:	Argonlijn
GL:	Gaslijn
SL:	Lijn vast materiaal
NL:	Natriumlijn
VL:	Ventilatielijn

CL:	Koellijn
RVS:	Roestvrij staal
DN:	nominale diameter
V:	Volt
Hz:	Hertz
kW:	kilowatt
kg:	kilogram
Ac:	Actinium
PTC:	Positieve Temperatuur Coëfficiënt
Rpm:	rotaties per minuut
TE-1:	Meet de temperatuur in de bodem van de reactor.
TE-2:	Meet de temperatuur van het gasmengsel in de top van de reactor.
TE-3:	Meet de temperatuur van HT2.
TE-4:	Meet de temperatuur van HT1.
TE-5:	Meet de temperatuur van het natrium in de natriumsmelttank.
TE-6:	Meet de temperatuur van de procesgassen voor de filter.
TE-7:	Temperatuur van de procesgassen na doorgang filter.
TE-8:	Meet de temperatuur van de gassen voor het vrijkomen in atmosfeer.
TE-9:	Meet de temperatuur van de roeras.
PE-5:	Meet de argondruk in de natriumsmelttank.
PE-6:	Meet de druk van het gas aan de ingang van de filter = druk in de reactor.
PE-7:	Meet de druk van het gas na doorgang door de ventilator.
(PE-7)-(PE-6):	Geeft het drukverschil over de filter weer.

Symbolen

Pu:	plutonium
NaK:	natrium-kalium
Na:	natrium
H ₂ O:	water
NaOH:	natriumhydroxide
H ₂ :	waterstofgas
O ₂ :	zuurstofgas
ROH:	alcohol
RONa:	natriumalcoholaat
Na ₂ O	natriumoxide
Na ₂ O ₂	natriumperoxide
Ar:	argon
N ₂ :	stikstof

Lijst Symbolen & Afkortingen

NaNH_2 :	natriumamide
NH_3 :	ammoniak
NaH :	natriumhybride
CO_2 :	koolstofdioxidegas
Na_2CO_3 :	natriumcarbonaat
$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$:	Natriumoxalaat
P:	druk
R:	gasconstante
n:	aantal mol
V :	volume
I:	Inconel
Mg_2O_3 :	magnesiumoxide

Lijst Figuren, Tabellen & Grafieken

Figuren

Fig.1: Algemeen organigram van het SCK·CEN.....	2
Fig.2: Situering van FUCHEM.....	3
Fig.3: De twee natrium circuits van een snelle kweekreactor (superphénix).....	5
Fig.4: Gewichtsprocent natrium in functie van de drager.....	13
Fig.5: Schema pilootinstallatie SimSan.....	17
Fig.6: Mechanische geroerde reactor.....	19
Fig.7: Natriumsmelttank.....	20
Fig.8: Vultrechter.....	21
Fig.9 : Filterhuis.....	22
Fig.10: Filter.....	22
Fig.11: Koeler.....	22
Fig.12: Buffertank.....	23
Fig.13: Breekflens.....	23
Fig.14: Oliebaden.....	24
Fig.15: Gasverdeelcentrale.....	25
Fig.16: Centrale CLSA.....	25
Fig.17: Besturingssysteem.....	25
Fig.18: Temperaturelementen.....	27
Fig.19: Het verband tussen de temperatuur en de uitgangsspanning voor een aantal thermokoppels.....	28
Fig.20: Thermokoppel.....	29
Fig.22: MFC.....	30
Fig.23: MFM.....	30
Fig.24: MFC opstelling voor de gassen zuurstof/koolstofdioxide.....	30
Fig.25: Digitale voedings-en uitleeseenheid.....	30
Fig.26: Centrale electronica-eenheid.....	31
Fig.27: Infraroodanalysator Uras 14.....	31
Fig.28: Zuurstofanalysator Magnos 16/17.....	31
Fig.29: Bedieningskast.....	32
Fig.30: Het roerwerk en de reactor.....	33
Fig.21: Dwarsdoorsnede van een thermocoax verwarmingselement.....	34
Fig.31: Commercieel vast natrium.....	37

Tabellen

Tabel 1: Natriumgekoelde reactoren	5-6
Tabel 2: Gekende hoeveelheden te behandelen natrium (wereldwijd).....	6
Tabel 3: Chemische en fysische eigenschappen van natrium.....	7
Tabel 4: Meest voorkomende isotopen van natrium.....	9
Tabel 5: Onderdelen natriumsmelttank.....	20
Tabel 6: Specificaties van de vier bruikbare thermokoppels.....	28
Tabel 7: Problemen gedurende de experimenten en oplossingen.....	41
Tabel 8: Onbehandeld natriumcarbonaat dense.....	54
Tabel 9: Behandeld natriumcarbonaat met 1 kg natrium.....	55
Tabel 10: Behandeld natriumcarbonaat met 5 kg natrium.....	55

Grafieken

Grafiek 1: Experiment met 5 kg natrium.....	42
Grafiek 2: R_1 in functie van het aantal waarnemingsgetallen.....	45
Grafiek 3: R_2 in functie van het aantal waarnemingsgetallen.....	46
Grafiek 4: R_3 in functie van het aantal waarnemingsgetallen.....	46
Grafiek 5: Titratie natriumcarbonaat p.a. met HCl (0,1N).....	47
Grafiek 6: Titratie staal met HCl (0,1 N).....	48
Grafiek 7: Titratie natriumcarbonaat p.a. met HCl (0,1N).....	50
Grafiek 8: Titratie staal met HCl (0,1 N).....	50

Hoofdstuk 1: Algemene beschouwingen

1.1. SCK•CEN⁽¹⁾

Het SCK•CEN staat voor het StudieCentrum voor Kernenergie – Centre d'étude de l'Energie Nucleaire. Het SCK•CEN is een federale stichting van openbaar nut waardoor de benaming zowel in het Nederlands als in het Frans wordt weergegeven. De instelling staat onder de voogdij van de Federale minister van energie, Marc Verwilghen.

Het SCK•CEN telt ongeveer 600 medewerkers waarvan één derde houder is van een universitair diploma. De omzet bedraagt 80 miljoen euro per jaar: 50% directe overheidssubsidies, 10% indirect via activiteiten voor ontmanteling van vrijgegeven installaties en 40% inkomsten uit contractwerk en dienstverlening. Het SCK•CEN werd opgericht in 1952 met als doel de Belgische academische en industriële wereld toegang te verschaffen tot de wereldwijde ontwikkeling van kernenergie. Sinds 1991 heeft de statutaire opdracht voorrang op onderzoek over problemen met betrekking tot de samenleving:

- Veiligheid van kerninstallaties;
- Stralingsbescherming;
- Veilige behandeling en berging van radioactief afval;
- Strijd tegen ongecontroleerde proliferatie van splijtbaar materiaal;
- Strijd tegen terrorisme.

De beschikbare kennis en infrastructuur worden ook gebruikt voor dienstverlening aan de industrie en voor opleidingen.

De belangrijkste installaties om deze opdracht te kunnen uitvoeren zijn:

- BR2: één van de krachtigste onderzoeksreactoren ter wereld. Hij wordt gebruikt voor splijtstof- en materiaaltests voor diverse reactortypes en voor het Europese fusieprogramma. Hij is ook het belangrijkste onderdeel in de productie van radio-isotopen voor medische en industriële toepassingen en voor siliciumdopering voor de elektronica-industrie.
- BR1: een luchtgekoelde en grafietgemodereerde reactor met een vermogen van 4MWth. Hij wordt veelvuldig gebruikt als neutronenbron voor activeringsanalyses, dosimetrische ijking, neutronenradiografie en referentie reactorexperimenten.

- De nulenergie-installatie VENUS: deze maakt een gedetailleerde analyse van kernconfiguraties mogelijk, inclusief MOX en splijtstoffen met hoge versplijtingsgraad.
- BR3: dit was een prototype van drukwaterreactoren (PWR's). Hij werd uitgekozen als Europees pilootproject voor de optimalisering van ontmantelings- en decontaminatietechnieken.
- Het HADES-laboratorium: dit bevindt zich 225 m onder de grond en dient voor de studie van kleilagen als potentiële geologische opslagplaats voor langlevend hoogradioactief afval.
- Het Laboratorium voor Hoge- en Middelmatige Activiteit: dit laboratorium evalueert de gevolgen van bestraling op materialen die gebruikt worden in de huidige en toekomstige nucleaire installaties.
- MYRRHA: een Accelerator Driven Subcritical System (ADS). MYRRHA zal als basis dienen voor het Europese experimentele ADS. Het zal protonen en neutronen leveren voor diverse R&D-toepassingen zoals bijvoorbeeld transmutatiestudies. Het is momenteel een ontwerpstudie.

Daarnaast zijn er een aantal ondersteunende diensten zoals onder andere de medische dienst en de nucleaire chemie (Fig.1). Er zijn ook kleinere onderzoeksinfrastructuren zoals de chemische en tritium labo's binnen de sectie chemische processen.

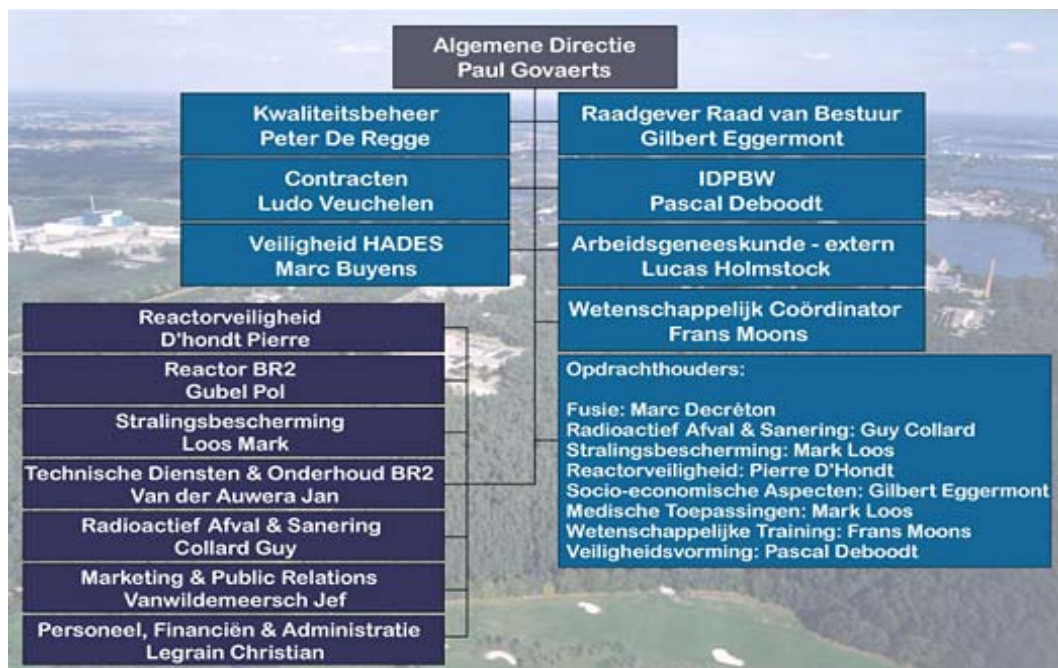


Fig.1: Algemeen organigram van het SCK•CEN ⁽²⁾

Mijn eindwerk situeert zich binnen de groep FUCHEM. Deze groep bevindt zich binnen de divisie "Radioactief afval & sanering" (Fig.2).

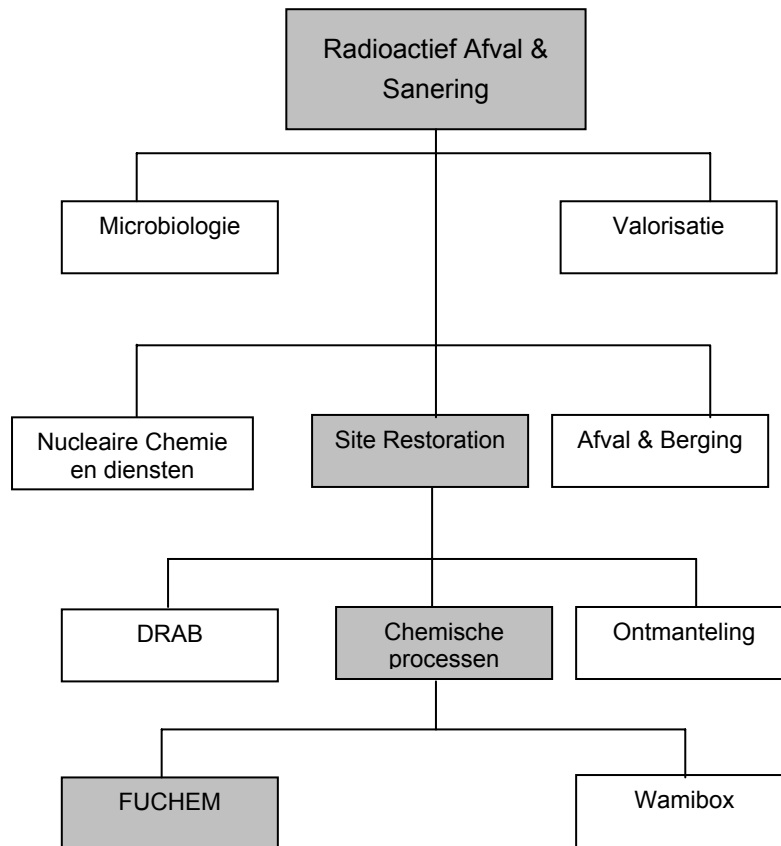


Fig.2: Situering van FUCHEM.

Binnen FUCHEM zijn er 3 belangrijke onderzoeksrichtingen:

- 1) Ontsmettingsmethoden voor met tritium besmette vaste stoffen, vloeistoffen en gassen (voornamelijk met het oog op toepassing in latere fusiereactoren). Hieronder worden momenteel volgende taken uitgevoerd:
 - a. Katalytische uitwisseling.
 - b. Verbranding organisch getritieerde afval.
 - c. Ontsmetting van beton.
 - d. Ontsmetting van metaal.

- 2) Chemische processen voor de afscheiding van langlevende radiotoxische elementen, in het bijzonder actiniden.
 - a. IRI: Uit bestraalde splijtstof en radioactieve afval (met het oog op de ontwikkeling van een definitieve oplossing voor het hoogactieve radioactief afval van fissiereactoren).
 - b. Scheiding Actiniden / Lantaniden: door afscheiding van Pu uit niet bestraalde restoplossingen.

- 3) Chemische processen voor de conditionering van radioactief besmet natrium (bijvoorbeeld afkomstig van proeven in verband met snelle kweekreactoren).
 - a. R&D verwerking van niet besmet en geactiveerd natrium metaal in een pilootinstallatie die dienst doet voor demonstratie.
 - b. Optimaliseren analysetechnieken.

Daarnaast worden ook in beperkte mate diensten verleend aan andere o.a. het bouwen van een boorzuur destillatie op BR2.

Het is binnen de derde onderzoeksrichting dat mijn eindwerk zich situeert.

1.2 Behandeling van natriumafval

Mijn stage beperkt zich tot de behandeling van alkalimetalen en in het bijzonder tot het metaal natrium. Om dit goed te kaderen wordt, in dit onderdeel van de tekst, een algemene uitleg gegeven over het doel van het gebruik van het natriummetaal in kernreactoren, de verspreiding van natrium in de ganse wereld en de verschillende technieken beschikbaar voor de verwerking van natriummetaal.

1.2.1. Gebruik van natrium in reactoren ⁽³⁾

In de nucleaire sector, wordt natriummetaal gebruikt als koelmiddel in snelle kweekreactoren. Dit omwille van zijn hoge thermische geleidbaarheid, het hoge kookpunt en de lage oppervlaktespanning, dichtheid en viscositeit.

Iedere snelle kweekreactor heeft 2 natrium circuits (Fig.3).

- Primair circuit: Dit circuit ontvangt de warmte rechtstreeks van de reactor en is door bestraling (natrium isotopen en isotopen van onzuiverheden) en besmetting (fissieproducten en nucleaire brandstof afkomstig van gebroken brandstofnaalden) radioactief.
- Secundair circuit: Dit circuit onttrekt zijn warmte aan het primaire circuit door middel van een warmtewisselaar binnenin het reactorgebouw. Het niet radioactieve natrium wordt vervolgens naar een stoomgenerator gepompt waar de opgenomen energie gebruikt wordt voor de productie van stoom die op zijn beurt een stoomturbine aandrijft voor de productie van elektriciteit.

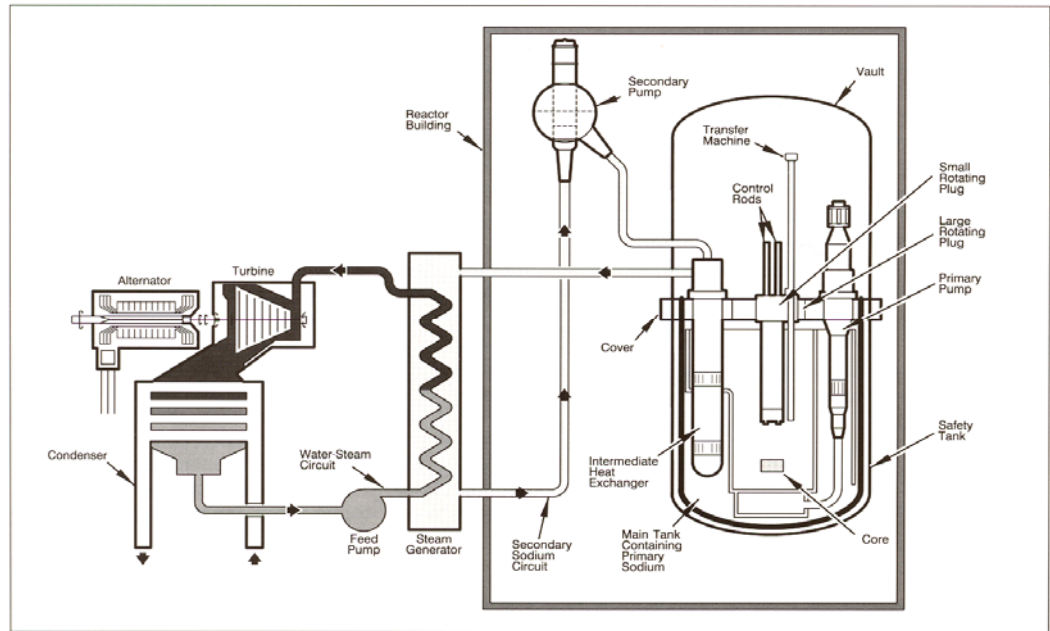


Fig.3: De twee natrium circuits van een snelle kweekreactor (superphénix).

1.2.2. Verspreiding van natrium in de nucleaire industrie ⁽⁴⁾

Wereldwijd zijn er verschillende duizenden tonnen natriummetaal die werden of worden gebruikt in dit soort reactoren (Tabel 1).

Snelle kweekreactoren				
Land	Naam reactor	Energie (Mw)	Opgestart vanaf	
India	FBTR	14	1991	
Kazakstan	BN-350	150	1973	
Rusland	Bjelojarsk	600	1981	
Frankrijk *	Phenix	250	1974	
Japan *	Monju	300	1995	
* Voorlopig stilgelegd.				
Gesloten reactoren				
Land	Naam reactor	Energie (Mw)	Opgestart vanaf	Gesloten
USA	Clementine	0,025 th	1949	1952
Rusland	BR-2	0,1 th	1956	1957
Rusland	BR-5	5-10 th	1954	1959
USA	EBR-1	0,2 e	1951	1963
USA	Lampre	1 th	1961	1965
USA	Fermi-1	66	1966	1972
USA	Sefor	20 th	1969	1972

UK	DFR	15/60 th	1962	1977
UK	PFR	270	1975	1994
Frankrijk	Rapsodie	40 th	1967	1982
USA	Clinch River	280	Nooit	1983
Italië	PEC	120 th	1988	1988
BRD	KNK II	20/100 th	1977	1988
BRD	Kalker	346	Nooit	1991
USA	EBR 2	20	1965	1995
Frankrijk	Superphénix	1240	1985	1997

Tabel 1: Natriumgekoelde reactoren

In onderste vernoemde Tabel 2 wordt een opsomming gegeven van de hoeveelheid natriummetaal dat voorkomt in de belangrijkste landen verspreid over de hele wereld.

Land	Hoeveelheid natriummetaal
Frankrijk	5000 ton
UK	1600 ton
Kazakstan	3000 ton
VS	Minimum 750 ton
België	200 liter
Italië	15 ton

Tabel 2: Gekende hoeveelheden te behandelen natrium (wereldwijd).

In India, Japan en Rusland is ook een hoeveelheid besmet en geactiveerd natriummetaal aanwezig. Informatie betreffende de exacte hoeveelheden is niet vrij beschikbaar.

Andere alkalimetalen worden ook gebruikt (bijvoorbeeld NaK als waterstof isotopen val). Deze alkalimetalen zijn, door hun reactiviteit, niet dusdanig als afval aanvaardbaar. Het is de bedoeling de alkalimetalen door middel van een chemische reactie om te zetten in een stabiele afvalvorm die aanvaardbaar is voor berging, stockage of als grondstof (bijvoorbeeld de neutralisatie van zuren).

1.2.3 Beschrijving van het atoom natrium ^(5,6,7,8,9)

Natrium is een chemisch element met atoomnummer 11 en heeft een molair gewicht van 22,9898 g/mol. Het is een zacht, reactief metaal met een laag smeltpunt en een relatieve dichtheid van 971 kg/m³ bij 20°C. Natrium wordt vaak een vloeibaar metaal genoemd dat een smeltpunt bij 97,8°C en een kookpunt bij 881°C heeft. Vanuit

commercieel oogpunt is natrium, van alle alkalimetalen, het meest belangrijke element.

Natrium is in belangrijke mate aanwezig in de zon en de sterren en is ook het vierde meest belangrijke element op aarde. Het maakt ongeveer 2,6 % uit van de aardkorst. Naast zijn verschijning in natriumchloride komt natrium voor in allerlei mineralen zoals amfibool, cryoliet, haliet en zeoliet. Door de neiging tot covalentie, die afneemt met toenemende ionstraal en afnemende ionisatiespanning, staat natrium tussen lithium en kalium. Deze kleine ionisatie-energie maakt van natrium een zeer reactief metaal dat niet vrij voorkomt in de natuur. De grote 2^{de} ionisatie-energie heeft tot gevolg dat het natrium uitsluitend eenwaardig is (Tabel 3). Bij kamertemperatuur is natrium zacht en rekbaar.

Chemische eigenschappen	
Atoommassa	22,990
Elektronenconfiguratie	[Ne]3s ¹
Oxidatietoestanden	+1
Electronegativiteit (Pauling)	0,93
Atoomradius (pm)	186
1 ^{ste} Ionisatiepotentiaal (kJ/mol)	495,85
2 ^{de} Ionisatiepotentiaal (kJ/mol)	4562,48
3 ^{de} Ionisatiepotentiaal (KJ/mol)	6910,33
Fysische eigenschappen	
Dichtheid (kg/m ³)	971
Smeltpunt (K)	371
Kookpunt (K)	1156
Aggregatietoestand	Vast
Smeltwarmte (kJ/mol)	2,64
Verdampingswarmte (kJ/mol)	99,2
Van der Waals straal (pm)	231
Kristalstructuur	Kubische
Molair volume (10 ⁻⁶ m ³ /mol)	23,68
Specifieke warmte (J/kg.K)	1230
Elektrische weerstand (μΩcm)	4,2
Warmtegeleiding (W/m.K)	141

Tabel 3 : Chemische en fysische eigenschappen van natrium ^(b)

Natrium reageert zeer krachtig met water zodat natriumhydroxide en waterstofgas ontstaat. Wanneer het aan lucht wordt blootgesteld verliest natrium zijn zilverachtige

kleur en wordt het metaal bedekt met een grijsroze oppervlaktelaag van het natriumoxide Na_2O en het natriumperoxide Na_2O_2 . De eigenschappen van natriumoxide en natriumperoxide worden beschreven in bijlage 3. Daarom dient het metaal natrium bewaard te worden onder een laag van bijvoorbeeld petroleum of paraffine. Natrium reageert niet met stikstof, zelfs niet bij zeer hoge temperaturen, maar het kan wel natriumamide vormen met ammoniak. Natrium en waterstof vormen bij temperaturen boven 200°C natriumhybride. Natrium reageert nauwelijks met koolstof, maar het reageert wel met halogenen.

Eens ontbrand, brandt natrium met een hete, gele vlam en geeft een ondoordringbare, witte en prikkelende rookpluim. Blootstelling van het metaal aan de lucht dient vermeden te worden. In het geval van gesmolten natrium wordt gebruik gemaakt van zuiver stikstof of een ander inert gas, omdat het gesmolten natrium in contact met zuurstof of luchtvochtigheid snel zal reageren ter vorming van een oxide of hydroxide.

De gevaren zoals contact met het lichaam, opslagmogelijkheden, verplaatsmogelijkheden die kunnen optreden bij gebruik van het metaal natrium worden beschreven in het veiligheidsblad dat zich bevindt in de bijlage 2 .

Materialen en gereedschappen die in contact komen met natrium dienen gereinigd, gedroogd en voorverwarmd te worden. De ideale omstandigheden voor de voorverwarming zorgen ervoor dat alle vocht verwijderd wordt en voorkomt de reactie met natrium. Koolstofdioxidegas vertoont een kleine neiging om met natrium te reageren bij kamertemperatuur. Natriumcarbonaat, of onder gecontroleerde condities natriumoxalaat, kan gevormd worden bij hogere temperaturen. Koolstofdioxidegas ondersteunt de verbranding van het natrium. Vast koolstofdioxide reageert zeer hevig met natrium.

Alcoholen vormen, bij contact met natrium, het overeenkomstige natrium alkoxide. Primaire alcoholen reageren sneller dan secundaire of tertiaire alcoholen. De reactie levert een mogelijke bron op voor de hydrogenatie van waterstof.

1.2.3.1 Isotopen van natrium ^(5,10)

Er zijn in totaal 13 verschillende isotopen van natrium bekend. ²³Na is daarvan het enige stabiele. De enige belangrijke isotopen zijn ²²Na en ²⁴Na vanwege hun langere halveringstijd (Tabel 4). In Bijlage 1: Isotopentabel van natrium worden alle isotopen van natrium weergegeven.

Isotoop	RA (%)	Halveringstijd	VV	VE (MeV)	VP
²² Na	Synthetisch	2,60 jaar	EV	2,842	²² Ne
²³ Na	100	Stabiel	met	12	neutronen
²⁴ Na	Synthetisch	14,96 uren		5,516	²⁴ Mg

Tabel 4: Meest voorkomende isotopen van natrium ⁽⁵⁾

RA = Relatieve aanwezigheid, VV = Vervalvorm, EV = Elektronenvangst, VE = Vervalenergie, VP = Vervalproduct

1.2.4 Verwerkingstechniek ⁽¹¹⁾

In het kader van de studie voor de verwerking van het Na-houdend afval op het SCK•CEN, wordt hieronder een opsomming gegeven van verschillende verwerkingstechnieken voor het natriummetaal. De verwerking van het natriummetaal is echter niet zonder gevaar mits het krachtig reageert met water en de opslagmogelijkheden beperkt zijn.

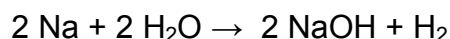
De keuze van de verwerkingstechniek hangt af van verschillende factoren:

- Naast de nucleaire veiligheid is, door de chemische reactiviteit, ook de normale klassieke veiligheid, zoals de gevaren voor mens en milieu, zeer belangrijk wanneer het uitsmelten, de behandeling en de conditionering van deze metalen overwogen wordt.
- Daar het SCK•CEN zelf een hoeveelheid (90 liter) van dit afval in haar bezit heeft, wenst het SCK•CEN een antwoord op deze vragen te vinden. Het Belgisch Nucleair Onderzoekscentrum, heeft verschillende experimenten uitgevoerd met gesmolten natrium als koelmiddel. Hoofdzakelijk voor het bepalen van brandstof die, in snelle kweekreactoren, gebruikt wordt en om het thermische en post-verschijnsel gedrag van de brandstof in aanwezigheid van natrium vast te stellen.
- Binnen het onderzoek wordt de klemtoon vooral gelegd op de behandeling van het natriummetaal. Met behandeling wordt de chemische omzetting naar een stabiele minder reactieve afvalvorm bedoeld. De momenteel beschikbare

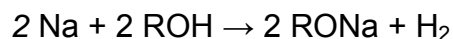
verwerkingsmethoden voor natrium beantwoorden echter niet aan de door ons opgestelde veiligheidseisen. Deze veiligheidseisen moeten voldoen aan het ALARA principe. Niet alleen moeten de blootstellingen gerechtvaardigd worden, ze dienen op een zo laag mogelijk niveau gehouden te worden. Dit wordt ook wel eens het optimaliseringsprincipe genoemd.

1.2.4. De verschillende verwerkingstechnieken voor natrium uitgeoefend in een aantal landen ^(11,12)

- Het eerste proces ontwikkeld door CEA in Frankrijk, wordt het NOAH-proces genoemd, en laat het metallische natrium reageren met water (NaOH oplossing). Deze reactie genereert waterstofgas en gaat gepaard met een grote warmte ontwikkeling. De reactie natrium-water is zeer hevig en explosief.

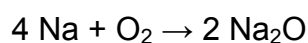


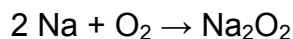
- Het daaropvolgende proces, het alcoholproces, eveneens ontwikkeld bij CEA, bestaat er in het natriummetaal te laten reageren met een alcohol tot het overeenkomstige natrium-alcoholaat. Dit proces is minder hevig dan het NOAH-proces, maar na verschillende ongevallen (met brand of explosies tot gevolg) werd deze onderzoekspiste verlaten.



Doordat de bovenstaande processen niet voldoen aan de gestelde veiligheidseisen heeft het SCK•CEN besloten een eigen onderzoeksprogramma op te starten. Dit om een veilige en efficiënte techniek voor de verwerking van natriummetaal te ontwikkelen. Het onderzoeksprogramma is overeenkomstig met het calcinatieproces betreffende de reacties en hebben een oplossing gezocht voor het probleem zodat het natriummetaal volledig omgezet kan worden.

- Het calcinatieproces ontwikkeld door Argonne Laboratories in de VS is gebaseerd op het principe dat het natriummetaal omzet tot zijn overeenkomstige oxiden. Deze procedure zorgt ervoor dat een maximum aan Na_2O en een minimum aan Na_2O_2 gevormd wordt. Het nadeel van dit proces is dat het contact tussen het natriummetaal en de gasfase geen volledige omzetting van het natriummetaal kan garanderen.





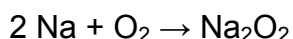
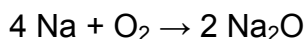
- Het door het SCK•CEN ontwikkelde proces is gebaseerd op de natriumcarbonaat reactie.



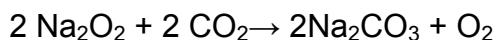
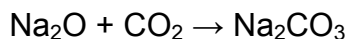
Bij deze reactie wordt er geen waterstofgas gegenereerd wat een aanzienlijke vermindering van het explosiegevaar betekent.

Het onderzoek werd opgestart door de Wamiboxgroep (SANDS-proces) en de bedoeling was om het natrium gecontroleerd te injecteren in een wervelbedreactor die gefluïdiseerd was door middel van gassen die noodzakelijk zijn voor de verschillende reacties. Dit omwille van de goede eigenschappen, menging, warmte-uitwisseling en reactiesnelheid.

- In een eerste stap wordt het natrium geoxideerd:



- In een volgende stap volgt de carbonatatie:



Door de hoogoplopende kosten en de vele technische problemen, die verband hielden met de injectie, de juiste dosering van het vloeibaar natriummetaal en de filtratie van de grote hoeveelheden procesgassen die noodzakelijk zijn voor het onderhouden van de fluïdisatie en de afvoer van de vrijgekomen warmte, besliste deze groep om het onderzoek stop te zetten.

Het onderzoek werd, op vraag van de directie, overgenomen door FUCHEM. Op basis van hun ervaring werd beslist om af te stappen van het wervelbedprincipe en te starten met de ontwikkeling van een reactor met mechanisch aangedreven roerder die de voordelen van het Sands-proces combineert met beproefde meng-, doserings- en filtratietechnieken. Het SimSan (afkorting van Simple Sands) project was geboren.

Een voorontwerp tot realisatie van een pilootinstallatie werd theoretisch uitgewerkt, ingediend en goedgekeurd. Dit ontwerp werd ondersteund door resultaten bekomen in verschillende labo-proeven. De bouw van de pilootinstallatie vond plaats in het voorjaar van 2004 en er wordt gebruik gemaakt van een eenvoudige batch reactor met inwendige mechanische menging.

In de volgende hoofdstukken wordt aandacht besteed aan de beschrijving van de gebruikte onderdelen en installatie, de benodigde reacties om het proces te voltooien, de bekomen resultaten en analysemethoden en het uiteindelijke verkregen resultaat.

Hoofdstuk 2: Beschrijving van het SimSan proces.

De verwerking van het natriummetaal gebeurt in de volgende stappen:

2.1 Het drogen

Het doel van het drogen is om al het water dat in het natriumcarbonaat zit te verwijderen. Het drogen wordt uitgevoerd bij een temperatuur van minimaal 260°C, omdat de temperatuur waarbij het kristalwater wordt vrijgegeven 260°C is. Het smeltpunt van natriumcarbonaat bedraagt 854°C, door dit hoge smeltpunt verandert de toestand van het natriumcarbonaat niet gedurende het drogen. Het drogen gebeurt steeds onder inerte atmosfeer.

2.2 Het coaten ⁽³⁾

Een procédé, neergeschreven door Dupont, beschrijft het coaten van natriummetaal op een oppervlakte van een droog inert materiaal zoals alumina, metaal poeder, koolstof of natriumcarbonaat. Vloeibaar natrium zal zich, volgens dit procédé, verspreiden over het oppervlakte met een laagdikte die afhankelijk is van de belading in de reactor in combinatie met het specifieke oppervlak van de drager.

Dergelijke coating zou, nog steeds volgens Dupont, gemakkelijk te realiseren zijn door het vloeibaar natrium en de drager hevig te mengen bij temperaturen van 100°C tot 200°C onder inerte atmosfeer. De specifieke toepassing van het gecoat Dupont-carbonaat laat slechts een maximale belading 10% toe (zie fig. 4). In onze toepassing is de limiet nog niet vastgesteld, maar om het rendement van de installatie te verhogen zal getracht worden een hogere belading te realiseren.

Drager	Gewichtsprocent natrium (%)
geactiveerd koolstof	35-40
colloïdaal koolstof	30-35
Geactiveerd aluminium	20-25
<u>Natriumcarbonaat</u>	Maximum 10% (afhankelijk van de deeltjesgrootte)
Zirconiumoxide	Maximum 10% (afhankelijk van de deeltjesgrootte)
ijzer (poeder)	Maximum 10% (afhankelijk van de deeltjesgrootte)
Natriumchloride	Maximum 10% (afhankelijk van de deeltjesgrootte)

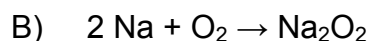
Fig.4: Gewichtsprocent natrium in functie van de drager.

2.3 De chemische reacties ⁽¹¹⁾

Het SimSan proces is gebaseerd op een reactie in twee stappen namelijk de oxidatie en de carbonatatie. De reacties gebeuren in een reactor met mechanisch aangedreven roerder die gevuld is met natriumcarbonaat.

2.3.1 De oxidatie

Gedurende de oxidatie wordt de inerte matrix en het natrium opgewarmd onder inerte atmosfeer (Ar) tot de reactie de initiatie temperatuur van 270°C heeft bereikt. Het zuurstofdebiet wordt geregeld in functie van het temperatuursverloop (bijlage 4) voor de reacties A en B.



De oxidatie gebeurt in de reactor onder sterk mechanisch roeren om een goede warmteverdeling in de reactor te bekomen en om eventuele grotere deeltjes te breken. Argon fungeert als draaggas en helpt bij de warmteverdeling in de reactor. In deze stap kan reeds koolstofdioxide worden toegevoegd, wat ook in de praktijk gebeurt, om de gevormde peroxiden te carbonateren, waardoor ze omgezet worden in carbonaat (reactie E). Natriumoxide en natriumperoxide worden beide gevormd, maar nooit in dezelfde verhouding. De verhouding waarin ze wel voorkomen, zal afhangen van de reactieparameters (temperatuur, zuurstofconcentratie).

2.3.2 De carbonatatie

Kort na de start van de oxidatie, na ± 15 minuten, wordt de carbonatatie gestart. De hoeveelheid koolstofdioxidegas toegevoegd gedurende de oxidatie is ontoereikend om de gevormde oxiden en peroxiden volledig om te zetten naar carbonaat. Na de oxidatie is de voortzetting van de carbonatatie noodzakelijk.

De carbonatatie gebeurt door toevoegen van koolstofdioxide (zie reacties D en E):



Na de carbonatatie wordt het mengsel afgekoeld. In principe kan het bekomen product als inerte matrix herbruikt worden om een volgende batch natrium te

verwerken. Bij de uitvoering van de koude piloottesten zal voor iedere batch al het materiaal uit de reactor verwijderd worden.

Hoofdstuk 3 : De installatie

3.1 Schema en verklarende woordenlijst ⁽¹³⁾

3.1.1. Verklarende woordenlijst

MSR	Mechanisch geroerde reactor
NaMT	Natriumsmelttank
ST 1	Trechter
ST 2 Opvangtank
F1	Gasfilter
F2	Gasfilter
HEX 1	Warmtewisselaar
GT 1	Buffertank
THR1	Thermoregulator 1 (oliebad 1)
THR2	Thermoregulator 2 (oliebad 2)
HT 1	Verwarming natriumsmelttank
HT 2	Verwarming natriumlijn tussen NaMT en MSR
HT 3	Verwarming lijn reactor
AL	Argonlijn
GL	Gaslijn
SL	Lijn vast materiaal
NL	Natriumlijn
VL	Ventilatielijn
CL	Koellijn

3.1.2 Schema pilootinstallatie SimSan

Figuur 5 geeft de schematische voorstelling weer van de pilootinstallatie. In deze pilootinstallatie gebeurt de verwerking van het natriummetaal. De belangrijkste onderdelen van de installatie worden verder in dit hoofdstuk besproken.

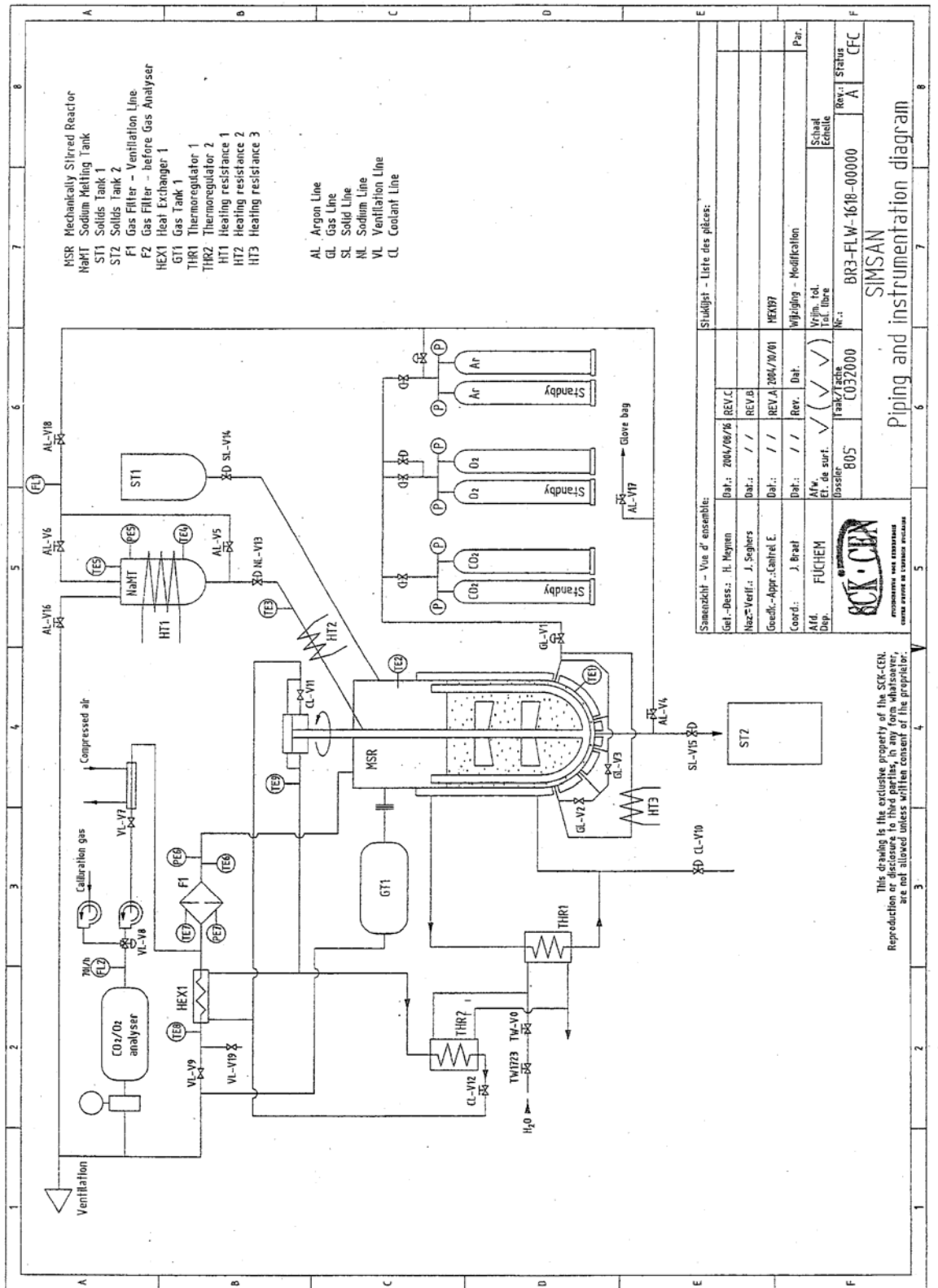


Fig.5: Schema pilotinstallatie

3.2 De cel⁽¹³⁾

De pilootinstallatie is geplaatst in de 'Turbine Hall' van het BR3 gebouw. Rond de pilootinstallatie is een aluminium cel gebouwd, waardoor deze volledig geïsoleerd is van de rest van de omgeving. Het besturingssysteem, de oliebaden, de gasverdeelcentrale en de analysatoren zijn geplaatst aan de buitenkant van de cel. Al de elektrische bedrading loopt langs rails geplaatst tegen de muren of het dak van de cel en minimaal 1,5 m boven de grond. De cel is geconstrueerd uit een stalen kader dat bedekt is met aluminium platen dewelke zich uitsluitend aan de buitenkant van het frame bevinden. Betreffende het dak bevinden deze aluminium platen zich aan de binnenkant. Toegang tot de installatie is mogelijk door 2 verschillende deuren. Het dak kan voor een gedeelte verwijderd worden. Dit is noodzakelijk voor sommige handelingen zoals het inbrengen van natrium in de natriumsmelttank. De vloer is zo geconstrueerd dat hij fungeert als opvangbak bij eventuele lekkages van thermische olie en/of natriummetaal. De cel wordt zeer goed geventileerd met een debiet van 1500 m³/h, wat neerkomt op 30 vernieuwingen per uur.

3.3 De reactor^(14,15)

Als reactor wordt er gebruik gemaakt van een reactor met mechanisch aangedreven roerder (Fig.6) en bijgevolg niet van het wervelbed-principe.

Om de uitstoot van het product tot een minimum te beperken, werd gekozen voor een verticaal opgebouwde reactor. Dit type van reactor heeft in tegenstelling met de horizontale variant een vrij te bepalen expansiezone. Onze reactor heeft een inhoud van 75 liter waarvan 25 liter voorzien is om als expansiezone te fungeren. De reactor is voorzien van een dubbele wand waarin de Marlotherm®olie circuleert. Dit om de inerte matrix op te warmen tot de initiëtemperatuur van de reactie, bij de exotherme reacties vrijkomende warmte af te voeren en voor het afkoelen van de inerte matrix wanneer het proces voltooid is. De injectiepoorten bevinden zich onderaan de wand van de reactor. In het totaal zijn er vijf injectiepoorten met als doel het inbrengen van de procesgassen. De dubbele wand en het deksel van de reactor zijn thermisch geïsoleerd. De tankromp en de tankmantel zijn ontworpen en gekwalificeerd tegen een druk van 4 en 2 bar. Hevig roeren van het deeltjesbed wordt verzekerd door het roersysteem dat bestaat uit een centrale roerder met twee schroeven en RVS schrapers, waardoor de kans op aankoeken van de producten aan de wanden verminderd.

De reactor met mechanisch aangedreven roerder bestaat uit volgende onderdelen:

- Materiaal :RVS 316L
- Werkdruk in reactor :3 bar
- Werkdruk in verwarmingsmantel :1 bar
- Maximale temperatuur :300°C
- Bodem :Bol
- Deksel :RVS-flens met bindflens
- Top :1 x dompelbuis t.b.v. thermokoppel
:1 x DN 100 flens / 3 x DN 65 flens
- Bodem :1 x dompelbuis t.b.v. thermokoppel in Product
:1 x DN65 aftapflens / 1 aansl. t.b.v mantel
- Injectiepoorten :5 x gasinvoer met diameter 12 x10

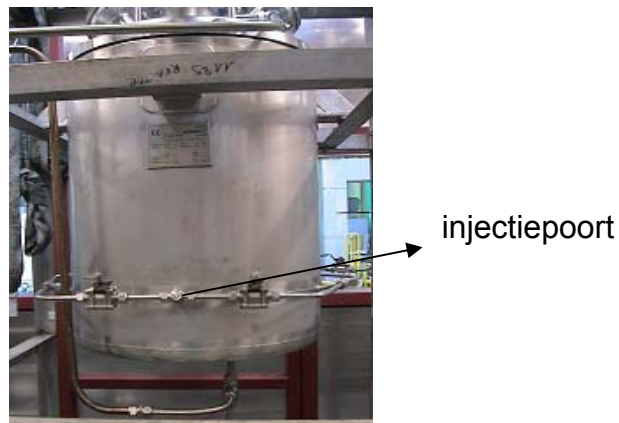


Fig.6: Reactor met mechanisch aangedreven roerder

3.4 Randapparatuur

3.4.1 Smeltkroes of natriumsmelttank ⁽¹⁶⁾

De natriumsmelttank (Fig.7) is, in 2003, ontworpen en gebouwd door SCK-CEN. Ze bestaat uit de volgende onderdelen (Tabel 5):

Materiaal	Materiaaltype	Onderdeel	Afmetingen	Leverancier	Fabrikant
SA 182	F316L	Mantelflens	10"Sch 10s150Lbs	Van Leeuwen	Galperti
SA 182	F316L	Deksel (bindflens)	10"Sch 10s 150Lbs	Van Leeuwen	Hertecant
SA 312	TP316L	Mantel (buis)	10"Sch10s	Van Leeuwen	Butting
SA 403	WP316L	Bodem	10"Sch10s	Van Leeuwen	Sungkwang bend
SA 213	TP316L	Tubulure in bodem	19,05 × 2,11	Van Leeuwen	DMV stainless
SA 213	TP316L	Tubulures in deksel	6 × 1,5	Van Leeuwen	DMV stainless

Tabel 5:Onderdelen natriumsmelttank

In bijlage 5 worden de certificaten van de natriumsmelttank besproken. Deze tank is geschikt en gecertificeerd om een druk tot 7 bar te kunnen opvangen bij 300°C. De natriumsmelttank wordt met behulp van HT1 opgewarmd tot de gewenste temperatuur (150°C) bereikt is. HT1 bestaat uit een verwarmingsdraad met een capaciteit van 300 W/m en is 10 m lang. Eens het vast natrium, dat zich in de natriumsmelttank bevindt, gesmolten is kan het vloeibaar natrium zeer eenvoudig via een injectielijn naar de reactor worden gebracht. Deze injectielijn, 70 cm tussen de natriumsmelttank en de reactor, kan op een constante temperatuur (van 200°C) gehouden worden dankzij HT2 die rond de lijn is aangebracht. HT2 bestaat eveneens uit een verwarmingsdraad met een capaciteit van 300 W/m en is 10 m lang. Om precipitatie van Na₂O in de leiding te vermijden en de kans op verstoppingen te verkleinen is de temperatuur van de natriumsmelttank lager dan de temperatuur in de injectielijn. (Bijlage 4: De oplosbaarheid van zuurstof in natrium in functie van de temperatuur)



Fig.7: Natriumsmelttank

3.4.2 Vultrechter

De vultrechter (Fig.8) is vervaardigd uit RVS en heeft een hellingshoek van 60°. Onder deze hoek glijdt al het product zonder verdere manipulaties naar de reactor.



Fig.8: Vultrechter

3.4.3 Filter ⁽¹⁷⁾

De filter (Fig.10) bestaat uit 4 filterkaarsen, uit gesinterd RVS-316L, met een totaal bruikbaar filteroppervlak van 800 cm². Deze filterkaarsen zijn opgehangen in een RVS behuizing (Fig.9) die voorzien is van kijkglazen voor visuele controle. De druk voor en na de filter wordt constant gemeten en geeft een indicatie naar filterefficiëntie weer.

De filterkaars is van het type: 7µ PORAL INOX POS-10-05 en werd geleverd door de firma Filtermat Belgium.

Specificaties van de filterkaars:

- Type: Poral INOX
- Model: POS-10-05
- Materiaal : gesinterd –ss316L-reinigbaar
- Afmetingen diameter: binnen: 26 mm
diameter: buiten : 50 mm
lengte: 130 mm
- Maximale verschilwerkdruk: 10 bar
- Max. werktemperatuur: 450°C
- Filteroppervlak: 200 cm²
- Filtratiefijnheid: 7 micron



Fig. 9: Filterhuis

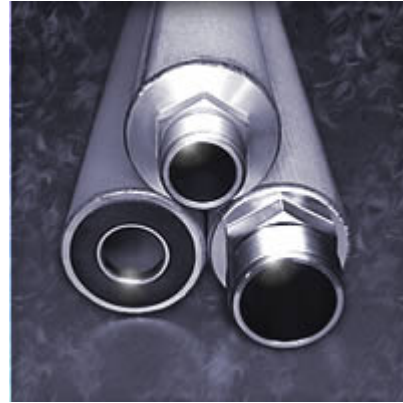


Fig. 10: Filter

3.4.4 Koeler

Als koeler (HEX1) wordt er gebruik gemaakt van een buizenkoeler (Fig.11). Deze koeler heeft als functie het afkoelen van de gassen die vrijkomen gedurende het proces.



Fig. 11: Koeler

3.4.5 Buffertank & breekflens ⁽¹⁸⁾

De reactor is uitgerust met een breekflens (van 3 bar) die de filter, de warmtewisselaar en de reactor tegen overdruk beschermt. Het doel van de breekflens (Fig.13) is om, wanneer de druk in de reactor boven een bepaalde waarde stijgt, de gassen via de buffertank (Fig.12) naar de vent te sturen. De buffertank heeft als doel de drukstoten in de vent te bufferen. Ze heeft een inhoud van 150 liter en is bestand tegen een druk van 10 bar.

- Een breekflens (Fig.13) is een drukontlastingssysteem dat ontworpen is om, bij een vooraf bepaalde druk, aan een gesloten systeem ogenblikkelijk een belemmerde ontlastingsopening te creëren. Het doel is het systeem te beschermen tegen ongewenste overdrukken die kunnen ontstaan door bijvoorbeeld mechanische storingen. Een breekflens leidt giftige of brandbare gassen en vloeistoffen naar een veilige plaats.



Fig.12: Buffertank



Fig.13: Breekflens

3.4.6 Oliebaden = Thermoregulators ^(19,20)

In de pilootopstelling dient één thermoregulator (THR2) voor het afkoelen van de vrijgekomen gassen, de as van de roerder en de tussentubulure, terwijl de andere (THR1) toelaat om de reactor op te warmen (Fig.14). Als oliebad wordt gebruik gemaakt van de Tool-Temp TT-370 Temperature Control Unit. Dit apparaat is voorzien van een gesloten oliecircuit met een expansievat. Door het toepassen van laag belaste verwarmingselementen, in combinatie met een hoge doorstromingsnelheid langs deze elementen, is er geen gevaar meer voor het verkraken van de Marlotherm SH olie door te hoge thermische belasting. Deze Marlotherm SH olie krijgt hierdoor een veel langere levensduur en hoeft daarom minder vaak verversst te worden. De door Tool-Temp zelf ontwikkelde circulatiepomp is ontworpen voor temperaturen tot 400°C en heeft een drievoudig gelagerde pompas met speciale smering en een drievoudige asafdichting. De verkalkingvrije warmtewisselaar is een speciale constructie welke uit RVS geproduceerd werd. De twee identieke thermoregulators hebben een verwarmings- en afkoelingscapaciteit van respectievelijk 16kW en 46kW (bij 200°C).

Tool-Temp TT-370 beschikt over de volgende eigenschappen:

- Temperatuurbereik: met Marlotherm SH tot 360°C, met thermische olie tot 250°C.
- Temperatuursregeling: digitale microprocessorregelaar MP-694 met digitale aanduiding van de ingestelde en de gemeten waarde.
- Pompcapaciteit: druk:max. 5,5 bar, max. 100 l/min, vacuüm:max. 9.mWk.
- Pompaandrijving: 1,8 kW.

- Vulhoeveelheid: 16 kW: 15 liter, 24 kW: 21 liter, 32 kW: 27 liter, 48 kW: 40 liter.
- Expansievat: in het apparaat gebouwd, expansievolume 21 liter.
- Elektrische aansluiting: 3 x 400 V, 50 Hz.
- Gewicht: 16, 24 kW: 180 kg, 32 kW: 210 kg, 48 kW: 320 kg.
- Warmtewisselaar: De praktisch verkalkingvrije warmtewisselaar is een speciale constructie uit RVS geproduceerd. De eenvoudige demontage zorgt voor een snelle en eenvoudige reiniging, wat gedurende de eerste productiejaren niet nodig zal zijn.



Fig.14: Oliebaden

3.4.7 Gasverdeelcentrale ⁽²¹⁾

De gasverdeelcentrale is samengesteld uit twee flessen van elk gas (zuurstof, koolstofdioxide en argon) die aan de buitenkant van de cel geplaatst zijn. Deze gasverdeelcentrale (Fig.15) voorziet de pilootinstallatie continu van de nodige gassen. Wanneer de in gebruik zijnde gasfles leeg is, stuurt het centraal systeem een alarmsignaal naar de display van het 'centrale CLSA' (Fig.16) en kan de lege fles vervangen worden.

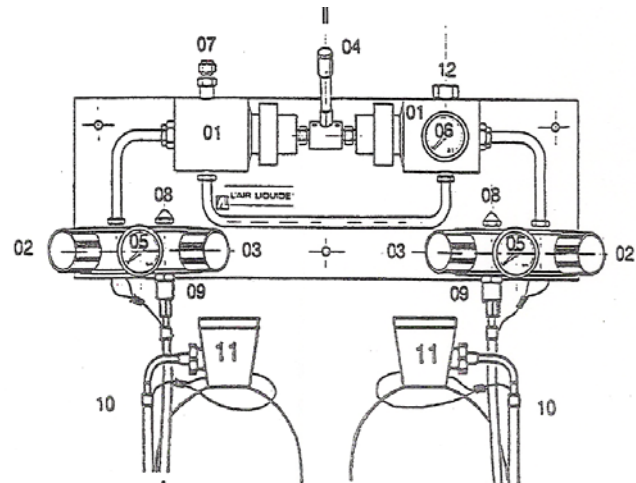


Fig.15: Gasverdeelcentrale



Fig.16: Centrale CLSA

3.5 Instrumentatie

3.5.1 Het besturingssysteem

Het besturingssysteem (Fig.18) geeft de waarde weer van de temperaturelementen. Op deze wijze kunnen ze nauwkeurig in het oog gehouden worden zodat, bij een onregelmatigheid, direct ingegrepen kan worden.



Fig.17: Besturingssysteem

3.5.1 Sensoren

Hieronder worden de voornaamste onderdelen van de instrumentatie van figuur 5 op pagina 17 worden besproken.

3.5.1.1 Temperatuurelementen (Fig.18)

- TE-1: Meet de temperatuur in de bodem van de reactor.
- TE-2: Meet de temperatuur van het gasmengsel in de top van de reactor.
- TE-3: Meet de temperatuur van HT2.
- TE-4: Meet de temperatuur van HT1.
- TE-5: Meet de temperatuur van het natrium in de natriumsmelttank.
- TE-6: Meet de temperatuur van de procesgassen voor de filter.
- TE-7: Temperatuur van de procesgassen na doorgang filter.
- TE-8: Meet de temperatuur van de gassen voor het vrijkomen in atmosfeer.
- TE-9: Meet de temperatuur van de roeras.

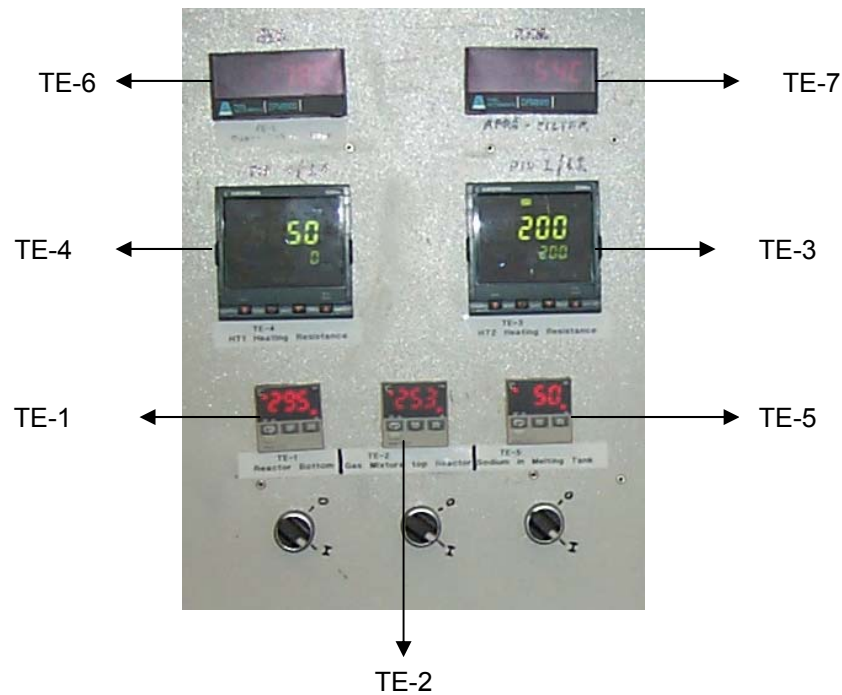


Fig.18: temperaturelementen

3.5.1.2 Drukelementen

PE-5: Meet de argondruk in de natriumsmelttank.

PE-6: Meet de druk van het gas aan de ingang van de filter = druk in de reactor.

PE-7: Meet de druk van het gas na doorgang door de ventilator.

(PE-7)-(PE-6): Geeft het drukverschil over de filter weer. Is een indicatie naar verstoppingen.

3.5.2 Thermokoppel ^(22,23,24,25)

Een thermokoppel (Fig.20) bestaat uit twee star aan elkaar verbonden draden die vervaardigd zijn uit twee verschillende metalen of metaallegeringen. Door het verschillend aantal vrije elektronen in de buitenste elektronenschillen ontstaat een potentiaalverschil op de plaats waar de twee metalen star aan elkaar bevestigd zijn. Dit potentiaalverschil uit zich onder de vorm van een zeer kleine spanning in het μV -bereik, die tussen de twee draden van het thermokoppel gemeten kan worden. De grootte van deze spanning is niet alleen afhankelijk van de twee legeringen waaruit de draden getrokken zijn, maar ook van de temperatuur. Het verband tussen de temperatuur en de spanning over het thermokoppel is zelfs zeer lineair over een

groot temperatuurbereik. Zie figuur 19 waarin dit verband is uitgezet voor drie verschillende soorten thermokoppels. Op deze manier kan men vrij nauwkeurig zeer hoge en zeer lage temperaturen meten.

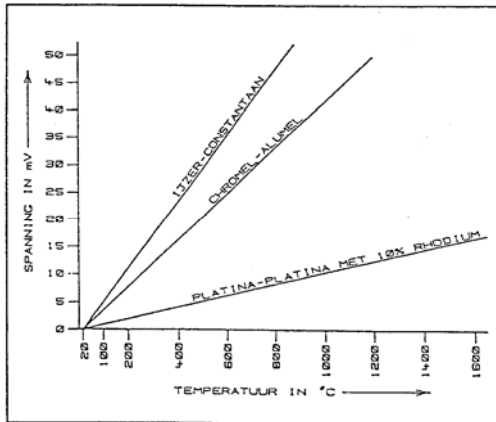


Fig.19 : Het verband tussen de temperatuur en uitgaansspanning voor een aantal thermokoppels

Er bestaan verschillende soorten thermokoppels. In de praktijk hebben zich vier combinaties (Tabel 6) als praktisch bruikbaar ontwikkeld:

Legeringen	Temperatuurbereik (°C)	Spanning ($\mu\text{V}/^\circ\text{C}$)	ANSI-code
Koper-constantaan	-184 tot +400	44,5	T
Chromel-alumel	-184 tot +1.260	40,4	K
Ijzer-constantaan	-184 tot +760	51,7	J
Chromel-constantaan	0 tot +982	76,4	E

Tabel 6: Specificaties van de vier bruikbare thermokoppels.

De ANSI-codes T, K, J en E zijn internationaal gestandaardiseerd en worden overal in de industrie gebruikt. In de praktijk wordt er gesproken over het type-K thermokoppel, die in de pilotinstallatie gebruikt worden.

De leverancier van het thermokoppel is Thermo-elektric (Fig.21)

Het type-K bestaat uit:

- Kern: Chromel-alumel
- Isolatie: bestaat uit een hoog samengeperst mineraalachtig poeder (Mg_2O_3)
- Schede: Inconel (I).

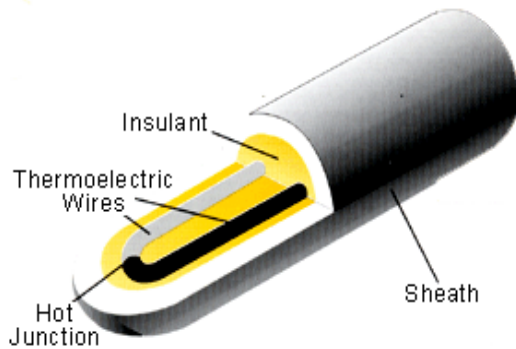


Fig. 20: thermokoppel

3.5.3 Gas dosering ^(26,27,28)

De EL-FLOW®massadebietcontroller MFC (Fig.22) is eigenlijk een massadebietmeter MFM (Fig.23) met een regelventiel. De massadebietmeter van Bronkhorst is een nauwkeurig apparaat voor het meten van gasstromen tot 400 bar. Het systeem kan vervolledigd worden met een controleklep en een digitale uitleeseenheid voor het controleren en meten van de gasstromen met een waarde gelegen binnen het interval van 5 ml_n/min tot 100 l_n/min.

De werking van een Bronkhorst debietmeter is gebaseerd op het thermisch meetprincipe. Een gecalibreerde hoeveelheid gas wordt opgewarmd tussen 2 temperatuursmetingen. Het temperatuursverschil (ΔT) in combinatie met de C_p van het gas geeft een indicatie weer naar de hoeveelheid/debiet. Het temperatuursverschil hangt af van de hoeveelheid warmte die geabsorbeerd wordt door de massa van de gasstroom. De warmteoverdrachtsfunctie tussen een gasmassastroom en het temperatuursverschil kan beschreven worden door:

$$\Delta T = K \cdot c_p \cdot \Phi_m$$

Met ΔT = temperatuursverschil

K = constante

c_p = specifieke warmte

Φ_m = massastroom

De controleklep onderscheidt zichzelf van concurrerende ontwerpen door zijn werkelijke modulaire constructie en kan vervangen worden door de gebruiker zelf zonder hiervoor aanpassingen te doen. De standaardklep is normaal gezien gesloten en beschikbaar tot een Kv-waarde van 1,5.

Figuur 24 geeft de MFC's weer van de gassen zuurstof, koolstofdioxide en argon. In deze figuur ziet U dat er 2 MFC's zijn voor het gas zuurstof. Dit komt door het feit dat

de verblijftijd het belangrijkste is bij de omzetting van natrium naar natriumoxide. Met de digitale voedings- en uitleeseenheid (Fig.25) kan het debiet van de gasen worden geregeld.



Fig.22 :MFC

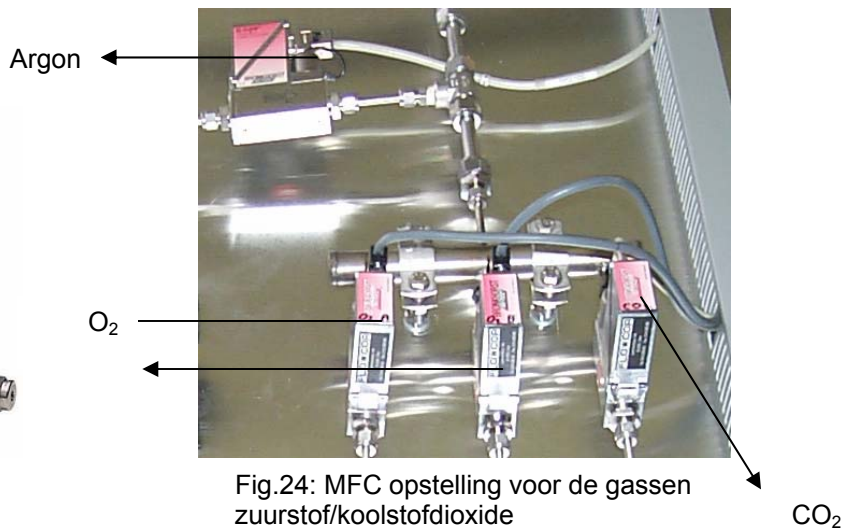


Fig.24: MFC opstelling voor de gasen zuurstof/koolstofdioxide



Fig.25: Digitale voedings- en uitleeseenheid



Fig.23: MFM

3.5.4 Analyساتoren ^(29,30,31)

Een analysesysteem Advance Optima (Fig.26) van de firma ABB analyseert de hoeveelheid zuurstof, met behulp van MAGNOS-16, en de hoeveelheid koolstofdioxide met behulp van URAS-14, van de gasen die de reactor verlaten. In de basisuitvoering bestaat Advance optima uit een centrale elektronica-eenheid en een analysatormodule. Naar gelang de meetopgave zijn er verschillende meetprincipes beschikbaar. Op één centrale elektronica-eenheid kunnen maximaal zes analysatormodules worden aangesloten door middel van een standaard aansluitmethode.



Fig.26: Centrale elektronica-eenheid

De verschillende analysatorenmodules die, gedurende de testen gebruikt worden:

- Infraroodanalysator Uras 14 (Fig.27) kan de concentratie van maximaal 4 componenten (CO , CO_2 , NO , CH_4) selectief meten. Kenmerkend voor deze module zijn stabiliteit, selectiviteit, gevoeligheid en robuustheid.



Fig.27: Infraroodanalysator Uras 14

- Zuurstofanalysator Magnos 16/17 (Fig.28): Het meetprincipe berust op het specifieke paramagnetische gedrag van zuurstof. De modules kenmerken zich door een hoge nauwkeurigheid en stabiliteit.

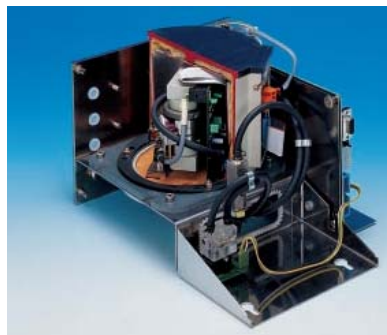


Fig.28: Zuurstofanalysator Magnos 16/17

3.5.5 Sturing roerwerk ⁽³²⁾

De firma Typhoon ontwikkelde het roerwerk van de reactor. De schraper en de roerder (Fig.30) worden elektrisch aangedreven door twee onafhankelijke van elkaar werkende motoren met een vermogen van respectievelijke 1,5 en 2,2 KW. De schraper en de roerder draaien in tegenstroom ten opzichte van elkaar in de reactor. De sturing van de schraper en de roerder gebeurt met een frequentieregelaar en een PTC weerstand. Het toerental van de centrale roerder (Fig.29) tijdens de verschillende stappen is ± 900 rpm. Bij de schraper is het toerental op de frequentieregelaar ingesteld op 15 rpm. Binnenin de bedieningskast kan de ampérage van de motor worden afgelezen. Het doel hiervan is dat elke motor zijn maximale ampérage heeft en dat hij deze ampérage kan opnemen zonder te verbranden. Het is noodzakelijk om dit te bewaken. Voor de motor van de centrale roerder bedraagt dit 9 ampère. Ook op de bedieningskast kan de temperatuur van de roeras en vent worden afgelezen. Bijlagen 6, 7, 8, 9, 10, 11 en 12 geven de schematische voorstellingen weer van de voornaamste onderdelen van het roerwerk en dit samen met de artikellijst.



Fig.29: Bedieningskast

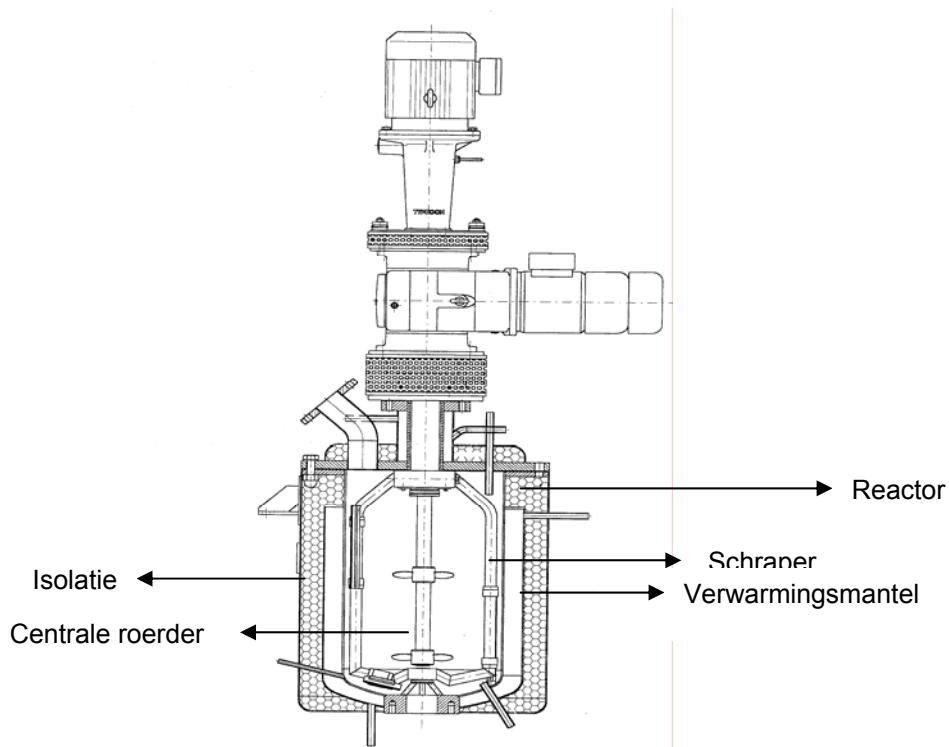


Fig.30: Het roerwerk en de reactor

3.5.6 Dichtingen ⁽³³⁾

Voor de dichtingen wordt er gebruik gemaakt van Novaphit SSTC. Novaphit bestaat uit hoogwaardig grafiet, versterkt met een geëxpandeerde staalgaasinlage, gemaakt uit een zuurbestendige roestvrijstalen folie, met maasopening 3 mm. De zuiverheid van het grafiet is minstens 98%.

Geëxpandeerd metaal bestaat uit ruitvormige poriën in de oppervlakte. Ze worden bekomen door het systematisch aanbrengen van sneden in het plaatmateriaal. Tevens wordt het materiaal gelijkmatig uitgerokken.

Eigenschappen van het geëxpandeerd metaal:

- Hoge mate van flexibiliteit en weerstand tegen breuk: gebruiksvriendelijker bij grotere dichtingen.
- Beter gebruik van de beschikbare vlaktedruk, aangezien er geen kronen dienen vervormd te worden.
- De inlage heeft een hoge mate van terugvering. De inlage bestaande uit geëxpandeerd metaal draagt een actieve rol in het afdichtingsvermogen. Dit garandeert een hoge mate van veiligheid in de flensverbinding en dit zelfs bij hoge vlaktedrukken.
- Uitstekende bewerkbaarheid dankzij de structuur en de uitstekende eigenschappen van de inlage. De kleine maasopening van slechts 3 mm laat

toe smalrandige pakkingen te snijden en verhoogt tevens de levensduur van de stansgereedschappen.

- Dichtingen uit geëxpandeerd metaal en zuiver grafiet kunnen gemakkelijk gesneden worden. Indien de dichting wordt gesneden met behulp van een schaar heeft het als bijkomend voordeel dat het grafiet beter wordt vastgehouden door de specifieke structuur van het gaas.

3.5.7 Verwarmingsdraad

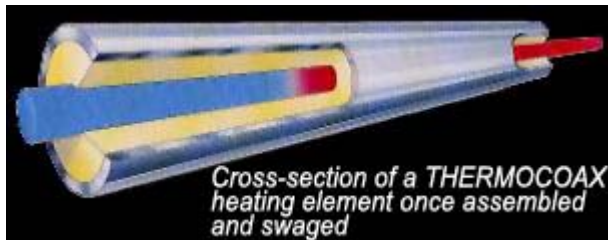


Fig.21: De dwarsdoorsnede van een Thermocoax verwarmingselement.

Het bestaat uit een Inconelmantel en is geïsoleerd met magnesiumoxide. Inconel is bestand tegen 1000°C. De kern is nikkel-chroom in de verhouding 80/20. (cfr. Natriumsmelttank).

Hoofdstuk 4 : De testen

In het kader van de koude piloottesten werden reeds verschillende experimenten in de pilootopstelling uitgevoerd. Er werd per experiment 1 tot 5 kg natrium verwerkt.

In dit hoofdstuk wordt in detail het experiment met 5 kg natrium besproken. De verschillende stappen in het proces worden afzonderlijk besproken aan de hand van figuur 5 (zie hoofdstuk 3, p.17). Bij het uitvoeren van de verschillende stappen moet steeds rekening gehouden worden met parameters zoals temperatuur, druk en het door de motoren opgenomen ampérage. De andere testen werden uitgevoerd onder analoge omstandigheden.

4.1 Het drogen

De MSR wordt, via ST1, met 50 kilogram natriumcarbonaat dense gevuld en enkele uren gedroogd bij een maximale temperatuur van 300°C. Het drogen gebeurt steeds onder inerte atmosfeer. De temperatuur in de reactor kan gecontroleerd worden via TE-1. Na het drogen wordt de reactor onder inerte atmosfeer (Ar) gehouden tot gestart wordt met het experiment.

4.2 Het coaten van het natriumcarbonaat met natrium

De MSR wordt opgewarmd tot 130°C à 135°C via THR1. Deze temperatuur wordt om veiligheidsredenen gekozen omdat de zelfontbrandingstemperatuur van natrium aan de lucht 140°C is. Gedurende heel het experiment wordt er onder inerte atmosfeer gewerkt. Hiervoor wordt gebruikt gemaakt van argon als inert gas.

Gedurende de opwarming van de MSR wordt gestart met de voorbereiding van het natriummetaal. Commercieel vast natriummetaal (cilindervormig) bevindt zich in een donkere afgesloten fles en is bedekt met paraffineolie of kerosine (zie fig.31). Deze paraffineolie/kerosine verbrandt bij hoge temperaturen waardoor water ontstaat. Het contact tussen water en het natriummetaal geeft natriumhydroxide en waterstofgas, waarbij het waterstofgas explosief is. Daarom dient het vast natriummetaal zo goed mogelijk gereinigd te worden van deze paraffineolie/kerosine.

Dit gebeurt in een handschoenzak onder inerte atmosfeer (Ar). Om ongecontroleerde oxidatie van het natrium te vermijden, is het noodzakelijk om het contact tussen het vast natriummetaal en lucht te herleiden tot een minimum. Eens het vast natriummetaal zich in de NaMT bevindt, wordt deze opgewarmd tot 150°C waardoor het vast natriummetaal gaat smelten.

Het gesmolten natriummetaal kan zeer eenvoudig via de injectielijn in de MSR gebracht worden. Vervolgens gebeurt het coaten van het natriumcarbonaat. Het toevoegen van het natrium gaat gepaard met een stijging van het opgenomen motorvermogen. Onder normale omstandigheden is het opgenomen vermogen van de centrale roerder/motor gelegen tussen de 6 à 7 ampère. Na belading van het natrium op het natriumcarbonaat gaat het opgenomen vermogen van de centrale roerder/motor stijgen tot 8 à 9 ampère. Om dit terug naar een aanvaardbare waarde (van 6 à 7 ampère) te brengen wordt extra argon toegevoegd.

Bij een belading van 5 kg natrium wordt er een theoretische laagdikte van 10,55 µm natrium verkregen.

Berekening laagdikte natrium op natriumcarbonaat (cfr. Geometrische bol) bij een belading van 5 kg natrium:

- Diameter gemiddelde korrel: $d = 0,25 \text{ mm} \longrightarrow r = 0,125 \text{ mm}$
- Gemiddelde inhoud van de korrel: $0,00818 \text{ mm}^3 = 0,00000818 \text{ cm}^3$
- Inhoud van de reactor: 50 000 gram
- Dichtheid natriumcarbonaat: $2,532 \text{ g/cm}^3$
- Gemiddelde gewicht korrel: 0,0000207 gram
- Gemiddelde hoeveelheid korrels in de reactor: $2,41\text{E}+09$ korrels
- Oppervlakte korrels: $0,196 \text{ mm}^2 = 1,96\text{E}-07 \text{ m}^2$
- Totaal oppervlak: $4,74\text{E}+08 \text{ mm}^2 = 473,934 \text{ m}^2$
- Hoeveelheid natrium: $5 \text{ dm}^3 = 0,005 \text{ m}^3$
- Laagdikte natrium: Hoeveelheid natrium: $1,06\text{E}-05 \text{ m} = 10,55 \text{ µm}$
Totaal oppervlakte

Om zeker te zijn dat de NaMT leeg is, wordt, als controle, nogmaals argon onder lichte overdruk door de NaMT gestuurd. Als de NaMT leeg is, wordt de verwarming van de NaMT afgezet. De injectielijn wordt gedurende het hele proces op een constante temperatuur van 200°C gehouden en kan gecontroleerd worden met behulp van TE-5. De temperatuur van de NaMT (TE-5) is lager dan de temperatuur

in de injectielijn. Dit om de precipitatie van Na_2O in de leiding te vermijden en de kans op verstoppingen te verkleinen. (zie bijlage 4: De oplosbaarheid van zuurstof in natrium in functie van de temperatuur).

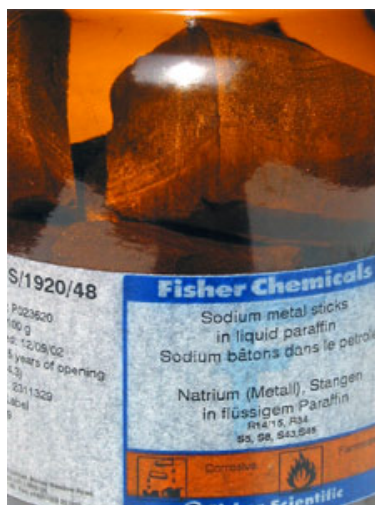


Fig.31 : Commercieel vast natrium⁽³⁴⁾

4.3 De oxidatie van natrium

De temperatuur in de MSR wordt verhoogd tot 280°C via THR1, om zeker te zijn dat de minimum initiatietemperatuur van 270°C overall bereikt is. Wanneer de MSR de gewenste temperatuur van 280°C heeft bereikt, wordt zuurstof met een debiet van 2 nL/min toegevoegd aan de MSR. Het zuurstofdebiet wordt geregeld in functie van het temperatuurverloop. In de MSR wordt het natrium omgezet tot natriumoxide en natriumperoxide. Na enkele minuten reactie wordt koolstofdioxide met een debiet van 2 nL/min toegevoegd om de eventueel gevormde peroxiden om te zetten in carbonaat. Gelijktijdig wordt het debiet van zuurstof verhoogd tot 3 nL/min. Vanaf dit moment start de carbonatatie.

- A) $4 \text{ Na} + \text{O}_2 \rightarrow 2 \text{ Na}_2\text{O}$
- B) $2 \text{ Na} + \text{O}_2 \rightarrow \text{Na}_2\text{O}_2$
- C) $\text{Na}_2\text{O}_2 + \text{CO}_2 \rightarrow \text{Na}_2\text{CO}_3 + \frac{1}{2} \text{O}_2$

Het zuurstofdebiet wordt gedurende de oxidatie verhoogd, om de oxidatie sneller te laten verlopen, het koolstofdioxidedebiet wordt aangepast en volgt het zuurstofdebiet met een factor 3/2.

De temperatuur van de uitgaande procesgassen worden bovenaan de MSR gemeten met TE-2. Het drukverschil over de filter wordt gemeten met (PE-7)-(PE-6). Het is

noodzakelijk om dit drukverschil op te volgen, het geeft een indicatie naar filterefficiëntie weer (cfr. verstoppingen).

Het analysesysteem Advance Optima analyseert de hoeveelheid zuurstof en de hoeveelheid koolstofdioxide van de procesgassen die de MSR verlaten. Wanneer op dit toestel het gehalte aan zuurstof boven nul stijgt, wil dit zeggen dat de hoeveelheid zuurstof die in de MSR wordt geïnjecteerd, niet meer volledig door de reactie wordt verbruikt. Hieruit kan geconcludeerd worden dat de oxidatie naar haar einde loopt.

4.4 De carbonatatie van het natriumoxide

De carbonatatie start 15 à 20 minuten na de start van de oxidatie om de eventueel reeds gevormde peroxiden om te zetten in carbonaat. Op het einde van de oxidatie wordt het zuurstofdebiet verminderd en koolstofdioxidedebiet vermeerderd, om de carbonatatie te versnellen en dit tot aan het einde van de carbonatatie.



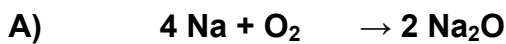
Wanneer het analysesysteem Advance Optima een waarde aangeeft die hoger gelegen is dan nul wijst dit erop dat de geïnjecteerde hoeveelheid koolstofdioxide niet meer volledig verbruikt wordt door de reactie. Dit wijst erop dat de carbonatatie op zijn einde loopt.

Na de carbonatatie wordt de matrix afgekoeld en uit de reactor verwijderd. In principe kan het bekomen product herbruikt worden als inerte matrix, om een volgende batch natriummetaal te verwerken.

4.5 Berekening van de theoretische verbruikte hoeveelheid zuurstof en koolstofdioxide gedurende het experiment:

De gebruikte hoeveelheid natrium bedraagt 5 kg \longrightarrow $n = 217,39$ mol

Theoretisch gezien verloopt de reactie van : $2 \text{ Na} \xrightarrow{\text{O}_2} \text{Na}_2\text{O} \xrightarrow{\text{CO}_2} \text{Na}_2\text{CO}_3$



217,39 mol natrium reageert 54,35 mol zuurstof tot 108,70 mol natriumoxide. Wanneer verondersteld wordt dat de omzetting naar natriumoxide 100% is, dan is de zuurstofbehoefte (verbruikt volume) gedurende deze reactie:

$$\boxed{P \cdot V = n \cdot R \cdot T} \quad \text{bij normale omstandigheden}$$

$$\text{Met } P = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

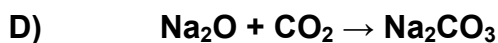
$$R = 8.314 \text{ J/mol} \cdot \text{K}$$

$$T = 273 \text{ K} = 0^\circ\text{C}$$

$$n = 54,35 \text{ mol O}_2$$

$$V = \frac{n \cdot R \cdot T}{p} = \frac{54,35 \text{ mol} \times 8,314 \text{ J/mol} \cdot \text{K} \times 273 \text{ K}}{101300 \text{ Pa}} = 1,22 \text{ m}^3 \text{ O}_2 = 1218 \text{ l O}_2$$

Reactie A verbruikt 1218 liter zuurstof.



108,70 mol natriumoxide reageert met 108,70 mol koolstofdioxide tot 108,70 mol natriumcarbonaat. Reactie D verbruikt 2436 liter koolstofdioxide.

\rightarrow Het experiment verbruikt theoretisch gezien 1218 liter zuurstof en 2436 liter koolstofdioxide.

In de praktijk wordt natriumperoxide, door de oxidatie van natrium, als nevenproduct gevormd. Dit natriumperoxide reageert met koolstofdioxide tot natriumcarbonaat en geeft hierbij zuurstof vrij, dat gerecupereerd kan worden gedurende de oxidatie.

4.6 Bekomen resultaat

De belangrijke temperaturen worden constant gecontroleerd en opgeslagen met de Hewlett Data acquisition/switch (34970 A). De data wordt, elke 10 seconden, gelezen en opgeslagen. Enkel de drukwaarden en enkele minder belangrijke temperaturen worden momenteel nog niet automatisch opgeslagen.

Bij de verwerking van de resultaten wordt de grafiek zo opgesteld dat zowel de temperatuur als het volumeprocent (van de reactiegassen) wordt uitgezet in functie van de tijd.

4.6.1 Resultaat met 5 kg natrium

- Uit grafiek 1 (pg. 42) blijkt dat de reactor alvorens het coaten wordt opgewarmd tot 135°C. Om met de oxidatie te kunnen beginnen, dient de temperatuur van de reactor verhoogd te worden tot ± 280°C (zie verloop THR1-curve).
- Om de snelheid van de oxidatiestap te kunnen opvoeren dient het temperatuursverschil (ΔT) tussen de olie en de matrix vergroot te worden. Dit kan door de olietemperatuur te verlagen in functie van het hoger debiet aan reactiegassen
- De hoogst opgemeten temperatuur van de matrix gedurende de reactie bedroeg 305°C.
- Het zuurstofdebiet dat in de reactor geïnjecteerd wordt, neemt vanaf de start van de oxidatie toe (zie O₂ in (vol%)-curve). Uit de grafiek blijkt dat de injectie van koolstofdioxide een vijftiental minuten na de oxidatie start (zie CO₂ in (vol%)-curve). Na een tiental uren wordt een "doorslag" van zuurstof waargenomen (zie O₂uit (vol%)-curve). Door het onmiddellijke en totale verbruik van zuurstof, als er nog natrium aanwezig is, geeft deze "doorslag" aan dat de oxidatie naar zijn einde loopt en dat alle natrium weggereageerd is tot oxide en/of peroxide. Vanaf hier wordt alleen verder gegaan met de carbonatatie. Ook hier is de detectie van koolstofdioxide in het afgas een indicatie dat de carbonatatie voltooid is.

- *Opmerking:* Een kleine overmaat van beide reactiegassen wordt toegevoegd om zekerheid te verkrijgen over het volledig omzetten van het natrium tot oxiden en oxiden tot carbonaat.

Na voltooiing van de carbonatatie wordt de installatie gekoeld.

4.6.2 Besluit:

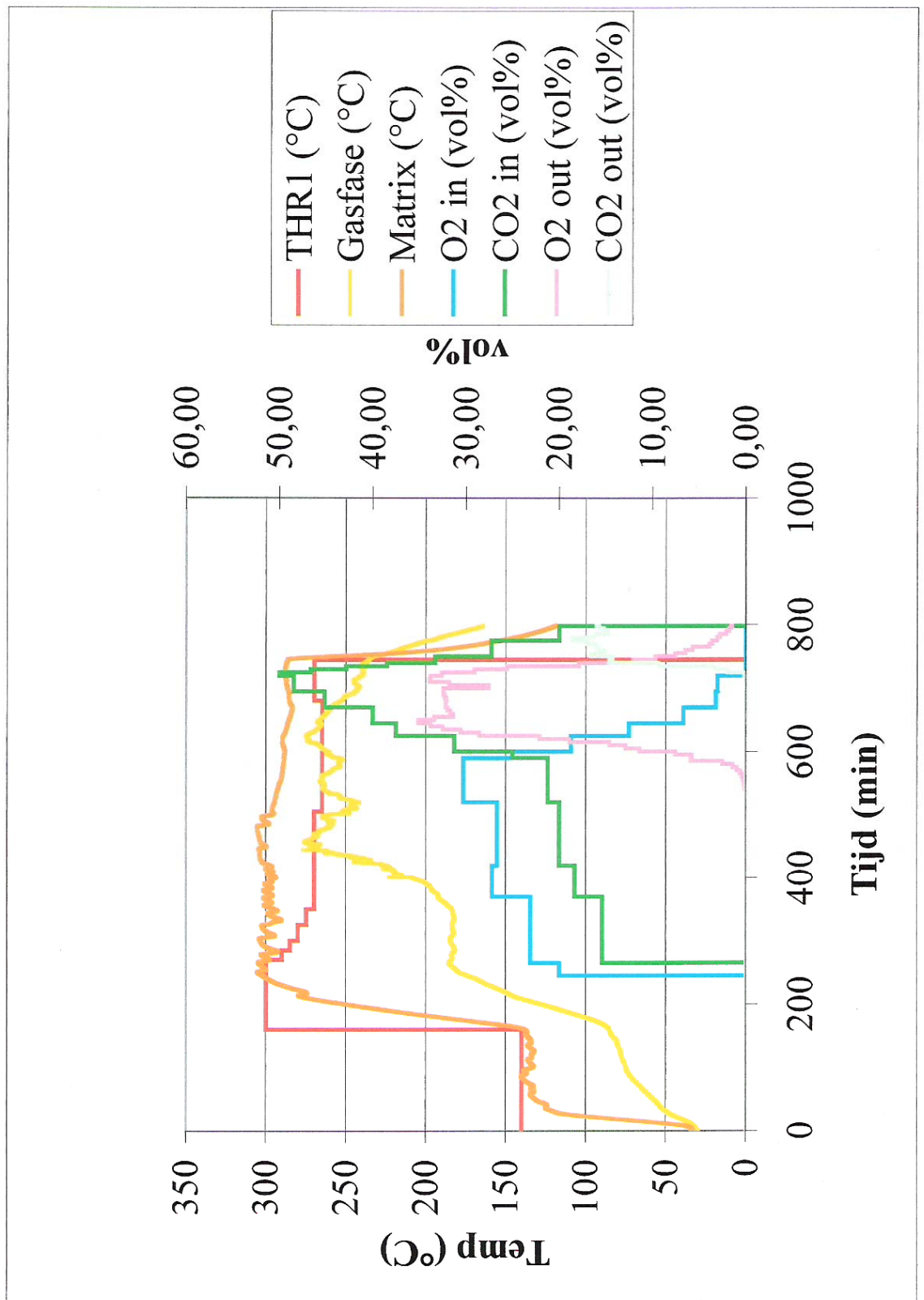
- Uit het uitgevoerde experiment en analyses op het eindproduct blijkt dat de reacties (de oxidatie en de carbonatatie) voltooid werden.
- De reacties zijn exotherm, maar controleerbaar.
- Waterstof noch water wordt gevormd gedurende het experiment.

4.7 Problemen gedurende het uitvoeren van de experimenten

De problemen die optraden gedurende de experimenten en de oplossing worden weergegeven in Tabel 7.

	Probleem	Gevolgen	Oplossingen
Test 1	Oververhitten motor en centrale roerder	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Uitval en minder goede menging van de matrix. ▪ Langere verwerkingstijd door slechtere warmte-afvoer. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Geforceerde perslucht koeling op motor.
Test 3	Olie in reactor door verkeerd geplaatste Lip-seals op de asafdichting	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Koelolie in matrix. ▪ Olie en koolstof in eindproduct. 	Vervangen van de dichtingen en correctie montage.
Test 7	Olie in de reactor door asafdichtingproblemen. Lip-Seals ???	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Koelolie in matrix. ▪ Olie en koolstof in eindproduct. 	Een "droge" asafdichting wordt bestudeerd

Tabel 7: Problemen gedurende de experimenten en oplossingen.



Grafiek 1: Experiment met 1 kg natrium

Hoofdstuk 5 : Analyse methoden

Nadat de MSR volledig afgekoeld is, wordt het bekomen natriumcarbonaat uit de MSR verwijderd. Op dit eindproduct worden testen gedaan in het laboratorium. De volgende testen worden gehanteerd: titratie en granulatie.

5.1 Titraties:

Het doel van de titratie is de conversie van de matrix te bepalen. Er wordt gebruik gemaakt van een twee-traps zuur-base titratie:

In stap 1 gebeurt de volgende reacties: $\text{NaOH} + \text{HCl} \rightarrow \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$
 $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{HCl} \rightarrow \text{NaHCO}_3 + \text{NaCl}$

In de 2^{de} stap grijpt de volgende reactie plaats: $\text{NaHCO}_3 + \text{HCl} \rightarrow \text{NaCl} + \text{H}_2\text{CO}_3$

5.1.1 Principe van titratie: ⁽³⁵⁾

Titratie is een al vrij oude maar nog steeds veel gebruikte scheikundige techniek, die het mogelijk maakt de concentratie van een bepaalde stof in een oplossing te bepalen door bij deze oplossing geleidelijk aan -meestal druppelsgewijs- een andere oplossing te voegen van een reagens waarvan men de concentratie kent.

De oplossing van onbekende concentratie moet daarbij voldoende snel reageren met de standaardoplossing volgens een bekende stoichiometrische verhouding.

Het doel van de titratie is om het equivalentie- of omslagpunt te bepalen, dit wil zeggen dat punt waar alle stof met onbekende concentratie gereageerd heeft en het toe gedruppelde reagens een overmaat begint te vormen.

Het omslagpunt kan op verschillende manieren bepaald worden. De meest klassieke vorm is het gebruik van een indicator. Dit is een stof die maar in geringe hoeveelheid toegevoegd wordt en aan de oplossing een kleur geeft die verandert bij het bereiken van het equivalentiepunt.

Het is echter ook mogelijk dit langs andere weg te doen, bijvoorbeeld door een sterke verandering van de oxidatiepotentiaal van de oplossing waar te nemen (potentiometrische titratie) of met behulp van een verandering in de elektrische geleidbaarheid (conductometrische titratie).

5.1.2 Beschrijvende Statistiek: Bepaling van de standaardafwijking ⁽³⁶⁾

Wanneer gesproken wordt over de spreiding van waarnemingsgetallen, van een steekproef, wil dit zeggen dat ze min of meer verschillen van een centrale waarde zoals het gemiddelde $\bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i$. De afwijking van de verschillende waarnemingsgetallen X_i dient bepaald te worden ten opzichte van dat gemiddelde. De gemiddelde kwadratische afwijking ten opzichte van het gemiddelde is de variantie s^2 . De vierkantswortel van de variantie is de standaardafwijking $s =$

$\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n}}$. De formule voor s^2 geeft exact de gemiddelde kwadratische afwijking

voor n waarnemingsgetallen X_i . In gevallen waar n waarnemingsgetallen de volledige populatie vormen dient deze formule behouden te worden. In de meeste gevallen zijn de waarnemingsgetallen slechts een gedeelte van de volledige populatie: de steekproef. De wiskundige statistiek toont aan dat in de noemer de factor n beter vervangen kan worden door $n - 1$. Het bewijs hiervoor is de correctie van Gauss. De

volgende formule kan beter gehanteerd worden: $s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}}$. Voor kleine waarden van n heeft deze verandering een groot effect. De standaardafwijking geeft slechts een goed idee van de spreiding als ze vergeleken wordt met het rekenkundig gemiddelde \bar{X} . Daarom wordt de variatiecoëfficiënt V ingevoerd. $V = \frac{s}{\bar{X}}$.

5.1.3 Werkwijze van de titrator:

Voor de uitvoering van de titraties wordt er gebruik gemaakt van het toestel Mettler toledo DL 50, version 2.4. Dit toestel bevat een pH-glaselectrode van het type: DG111-SC.

De procedure gebruikt voor de uitvoering van de titraties dient éénmalig opgesteld te worden en wordt dan opgeslagen in de computer. Bij een volgende titratie wordt de opgeslagen procedure dan opgeroepen. De procedure die gehanteerd wordt gedurende de titraties bevindt zich in bijlage 13.

Opmerking: Voegen steeds 1 ml NaOH (0,1N) toe aan de te titreren oplossing, omdat de elektrode van de titrator een onnauwkeurige zone heeft bij een zeer lage hydroxideconcentratie. Door het toevoegen van 1 ml NaOH (0,1N) wordt er gemeten boven deze zone en zijn de resultaten representatief en reproduceerbaar.

5.1.4 Resultaten:

In dit hoofdstuk worden enkel de resultaten weergegeven van het experiment met een belading van de matrix met 5 kg natrium. Met behulp van de beschrijvende statistiek kan de standaardafwijking bepaald worden.

In bijlage 14 wordt het resultaat van het experiment met een belading van de matrix met 2 kg natrium weergegeven.

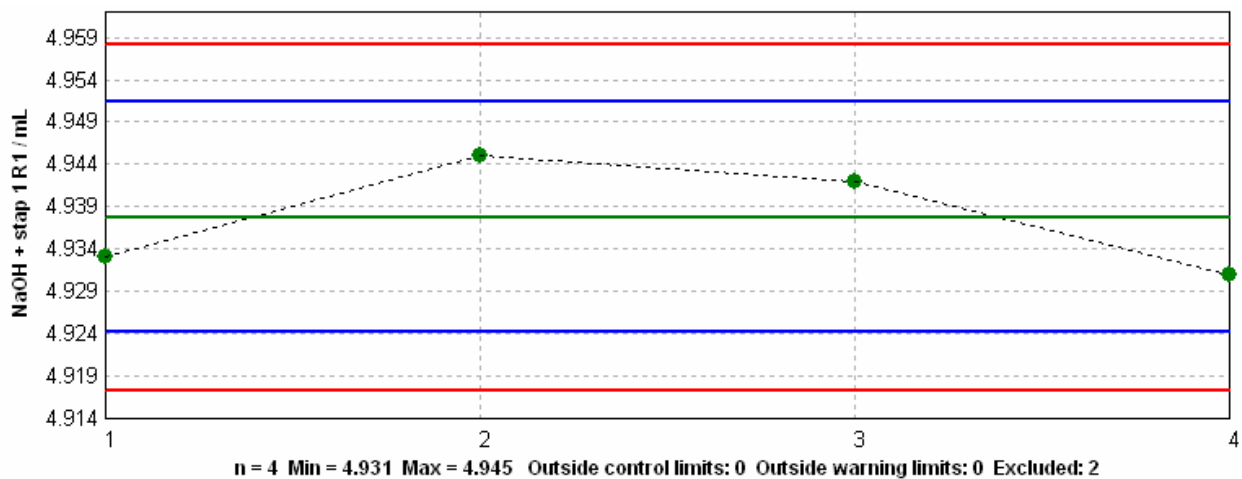
5.1.3.1 Berekening van de standaardafwijking en de variatiecoëfficiënt:

Werkwijze bereiding staal voor statische bepaling:

- Afwegen accuraat $\pm 0,4200$ g staal op de analytische balans tot op 0,0001 g.
- In maatkolf brengen en aanlengen tot 100 ml.
- Neem 10 ml uit de maatkolf en breng dit in een bekertje. Voeg 1ml NaOH toe en aanlengen tot ± 40 ml.
- Starten met de titratie.
- Herhaal dit een 4-tal keer.

Berekening standaardafwijking en variatiecoëfficiënt

$R_1 = \text{NaOH} + \text{stap 1}$



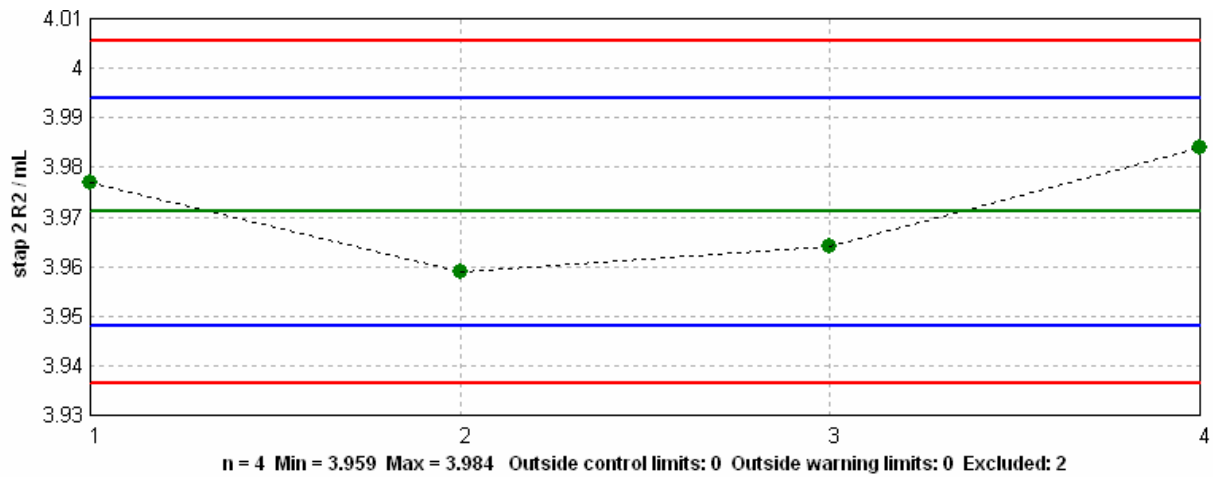
Grafiek 2: R_1 in functie van het aantal waarnemingsgetallen

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1} = \frac{(4,933 - 4,938)^2}{3} + \frac{(4,945 - 4,938)^2}{3} + \frac{(4,942 - 4,938)^2}{3} + \frac{(4,931 - 4,938)^2}{3} = 0,0000463$$

$$s = \sqrt{s^2} = \sqrt{0,0000463} = 0,00680$$

$$V = \frac{s}{\bar{X}} = \frac{0,00680}{4,938} = 0,00138$$

R₂ = stap 2



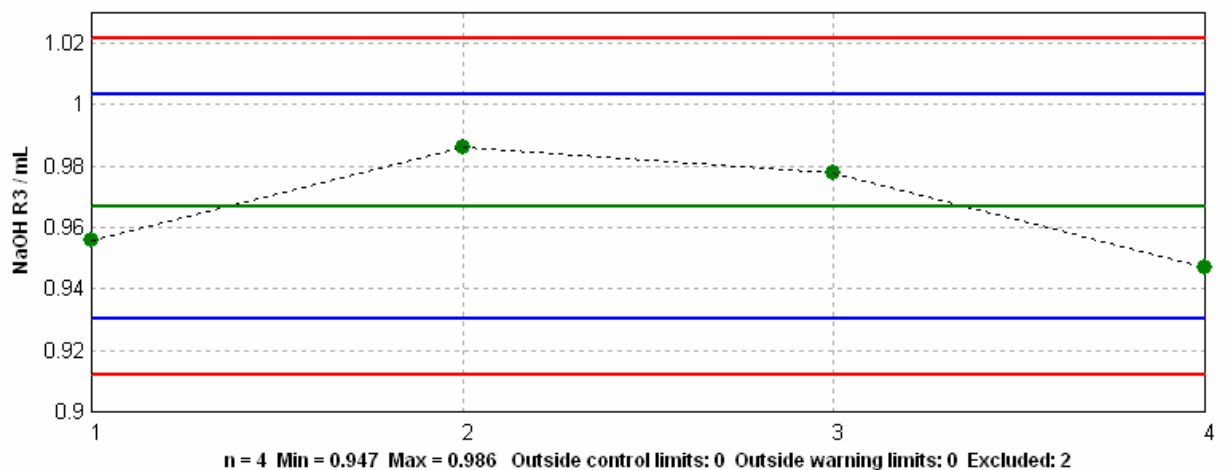
Grafiek 3: R₂ in functie van het aantal waarnemingsgetallen

$$s^2 = \frac{(3,977 - 3,971)^2}{3} + \frac{(3,959 - 3,971)^2}{3} + \frac{(3,964 - 3,971)^2}{3} + \frac{(3,984 - 3,971)^2}{3} = 0,000133$$

$$s = 0,0115$$

$$V = \frac{0,0115}{3,971} = 0,00290$$

R₃ = NaOH



Grafiek 4: R₃ in functie van het aantal waarnemingsgetallen

$$s^2 = \frac{(0,956 - 0,967)^2}{3} + \frac{(0,986 - 0,967)^2}{3} + \frac{(0,978 - 0,967)^2}{3} + \frac{(0,947 - 0,967)^2}{3} = 0,000334$$

$$s = 0,0183$$

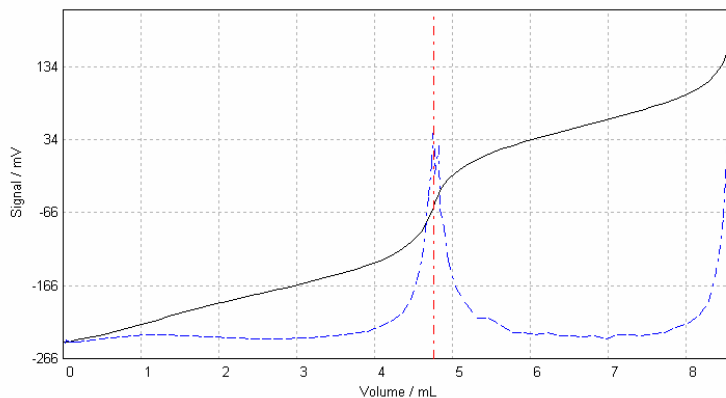
$$V = \frac{0,0183}{0,967} = 0,0189$$

5.1.3.3 Resultaat bij een belading van de matrix met 5 kg natrium

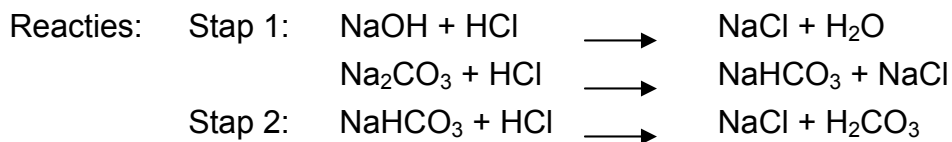
De titratie werd een aantal keer herhaald om zeker van de resultaten te zijn. Hieronder worden enkel de resultaten weergegeven van de titratie met de beste en minst goede reproduceerbaarheid.

5.1.3.3.1 Resultaat van de titratie met de beste reproduceerbaarheid.

- Titratie natriumcarbonaat pro analyse met HCl (0,1N).



Grafiek 5: Titratie natriumcarbonaat p.a. met HCl (0,1N)



→ Afwegen van 0,042 gram natriumcarbonaat pro analyse => 0,000396 mol Na_2CO_3 p.a.

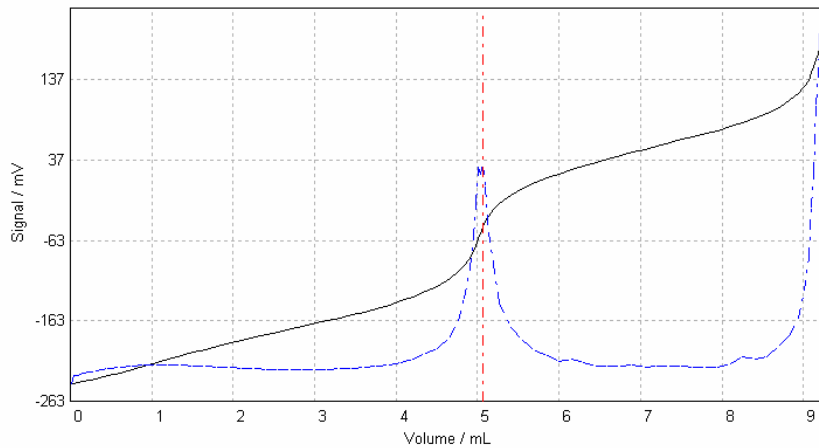
→ 0,000396 mol Na_2CO_3 p.a. + 1 ml NaOH titreren met HCl (0,1 N)

→ Resultaat (zie grafiek 5): R1= Stap 1: 4,795 ml HCl

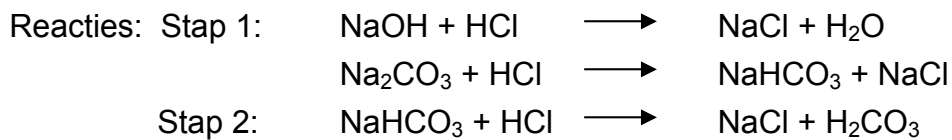
R2= Stap 2: 3,932 ml HCl

R3= R1 – R2 = 0,863 ml HCl (0,1 N)

- Titratie staal met HCl (0,1N).



Grafiek 6: Titratie staal met HCl (0,1 N)



→ Afwegen van 0,043 gram staal => 0,000406 mol staal.

→ 0,000406 mol staal + 1 ml NaOH titreren met HCl (0,1 N)

→ Resultaat (zie grafiek 6): R1= Stap 1: 5,028 ml HCl
 R2= Stap 2: 4,159 ml HCl
 R3= R1 – R2 = 0,869 ml HCl (0,1N)

Berekening omzetting carbonaat

$V = 0,869 \text{ ml OH}^-$ = Hoeveelheid OH^- aanwezig in staal

$-V = 0,863 \text{ ml OH}^-$ = Hoeveelheid OH^- aanwezig in natriumcarbonaat p.a.

$V = 0,006 \text{ ml OH}^-$ = Hoeveelheid OH^- teruggevonden in het staal



$n_{\text{OH}^-} = 0,0000006 \text{ mol}$ teruggevonden in het staal → 0,0024 mg NaOH in 0,043 gram staal afgewogen.

- Tijdens het coaten wordt 5kg natrium toegevoegd aan 50kg natriumcarbonaat:

5 kg Na in 50 kg Na_2CO_3

217,3913 mol Na in 471,6981 mol Na_2CO_3

- Na het beëindigen van de oxidatie (zonder rekening te houden met de carbonatatie) wordt natriumoxide bekomen:

$$108,6957 \text{ mol Na}_2\text{O zit in } 471,6981 \text{ mol Na}_2\text{CO}_3$$

- Natriumoxide reageert met water tot natriumhydroxide:

$$217,3913 \text{ mol NaOH zit in } 471,6981 \text{ mol Na}_2\text{CO}_3$$

- De maximale hoeveelheid natriumhydroxide aanwezig in het natriumcarbonaat bedraagt:

$$8695,652 \text{ gram NaOH in } 5 \text{ kg Na}_2\text{CO}_3$$

- Bij 0 % omzetting naar natriumcarbonaat:

$$\text{In } 43,0 \text{ mg staal zit } \left(\frac{0,043 \text{ gram staal} \times 8695,652 \text{ gram NaOH}}{8695,652 \text{ gram NaOH} + 50000 \text{ gram Na}_2\text{CO}_3} \right) \times 1000 =$$

$$6,3703 \text{ mg NaOH.}$$

- Omzetting natriumcarbonaat:

Bij 43,0 mg afgewogen staal is 0,0024 mg NaOH teruggevonden:

$$\left(\frac{0,0024 \text{ mg NaOH}}{6,3703 \text{ mg NaOH}} \right) \times 100 = 0,0377 \% \text{ OH}^- \text{ in staal afkomstig van natrium} \rightarrow$$

99,9623% carbonaat.

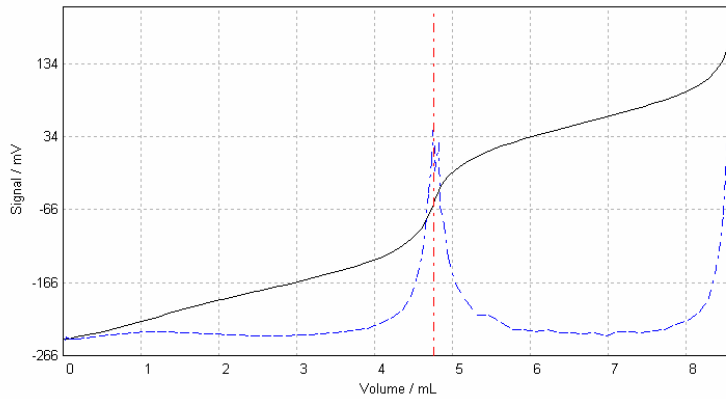
$$\left(\frac{0,0024 \text{ mg NaOH}}{43,0 \text{ mg NaOH}} \right) \times 100 = 0,00558 \% \text{ OH}^- \text{ in staal (natrium + carbonaat)}$$

→ **99,9944 % carbonaat**

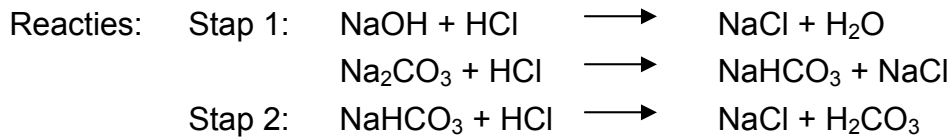
De eindmatrix bestaat uit 99,994 % natriumcarbonaat.

5.1.3.3.2 Resultaat van de titratie met de minst goede reproduceerbaarheid.

- Titratie natriumcarbonaat pro analyse met HCl (0,1N).



Grafiek 7: Titratie natriumcarbonaat p.a. met HCl (0,1N)

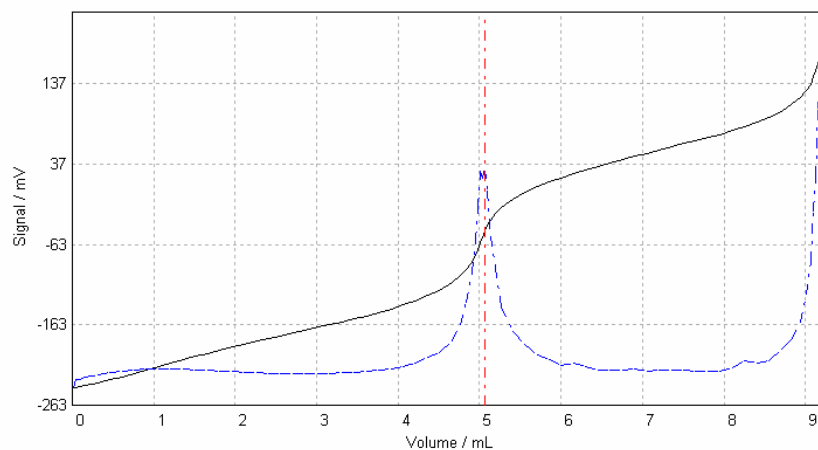


→ Afwegen van 0,042 gram natriumcarbonaat pro analyse => 0,000396 mol Na_2CO_3 p.a.

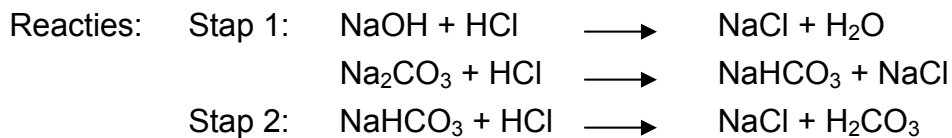
→ 0,000396 mol Na_2CO_3 p.a. + 1 ml NaOH titreren met HCl (0,1 N)

→ Resultaat (zie grafiek 7): R1= Stap 1: 4,739 ml HCl
 R2= Stap 2: 3,835 ml HCl
 R3= R1 – R2 = 0,904 ml HCl (0,1 N)

- Titratie staal met HCl (0,1N).



Grafiek 8: Titratie staal met HCl (0,1 N)



→ Afwegen van 0,043 gram staal => 0,000406 mol staal.

→ 0,000406 mol staal + 1 ml NaOH titreren met HCl (0,1 N)

→ Resultaat (zie grafiek 8): R1= Stap 1: 5,089 ml HCl

R2= Stap 2: 4,157 ml HCl

R3= R1 – R2 = 0,932 ml HCl (0,1N)

Berekening omzetting carbonaat

$V = 0,932 \text{ ml OH}^-$ = Hoeveelheid OH^- aanwezig in staal

$-V = 0,904 \text{ ml OH}^-$ = Hoeveelheid OH^- aanwezig in natriumcarbonaat p.a.

$V = 0,028 \text{ ml OH}^-$ = Hoeveelheid OH^- teruggevonden in het staal



$n_{\text{OH}^-} = 0,0000028 \text{ mol}$ teruggevonden in het staal → 0,112 mg NaOH in 0,043 gram staal afgewogen.

- Tijdens het coaten wordt 5kg natrium toegevoegd aan 50kg natriumcarbonaat:

5 kg Na in 50 kg Na_2CO_3

217,3913 mol Na in 471,6981 mol Na_2CO_3

- Na het beëindigen van de oxidatie (zonder rekening te houden met de carbonatie) wordt natriumoxide bekomen:

108,6957 mol Na_2O zit in 471,6981 mol Na_2CO_3

- Natriumoxide reageert met water tot natriumhydroxide:

217,3913 mol NaOH zit in 471,6981 mol Na_2CO_3

- De maximale hoeveelheid natriumhydroxide aanwezig in het natriumcarbonaat bedraagt:

8695,652 gram NaOH in 5 kg Na_2CO_3

- Bij 0 % omzetting naar natriumcarbonaat:

$$\text{In } 43,0 \text{ mg staal zit } \left(\frac{0,043 \text{ gramstaal} \times 8695,652 \text{ gramNaOH}}{8695,652 \text{ gramNaOH} + 50000 \text{ gramNa}_2\text{CO}_3} \right) \times 1000 =$$

6,3703 mg NaOH.

- Omzetting natriumcarbonaat:

Bij 43,0 mg afgewogen staal is 0,112 mg NaOH teruggevonden:

$$\left(\frac{0,112 \text{ mgNaOH}}{6,3703 \text{ mgNaOH}} \right) \times 100 = 1,758159 \% \text{OH}^- \text{ in staal afkomstig van natrium} \rightarrow$$

98,241841% carbonaat.

$$\left(\frac{0,112 \text{ mgNaOH}}{43 \text{ mgstaal}} \right) \times 100 = 0,2605 \% \text{OH}^- \text{ in staal (natrium + carbonaat)} \rightarrow$$

99,74 % carbonaat

De eindmatrix bestaat uit 99,74 % natriumcarbonaat.

Besluit: De eindmatrix bestaat in het beste geval uit 99,99 % carbonaat en in het slechtste geval uit 99,74% carbonaat.

5.2 Granulatie:⁽³⁷⁾

5.2.1 Doel:

Het doel van granulatie is het bepalen van de deeltjesgrootte van de bekomen eindmatrix.

Een veelkomend probleem bij het werken met materialen is het afscheiden van één of meer materialen uit een mengsel van verschillende materialen. Op basis van faseverschillen kunnen deze mengsels van elkaar gescheiden worden. In ons geval beperkt het zich tot het scheiden van een mengsel vast-vast.

Het uitvoeren van de granulatie gebeurt met behulp van zeefapparatuur.

5.2.1 Het principe van zeven:

De werking van een zeef kan omschreven worden als het scheiden van een mengsel van korrels met verschillende grootte bij middel van een zeefoppervlak. Het zeefgoed (het te zeven mengsel) wordt gescheiden in een

zeefoverloop (te grote deeltjes) en een zeefsel. De zeefbodem kan vervaardigd zijn uit stalen staven (grove materialen), geperforeerde metaalplaat (grove materialen), gewenste zijde (fijnere stoffen).

5.2.2 Zeefanalyse:

De zeefanalyse van een materiaal wordt uitgevoerd door een staal aan te brengen op de grofste van een reeks standaardzeven. Daaronder worden de overige zeven opgesteld volgens afnemende maaswijdte. De stapel zeven met het monster op de bovenste zeef wordt mechanisch gedurende een bepaalde tijd geschud. Het materiaal op elke zeef wordt verwijderd en afgewogen.

5.2.3 Zeefapparatuur:

Tegenwoordig worden meer trilzeven gebruikt omwille van hun grotere capaciteit en hun efficiënte (goede scheiding en geringe werkingskosten). De trillende of schuddende werking wordt veroorzaakt door mechanische krachten (excentriekstang) of elektrische krachten (vibrator). Wanneer het schudden mechanisch gebeurt bevinden zich onder de zeefbodems geperforeerde bodems waarop trapeziumvormige latjes zijn aangebracht. Door de trillende beweging springen de rubberen ballen tegen de zeefbodems. Door het aanbrengen van elastische rubberen afdichtingen aan de toe- en afvoerbuizen is de zeef stofdicht.

5.2.4 Uitvoering

Als matrix in de reactor wordt gebruik gemaakt van natriumcarbonaat dense.

Er werden testen uitgevoerd op zowel onbehandeld als behandeld natriumcarbonaat dense en light. Mits er in de praktijk gewerkt wordt met natriumcarbonaat dense zijn alleen deze resultaten van belang. Hieronder wordt in tabelvorm de resultaten weergegeven.

5.2.4.1 Werkwijze

- Afwegen van de verschillende zeven op de analytische balans tot 0,1g.
- Afwegen natriumcarbonaat accuraat op de analytische balans tot 0,0001g.
- Starten granulatie :

- Breng de afgewogen massa natriumcarbonaat dense in de bovenste zeef van een aantal standaardzeven.
- Stel hieronder de overige zeven op volgens maaswijdte.
- Schud de zeven mechanische gedurende 15 minuten.
- Na afloop verspreidt het natriumcarbonaat dense zich over de verschillende zeven, die elk apart worden gewogen.
- Nu kan de deeltjesgrootte van het staal bepaald worden.

5.2.4.2 Resultaten:

Na het uitvoeren van granulatie testen op onbehandeld natriumcarbonaat dense, kan besloten worden dat het grootste gedeelte (28,87%) van de korrels gelegen is tussen 180 en 250 micrometer. (tabel 8)

Zeven	gemiddelde
	%
> 425 micrometer	13,572
355-425 micrometer	6,101
300-355 micrometer	11,952
250-300 micrometer	16,549
212-250 micrometer	14,077
180-212 micrometer	14,794
150-180 micrometer	7,463
125-150 micrometer	5,969
90-125 micrometer	5,213
53-90 micrometer	2,332
20-53 micrometer	0,000
< 20 micrometer	0,250

Tabel 8: Onbehandeld natriumcarbonaat dense

Granulatie testen werden ook uitgevoerd op het natriumcarbonaat dat bekomen wordt na uitvoering van een experiment. De resultaten worden hieronder verwerkt.

1. *Granulatie test: met een belading van 1 kg natrium:*

Zeven	staal 1	staal 2	staal 3	staal 4	staal 5
	%	%	%	%	%
> 500 micrometer	25,4	20	20	19,9	20,6
425-500 micrometer	4	4,7	4,7	4	4
300-425 micrometer	8	8,7	8,7	8	8,6
250-300 micrometer	6	6	6	6	6
125-250 micrometer	16	16,7	16,6	15,9	15,9
53-125 micrometer	6,7	6,7	6,7	6	6
20-53 micrometer	28	26,6	23,3	23,3	23,9
< 20 micrometer	6,7	12	15,3	19,9	15,9

Tabel 9: Behandeld natriumcarbonaat met 1 kg natrium

Uit tabel 9 blijkt dat de korrelgrootte zich verspreid over twee reeksen nl. het grootste gedeelte van de korrels (28%) is gelegen tussen 20-53 micrometer en langs de andere kant is een groot gedeelte (25,4%) van de korrels groter dan 500 micrometer.

2. *Granulatie test waarbij 2 kg natrium wordt gebruikt:*

Bij het experiment waar gebruik wordt gemaakt van 2 kg konden geen testen op worden gedaan mits er gedurende de uitvoering een olieklek ontstond. Hierdoor werd het bekomen natriumcarbonaat verontreinigd en niet bruikbaar voor verder onderzoek.

3. *Granulatie test waarbij 5 kg natrium wordt gebruikt:*

Zeven	staal 1	staal 2	staal 3	staal 4	Staal 5	gemiddelde
	%	%	%	%	%	%
>355 micrometer	11,3054	11,2500	11,9451	12,5773	11,9889	11,8133
250-355 micrometer	13,3004	12,5735	12,6088	13,2392	13,3210	13,0086
150-250 micrometer	15,9605	37,7206	14,5996	30,4503	38,6309	27,4724
125-150 micrometer	18,6206	7,9412	8,6270	10,5914	11,3228	11,4206
90-125 micrometer	9,3103	7,9412	8,6270	11,9153	5,3284	8,6244
53-90 micrometer	3,3251	2,6471	4,6453	3,3098	3,3302	3,4515
20-53 micrometer	25,2708	17,8677	26,5447	14,5632	13,3210	19,5135
<20 micrometer	3,3251	1,9853	11,2815	3,3098	1,9981	4,3800

Tabel 10: Behandeld natriumcarbonaat met 5 kg natrium

Uit tabel 10 blijkt dat het grootste gedeelte van de korrels gelegen is tussen 150-250 micrometer.

4. Besluit:

Algemeen gezien kunnen de korrels groter of kleiner worden dan het beginproduct. De oorzaak van het verkeinen kunnen zijn:

- Vermaling van de korrels door de sneldraaiende centrale roerder.
- De reactieproducten kleven niet aan de korrels.

Het vergoten kan veroorzaakt worden door

- Door de agglomeratie
- Vasthechten van reactorproducten aan de inerte matrix.

Algemeen besluit

Het doel van de afstudeeropdracht was het bouwen en testen van een pilootinstallatie voor de behandeling van natriummetaal. De installatie werd zonder noemenswaardige problemen opgebouwd.

Er werden experimenten uitgevoerd gaande van de verwerking van 1 kg natrium tot 5 kg natrium per test. Gedurende de testen ontstonden er technische problemen (bv. Oververhitten van de motor van de centrale roerder en olie in de reactor) die door relatief eenvoudige aanpassingen verholpen konden worden. Deze problemen waren uitsluitend een gevolg van de technische opbouw van de installatie en niet van het proces op zich. Het coaten, de oxidatie en de carbonatatie konden gedurende de experimenten zonder problemen worden uitgevoerd.

De verschillende stappen van het proces kunnen gemakkelijk opgevolgd worden aan de hand van temperatuurprofielen en analyse van de uitgaande gassen. Uit de analyses (waterrest en 2 stappen zuur-base titratie) bleek dat al het natriummetaal omgezet is naar oxide en dat meer dan 99,7% van het gevormde natriumoxide is omgezet naar natriumcarbonaat. Het geloste eindproduct uit de reactor is voor meer dan 99% natriumcarbonaat.

Het is duidelijk dat de haalbaarheid van het proces is aangetoond en dat het door het SCK•CEN uitgewerkte proces een alternatief kan zijn voor de momenteel commercieel beschikbare (water)processen. Vooral naar explosie veiligheid, finale waste-vorm en ALARA toe biedt het SimSan proces belangrijke voordelen.

In de nabije toekomst zijn er nog enkele proeven gepland om het herbruik van het reactieproduct als beginmatrix te onderzoeken en te realiseren. Eveneens zal getracht worden om het rendement van de installatie te verhogen, dit kan door de belading, die tot op heden 10% bedraagt, te verhogen.

Naar een eventuele up-scale toe, dienen er echter nog wel een aantal technische aanpassingen/verbeteringen uitgevoerd te worden aan de pilootinstallatie.

De reactor:

- "droge" asafdichting: geen olie in de inerte matrix
- Gentle mixing: Het mengproces wordt verwezenlijkt met gematige energie invoer en zonder de vorming van wrijvingswarmte hierdoor kunnen poeders efficiënt gemengd worden zonder de structuur te beschadigen. In bijlage 15 vind U een voorbeeld van zo'n reactor.
- Aanpassing gas-injectiepoorten: door middel van poreuze metalen injectiepoorten.
- Staalpunt

De filters:

- Blow-back systeem: reinigen van de filters tijdens de verwerking

Aflaten en vullen van de reactor:

- Stofvrij laden en vullen van de reactor

Nuclearisatie:

- Cs-trap
- Tritium
- Stralingsbestendige materialen
-

Final waste:

- Beton
- Glas
- Ceramiek
-

Bijlagen

		Atoommassa (g/mol)	Halveringstijd	spin	Magnetische dipoolmoment
¹⁹ Na		19,013879	0,03 seconde		
²⁰ Na		20,00734	0,446 seconde	2 ⁺	0,3694 nm
²¹ Na		20,99765	22,48 seconde	3/2 ⁺	2,3863 nm
²² Na		21,99443	2,605 jaar	3 ⁺	1,746 nm
²³ Na	100%	22,989767		3/2 ⁺	2,21752 nm
²⁴ Na		23,990961	14,96 uur	4 ⁺	1,69 nm
²⁵ Na		24,989953	59,3 seconde	5/2 ⁺	3,683 nm
²⁶ Na		25,992586	1,07 seconde	3 ⁺	2,851 nm
²⁷ Na		26,99394	0,29 seconde	5/2 ⁺	3,9 nm
²⁸ Na		27,97878	30,5 mseconde	1 ⁺	2,43 nm
²⁹ Na		29,00293	44 mseconde	3/2 ⁺	2,45 nm
³⁰ Na		30,0088	50 mseconde	2 ⁺	2,08 nm
³¹ Na		31,01268	17,2 mseconde	3/2 ⁺	2,31 nm
³² Na		32,0177	13,5 mseconde		
³³ Na		33,023	8,1 mseconde		
³⁴ Na		34,0286	5 mseconde		
³⁵ Na			1,5 mseconde		

Safety Data Sheet

According to EC Directive 91/155/EEC

Date of issue: 15.07.2003 Supersedes edition of 30.09.2002



1. Identification of the substance/preparation and of the company/undertaking

Identification of the product

Catalogue No.: 822284

Product name: Sodium rods (protective liquid: paraffin oil) for synthesis

Use of the substance/preparation

Chemical for synthesis

Company/undertaking identification

Company: Merck Schuchardt OHG * 85662 Hohenbrunn * Germany *
Tel: +49 8102/802-0Emergency telephone No.: Please contact the regional Merck representation
in your country.

2. Composition/information on ingredients

CAS-No.: 7440-23-5

EC-Index-No.: 011-001-00-0

M: 22.99 g/mol

EC-No.: 231-132-9

Formula Hill: Na

3. Hazards identification

Reacts violently with water, liberating extremely flammable gas. Causes burns.

4. First aid measures

After inhalation: fresh air. Call in physician.
 After skin contact: wash off with plenty of water. Dab with polyethylene glycol 400.
 Immediately remove contaminated clothing.
 After eye contact: rinse out with plenty of water for at least 10 minutes with the eyelid
 held wide open. Immediately call in ophthalmologist.
 After swallowing: make victim drink plenty of water (if necessary several litres), avoid
 vomiting (risk of perforation!). Immediately call in physician. Do not attempt to neutralize.

5. Fire-fighting measures

Suitable extinguishing media:
 metal fire powder. Cover with dry sand or cement.

Extinguishing media not to be used:
 Water, foam.

Special risks:
 Keep away from sources of ignition. Self-ignition possible without protective liquid. Caution! in
 contact with water product releases: hydrogen.

Special protective equipment for fire fighting:
 Do not stay in dangerous zone without suitable chemical protection clothing and self-contained
 breathing apparatus.

Merck Safety Data Sheet		According to EC Directive 91/155/EEC
Catalogue No.:	822284	
Product name:	Sodium rods (protective liquid: paraffin oil) for synthesis	
6. Accidental release measures		
Person-related precautionary measures: Avoid substance contact.		
Environmental-protection measures: Do not allow to enter sewerage system; risk of explosion!		
Procedures for cleaning / absorption: Carefully take up dry. Forward for disposal.		
Additional notes: To render harmless: Alcoholates should be formed by adding low alcohols. Neutralize prior to passing into drainage system.		
7. Handling and storage		
<i>Handling:</i>		
No further requirements.		
<i>Storage:</i>		
Tightly closed. Dry. In a well-ventilated place. Store under paraffin oil. Keep away from sources of ignition and heat. Storage temperature: no restrictions.		
8. Exposure controls/personal protection		

Merck Safety Data Sheet		According to EC Directive 91/155/EEC
Catalogue No.:	822284	
Product name:	Sodium rods (protective liquid: paraffin oil) for synthesis	
<i>Personal protective equipment:</i>		
Protective clothing should be selected specifically for the working place, depending on concentration and quantity of the hazardous substances handled. The resistance of the protective clothing to chemicals should be ascertained with the respective supplier.		
Respiratory protection:	required when vapours/aerosols are generated. (Protective liquid:)	
Eye protection:	required	
Hand protection:	In full contact:	
	Glove material:	nitrile rubber
	Layer thickness:	0.11 mm
	Breakthrough time:	> 480 Min.
	In splash contact:	
	Glove material:	nitrile rubber
	Layer thickness:	0.11 mm
	Breakthrough time:	> 480 Min.
The protective gloves to be used must comply with the specifications of EC directive 89/686/EEC and the resultant standard EN374, for example KCL 740 Dermatril® (full contact), 740 Dermatril® (splash contact). The breakthrough times stated above were determined by KCL in laboratory tests acc. to EN374 with samples of the recommended glove types.		
This recommendation applies only to the product stated in the safety data sheet and supplied by us as well as to the purpose specified by us. When dissolving in or mixing with other substances and under conditions deviating from those stated in EN374 please contact the supplier of CE-approved gloves (e.g. KCL GmbH, D-36124 Eichenzell, Internet: www.kcl.de).		
Other protective equipment:	Protective apron.	
Industrial hygiene:	Immediately change contaminated clothing. Apply skin- protective barrier cream. Wash hands and face after working with substance.	
9. Physical and chemical properties		
Form:	solid	
Colour:	silver grey	
Odour:	odourless	
pH value	not available	
Melting point	97.8 °C	
Boiling point	(1013 hPa)	889 °C
Ignition temperature	> 115 °C	
Flash point	not available	
Explosion limits	lower	not applicable
	upper	not applicable
Vapour pressure	(400 °C)	1.6 hPa
Density	(20 °C)	0.97 g/cm ³
Solubility in water	(20 °C)	explosion decomposition

Merck Safety Data Sheet		According to EC Directive 91/155/EEC
Catalogue No.:	822284	
Product name:	Sodium rods (protective liquid: paraffin oil) for synthesis	
10. Stability and reactivity		
<i>Conditions to be avoided</i>		
Moisture.		
<i>Substances to be avoided</i>		
water (Release of: Sodium hydroxide, hydrogen), ammonium compounds, semimetallic halides, metallic oxides, halogens, halogenated hydrocarbons, acids, nonmetallic oxides, organic nitro compounds, alcohols, hydrazine and derivatives, hydroxylamine, halogen-halogen compounds, organic substances, nitrates, nitrosyl compounds, nitril compounds, nonmetallic halides, mercury compound, nonmetals, carbon disulfide, nonmetallic hydrogen compounds, semimetals, silver compounds, hydrogen peroxide, air, azides, alkali metals.		
<i>Hazardous decomposition products</i>		
no information available		
<i>Further information</i>		
extremely sensitive to moisture.		
11. Toxicological information		
<i>Acute toxicity</i>		
Quantitative data on the toxicity of this product are not available.		
<i>Subacute to chronic toxicity</i>		
No indication of carcinogenic activity. No indication of mutagenic activity. No indication of teratogenic properties.		
<i>Further toxicological information</i>		
Decomposition of the substance with tissue moisture. Effect of the decomposition products. After skin contact: Burns. After eye contact: Burns. Risk of blindness! After swallowing: Risk of perforation in the oesophagus and stomach.		
<i>Further data</i>		
The product should be handled with the care usual when dealing with chemicals.		
12. Ecological information		
<i>Ecotoxic effects:</i>		
Quantitative data on the ecological effect of this product are not available.		
<i>Biological effects:</i>		
Harmful effect due to pH shift. (Formed could be: sodium hydroxide solution). Concentration in organisms is not to be expected.		
<i>Further ecologic data:</i>		
Do not allow to enter waters, waste water, or soil!		

Merck Safety Data Sheet		According to EC Directive 91/155/EEC
Catalogue No.:	822284	
Product name:	Sodium rods (protective liquid: paraffin oil) for synthesis	
13. Disposal considerations		
<i>Product:</i>		
Chemicals must be disposed of in compliance with the respective national regulations. Under www.retrologistik.de you will find country- and substance-specific information as well as contact partners.		
<i>Packaging:</i>		
Merck product packaging must be disposed of in compliance with the country-specific regulations or must be passed to a packaging return system. Under www.retrologistik.de you will find special information on the respective national conditions as well as contact partners.		
14. Transport information		
Land transport ADR, RID UN 1428 NATRIUM, 4.3, I		
Transport by river ADN, ADNR not tested		
Transport by sea IMDG, GGVSee UN 1428 SODIUM, 4.3, I Ems 4.3-0		
Transport by air SODIUM CAO 4.3, UN 1428, I PAX 4.3, UN 1428, I prohibited		
The transport regulations are cited according to international regulations and in the form applicable in Germany (GGVSE). Possible national deviations in other countries are not considered.		
15. Regulatory information		
<i>Labelling according to EC Directives</i>		
Symbol:	F C	Highly flammable Corrosive
R-phrases:	14/15-34	Reacts violently with water, liberating extremely flammable gas. Causes burns.
S-phrases:	5-8-43-45	Keep contents under paraffin oil. Keep container dry. In case of fire, use metal-fire powder. Never use water. In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately (show the label where possible).
EC-No.:	231-132-9	EC label
<i>Reduced labelling (1999/45/EC, Art.10,4)</i>		
Symbol:	F C	Highly flammable Corrosive
R-phrases:	34	Causes burns.
S-phrases:	45	In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately (show the label where possible).

Merck Safety Data Sheet		According to EC Directive 91/155/EEC
Catalogue No.:	822284	
Product name:	Sodium rods (protective liquid: paraffin oil) for synthesis	
16. Other information		
<i>Reason for alteration</i>		
Chapter 8: personal protective equipment.		
General update.		
<i>Regional representation:</i>		
This information is given on the authorised Safety Data Sheet for your country.		
<p><i>The information contained herein is based on the present state of our knowledge. It characterizes the product with regard to the appropriate safety precautions. It does not represent a guarantee of the properties of the product.</i></p>		



STUDIECENTRUM VOOR KERNENERGIE
CENTRE D'ÉTUDE DE L'ÉNERGIE NUCLÉAIRE

OXIDATION AND DIRECT CONDITIONING OF CONTAMINATED METALLIC SODIUM

PRODUCT DATA FOLDER : SODIUM OXIDE (Na₂O)

Group		R&D - Waste decontamination and Site Restoration
Author		B. Petitfour
Date		1998-09-24

GENERAL INFORMATION ON SODIUM OXIDE (Na₂O)

CAS Number	[1313-59-3]
Color	white

PHYSICAL PROPERTIES [1]

Molecular weight	M	=	61.99 g/mol
Density	d	=	2.27

THERMODYNAMIC PROPERTIES [2, 3]

Standard enthalpy of formation	$\Delta_f H^\circ$	=	-414.2 kJ/mol
Standard free enthalpy	$\Delta_f G^\circ$	=	-375.5 kJ/mol
Standard entropy	S°	=	75.1 J/(mol.K)
Heat capacity	C_p	=	69.1 J/(mol.K)

Condensed phase thermochemistry data

Quantity	Value	Units	Method	Reference
$\Delta_f H^\circ_{f, \text{solid}}$	-417.982	kJ/mol	Review	Chase, Davies, et al., 1985
S°_{solid}	75.04	J/mol*K	Review	Chase, Davies, et al., 1985

Constant pressure heat capacity of solid

Cp,solid (J/mol*K)	T (K)	Method	Reference
69.10	298.1	Review	Chase, Davies, et al., 1985

Solid Phase Heat Capacity (Shomate Equation)

$$C_p^\circ = A + B*t + C*t^2 + D*t^3 + E/t^2$$

$$H^\circ - H_{298.15}^\circ = A*t + B*t^2/2 + C*t^3/3 + D*t^4/4 - E/t + F - \Delta H_{f,298}^\circ$$

$$S^\circ = A*\ln(t) + B*t + C*t^2/2 + D*t^3/3 - E/(2*t^2) + G$$

Cp = heat capacity (J/mol*K)

H° = standard enthalpy (kJ/mol)

$\Delta H_{f,298.15}^\circ$ = enthalpy of formation at 298.15 K (kJ/mol)

S° = standard entropy (J/mol*K)

t = temperature (K) / 1000.

T (K)	A	B	C	D	E	F	G	$\Delta H_{f,298}^\circ$ (kJ/mol)
298-1023	25.57540	177.7100	-166.3350	57.61160	0.338149	-431.0160	61.79400	-417.9820
1023-1243	-125.7730	302.0740	-140.6420	21.32400	38.28310	-301.6530	-42.66700	-417.9820
1243-1405	2240.950	-3209.970	1803.690	-359.073	-386.2480	-1877.630	2421.660	-417.9820
1405-2000	-31.01020	144.8670	-57.63780	8.558421	34.66810	-334.5640	84.57350	-417.9820

REFERENCES

[1] PERRY's Chemical Engineers' Handbook, 3-21

[2] CRC Handbook for Chemistry and Physics, 5-22

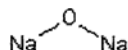
[3] NIST Webbook, <http://webbook.nist.gov>

Chase, M.W., Jr.; Davies, C.A.; Downey, J.R., Jr.; Frurip, D.J.; McDonald, R.A.; Syverud, A.N., JANAF Thermochemical Tables (Third Edition), J. Phys.Chem. Ref. Data, Suppl.1, 1985, 14, 1-1856. [all data]



Disodium oxide

- **Formula:** Na₂O
- **Molecular Weight:** 61.98
- **CAS Registry Number:** 1313-59-3
- **Chemical Structure:**



This structure is also available as a 2d Mol file.

- **Other Names:** Sodium oxide; Na₂O; Sodium oxide (Na₂O)
- Condensed phase thermochemistry data
- Gas phase ion energetics data
- References
- Notes / Error Report
- Switch to calorie-based units

Condensed phase thermochemistry data

Go To: [Top](#), [Gas phase ion energetics data](#), [References](#), [Notes / Error Report](#)

Data compilation copyright by the U.S. Secretary of Commerce on behalf of the U.S.A. All rights reserved.

Quantity	Value	Units	Method	Reference	Comment
$\Delta_f H^\circ_{\text{liquid}}$	-372.84	kJ/mol	Review	Chase, 1998	Data last reviewed in June, 1968
Quantity	Value	Units	Method	Reference	Comment
$S^\circ_{\text{liquid, 1 bar}}$	91.61	J/mol*K	Review	Chase, 1998	Data last reviewed in June, 1968
Quantity	Value	Units	Method	Reference	Comment
$\Delta_f H^\circ_{\text{solid}}$	-417.98	kJ/mol	Review	Chase, 1998	Data last reviewed in June, 1968
Quantity	Value	Units	Method	Reference	Comment
S°_{solid}	75.04	J/mol*K	Review	Chase, 1998	Data last reviewed in June, 1968

Liquid Phase Heat Capacity (Shomate Equation)

$$C_p^\circ = A + B*t + C*t^2 + D*t^3 + E/t^2$$

$$H^\circ - H^\circ_{298.15} = A*t + B*t^2/2 + C*t^3/3 + D*t^4/4 - E/t + F - \Delta_f H^\circ_{f,298}$$

$$S^\circ = A*\ln(t) + B*t + C*t^2/2 + D*t^3/3 - E/(2*t^2) + G$$

C_p = heat capacity (J/mol*K)

H° = standard enthalpy (kJ/mol)

$\Delta_f H^\circ_{298.15}$ = enthalpy of formation at 298.15 K (kJ/mol)

S° = standard entropy (J/mol*K)

t = temperature (K) / 1000.

View plot Requires a Java capable browser.

View table.

Temperature (K)	1405.2 - 3000.
A	104.6000
B	9.909135×10 ⁻¹⁰
C	-6.022074×10 ⁻¹⁰
D	1.113058×10 ⁻¹⁰
E	2.362827×10 ⁻¹¹
F	-404.0296
G	218.1902
$\Delta H_{f,298}^{\circ}$ (kJ/mol)	-372.8434
Reference	Chase, 1998
Comment	Data last reviewed in June, 1968

Solid Phase Heat Capacity (Shomate Equation)

$$C_p^{\circ} = A + B \cdot t + C \cdot t^2 + D \cdot t^3 + E/t^2$$

$$H^{\circ} - H_{298.15}^{\circ} = A \cdot t + B \cdot t^2/2 + C \cdot t^3/3 + D \cdot t^4/4 - E/t + F - \Delta_f H_{f,298}^{\circ}$$

$$S^{\circ} = A \cdot \ln(t) + B \cdot t + C \cdot t^2/2 + D \cdot t^3/3 - E/(2 \cdot t^2) + G$$

C_p = heat capacity (J/mol*K)

H° = standard enthalpy (kJ/mol)

$\Delta_f H_{298.15}^{\circ}$ = enthalpy of formation at 298.15 K (kJ/mol)

S° = standard entropy (J/mol*K)

t = temperature (K) / 1000.

View plot Requires a Java capable browser.

View table.

Temperature (K)	298. - 1023.	1023. - 1243.	1243. - 1405.
A	25.57540	-125.7730	2240.950
B	177.7100	302.0740	-3209.970
C	-166.3350	-140.6420	1803.690
D	57.61160	21.32400	-359.0730
E	0.338149	38.28310	-386.2480
F	-431.0160	-301.6530	-1877.630
G	61.79400	-42.66700	2421.660
$\Delta H_{f,298}^{\circ}$ (kJ/mol)	-417.9820	-417.9820	-417.9820
Reference	Chase, 1998	Chase, 1998	Chase, 1998
	Data last reviewed in	Data last reviewed in	Data last reviewed in

.../cbook.cgi?Formula=Na2O&NoIon=on&Units=SI&cTG=on&cIR=on&cTC=on&cMS=on13/03/02

Comment	June, 1968	June, 1968	June, 1968
---------	------------	------------	------------

Gas phase ion energetics data

Go To: Top, Condensed phase thermochemistry data, References, Notes / Error Report

Data compilation copyright by the U.S. Secretary of Commerce on behalf of the U.S.A. All rights reserved.

Data evaluated as indicated in comments:

HL - E.P. Hunter and S.G. Lias

Data compiled as indicated in comments:

LBLHLM - S.G. Lias, J.E. Bartmess, J.F. Liebman, J.L. Holmes, R.D. Levin, and W.G. Mallard
RDSH - H.M. Rosenstock, K. Draxl, B.W. Steiner, and J.T. Herron

Quantity	Value	Units	Method	Reference	Comment
Proton affinity (review)	1375.9	kJ/mol	N/A	Hunter and Lias, 1998	HL
Quantity	Value	Units	Method	Reference	Comment
Gas basicity (review)	1345.2	kJ/mol	N/A	Hunter and Lias, 1998	HL

Ionization energy determinations

IE (eV)	Method	Reference	Comment
5.35	S	Butman, Kudin, et al., 1984	LBLHLM
5.1 ± 0.1	PI	Peterson, Dao, et al., 1983	LBLHLM
5.5 ± 0.5	EI	Hildenbrand and Murad, 1970	RDSH

References

Go To: Top, Condensed phase thermochemistry data, Gas phase ion energetics data, Notes / Error Report

Data compilation copyright by the U.S. Secretary of Commerce on behalf of the U.S.A. All rights reserved.

Chase, 1998

Chase, M.W., Jr., *NIST-JANAF Thermochemical Tables, Fourth Edition*, *J. Phys. Chem. Ref. Data, Monograph 9*, 1998, 1-1951. [all data]

Hunter and Lias, 1998

Hunter, E.P.; Lias, S.G., *Evaluated Gas Phase Basicities and Proton Affinities of Molecules: An Update*, *J. Phys. Chem. Ref. Data*, 1998, 27, 3, 413-656. [all data]

Butman, Kudin, et al., 1984

Butman, M.F.; Kudin, L.S.; Krasnov, K.S., *The Mass-spectrometric determination of the proton affinity of the molecules M₂O (M = Na, K, Rb, Cs)*, *Russ. J. Inorg. Chem.*, 1984, 29, 1228, In original 2150. [all data]

Peterson, Dao, et al., 1983

.../cbook.cgi?Formula=Na2O&NoIon=on&Units=SI&cTG=on&cIR=on&cTC=on&cMS=on13/03/02

Peterson, K.I.; Dao, P.D.; Castleman, A.W., Jr., *Photoionization studies of Na₂Cl and Na₂O and reactions of metal clusters*, **J. Chem. Phys.**, 1983, 79, 777. [all data]

Hildenbrand and Murad, 1970

Hildenbrand, D.L.; Murad, E., *Dissociation energy of NaO(g) and the heat of atomization of Na₂O(g)*, **J. Chem. Phys.**, 1970, 53, 3403. [all data]

Notes / Error Report

Go To: Top, Condensed phase thermochemistry data, Gas phase ion energetics data, References

- © 1991, 1994, 1996, 1997, 1998, 1999, 2000, 2001 copyright by the U.S. Secretary of Commerce on behalf of the United States of America. All rights reserved.
- Data from NIST Standard Reference Database 69 - July 2001 Release: *NIST Chemistry WebBook*
- The National Institute of Standards and Technology (NIST) uses its best efforts to deliver a high quality copy of the Database and to verify that the data contained therein have been selected on the basis of sound scientific judgment. However, NIST makes no warranties to that effect, and NIST shall not be liable for any damage that may result from errors or omissions in the Database.
- If you believe that this page may contain an error, please fill out the error report form for this page.



Standard Reference
Data Program

Online
Databases

Chemistry
WebBook




If you have comments or questions about this site, please contact us.



STUDIECENTRUM VOOR KERNENERGIE
CENTRE D'ÉTUDE DE L'ÉNERGIE NUCLÉAIRE

OXIDATION AND DIRECT CONDITIONING OF CONTAMINATED METALLIC SODIUM

PRODUCT DATA FOLDER : SODIUM PEROXIDE (Na₂O₂)

Group		R&D - Waste decontamination and Site Restoration
Author		B. Petitfour
Date		1998-09-24

GENERAL INFORMATION ON SODIUM PEROXIDE (Na₂O₂)

CAS Number	[1313-60-6]
Color	yellow - white

PHYSICAL PROPERTIES [1, 2]

Molecular weight	M =	77.99 g/mol
Density	d =	2.805
Melting point (decomposition)	T _m =	460 °C

THERMODYNAMIC PROPERTIES [3, 4]

Standard enthalpy of formation	$\Delta_f H^\circ =$	-510.9 kJ/mol
Standard free enthalpy	$\Delta_f G^\circ =$	-447.7 kJ/mol
Standard entropy	$S^\circ =$	95 J/(mol.K)
Heat capacity	$C_p =$	89.2 J/(mol.K)

Condensed phase thermochemistry data

Quantity	Value	Units	Method	Reference
$\Delta_f H^\circ_{\text{solid}}$	-513.2094	kJ/mol	Review	Chase, Davies, et al., 1985
S°_{solid}	94.78	J/mol*K	Review	Chase, Davies, et al., 1985

Constant pressure heat capacity of solid.

$C_{p,solid}$ (J/mol*K)	T (K)	Method	Reference
89.24	298.1	Review	Chase, Davies, et al., 1985

Solid Phase Heat Capacity (Shomate Equation)

$$C_p^\circ = A + B*t + C*t^2 + D*t^3 + E/t^2$$

$$H^\circ - H_{298.15}^\circ = A*t + B*t^2/2 + C*t^3/3 + D*t^4/4 - E/t + F - \Delta H_{f,298}^\circ$$

$$S^\circ = A*\ln(t) + B*t + C*t^2/2 + D*t^3/3 - E/(2*t^2) + G$$

C_p = heat capacity (J/mol*K)

H° = standard enthalpy (kJ/mol)

$\Delta H_{f,298.15}^\circ$ = enthalpy of formation at 298.15 K (kJ/mol)

S° = standard entropy (J/mol*K)

t = temperature (K) / 1000.

T (K)	A	B	C	D	E	F	G	$\Delta H_{f,298}^\circ$ (kJ/mol)
298-785	63.90391	131.7793	-123.3272	50.70255	-0.384917	-538.4306	135.6934	-513.2094
785-2500	113.5960	-1.791852 10^{-7}	8.905518 10^{-8}	-1.498919 10^{-8}	-2.199685 10^{-8}	-545.6898	228.9493	-513.2094

REFERENCES

- [1] PERRY's Chemical Engineers' Handbook, 3-21
- [2] ACROS Organics' Catalogue of Fine Chemicals p. 1558
- [3] CRC Handbook for Chemistry and Physics, 5-22
- [4] NIST Webbook, <http://webbook.nist.gov>

Chase, M.W., Jr.; Davies, C.A.; Downey, J.R., Jr.; Frurip, D.J.; McDonald, R.A.; Syverud, A.N., JANAF Thermochemical Tables (Third Edition), J. Phys.Chem. Ref. Data, Suppl. 1, 1985, 14, 1-1856. [all data]

Safety data sheet

MERCK

According to EC Directive 91/155/EEC
08.2001 from CD-ROM 2001/2 Date of issue: 10.09.1996 Supersedes edition of 24.06.1994

1. Identification of the substance/preparation and of the company/undertaking*Identification of the product*

Catalogue No.: 106563

Product name: Sodium peroxide granular GR for analysis ACS,ISO

Manufacturer/supplier identification

Company: Merck KGaA * 64271 Darmstadt * Germany * Tel: +49 6151 72-2440

Emergency telephone No.: Please contact the regional Merck representation
in your country.**2. Composition/information on ingredients**

CAS-No.: 1313-60-6

EC-Index-No.: 011-003-00-1

M: 77.98 g/mol

EC-No.: 215-209-4

Molecular formula: Na₂O₂
(Hill)**3. Hazards identification**

Contact with combustible material may cause fire. Causes severe burns.

4. First aid measures

After inhalation: fresh air. Summon doctor.

After skin contact: wash off with plenty of water. Dab with polyethylene glycol 400.

Immediately remove contaminated clothing.

After eye contact: rinse out with plenty of water for at least 10 minutes with the eyelid held wide open. Immediately summon eye specialist.

After swallowing: make victim drink plenty of water (if necessary several litres), avoid vomiting (risk of perforation!). Immediately summon doctor. Do not attempt to neutralize.

5. Fire-fighting measuresSuitable extinguishing media:
Dry sand, powder.Extinguishing media not to be used:
water, CO₂.

Special risks:

Non-combustible. Fire-promoting. Keep away from combustible materials.

6. Accidental release measures

Procedures for cleaning / absorption:

Take up dry. Forward for disposal. Clean up affected area.

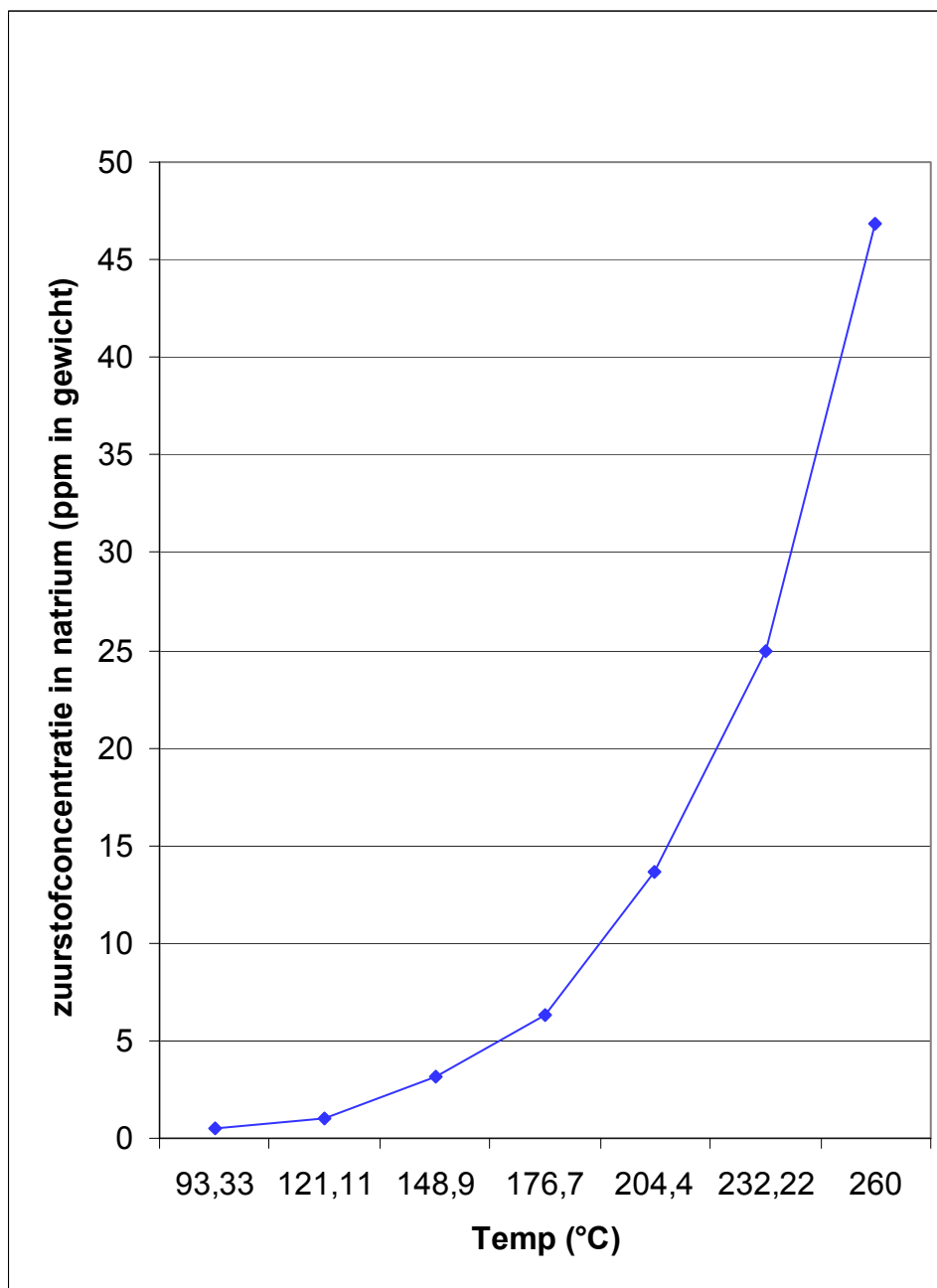
Environmental-protection measures:

Do not allow to enter sewerage system.

Merck Safety Data Sheet		08.2001 from CD-ROM 2001/2	According to EC Directive 91/155/EEC
Catalogue No.:	106563		
Product name:	Sodium peroxide granular GR for analysis ACS,ISO		
7. Handling and storage			
<i>Handling:</i>			
No further requirements.			
<i>Storage:</i>			
Away from combustible materials and sources of ignition and heat. Below +25°C. (Temperature may be exceeded to up to +40°C for a period of max. 48 hours).			
Tightly closed. Dry.			
8. Exposure controls/personal protection			
<i>Personal protective equipment:</i>			
Protective clothing should be selected specifically for the working place, depending on concentration and quantity of the hazardous substances handled. The resistance of the protective clothing to chemicals should be ascertained with the respective supplier.			
Respiratory protection:		required when dusts are generated.	
Eye protection:		required	
Hand protection:		required	
<i>Industrial hygiene:</i>			
Immediately change contaminated clothing. Apply skin- protective barrier cream. Wash hands and face after working with substance.			
9. Physical and chemical properties			
Form:		solid	
Colour:		light yellow	
Odour:		odourless	
pH value			
at 100 g/l H ₂ O	(20 °C)	~ 12.8	
Melting point		460	°C
Boiling point		657	°C (decomposition)
Ignition temperature		not available	
Flash point		not available	
Explosion limits	lower	not available	
	upper	not available	
Density	(20 °C)	2.8	g/cm ³
Bulk density		1138	kg/m ³
Solubility in			
water	(20 °C)	100	g/l (decomposition)
Thermal decomposition		> 460	°C

Merck Safety Data Sheet		08.2001 from CD-ROM 2001/2	According to EC Directive 91/155/EEC
Catalogue No.:	106563		
Product name:	Sodium peroxide granular GR for analysis ACS,ISO		
10. Stability and reactivity			
<i>Conditions to be avoided</i>			
no information available			
<i>Substances to be avoided</i>			
metals in powder form, combustible substances, acids. Risk of explosion with: organic substances.			
<i>Hazardous decomposition products</i>			
no information available			
11. Toxicological information			
<i>Acute toxicity</i>			
Quantitative data on the toxicity of this product are not available.			
<i>Further toxicological information</i>			
Decomposition of the substance with tissue moisture.			
After inhalation of dust: Irritation symptoms in the respiratory tract, burns of mucous membranes.			
After skin contact: Burns.			
After eye contact: Burns. Risk of blindness!			
After swallowing: Risk of perforation in the oesophagus and stomach.			
<i>Further data</i>			
The product should be handled with the care usual when dealing with chemicals.			
12. Ecological information			
<i>Ecotoxic effects:</i>			
Quantitative data on the ecological effect of this product are not available.			
<i>Further ecologic data:</i>			
Harmful effect due to pH shift. Do not allow to enter waters, waste water, or soil!			
13. Disposal considerations			
<i>Product:</i>			
There are no uniform EC Regulations for the disposal of chemicals or residues. Chemical residues generally count as special waste. The disposal of the latter is regulated in the EC member countries through corresponding laws and regulations. We recommend that you contact either the authorities in charge or approved waste disposal companies which will advise you on how to dispose of special waste.			
<i>Packaging:</i>			
Disposal in compliance with official regulations. Handle contaminated packaging in the same way as the substance itself. If not officially specified differently, non-contaminated packaging may be treated like household waste or recycled.			

Merck Safety Data Sheet		08.2001 from CD-ROM 2001/2	According to EC Directive 91/155/EEC
Catalogue No.:	106563		
Product name:	Sodium peroxide granular GR for analysis ACS,ISO		
14. Transport information			
Land transport	GGVS, GGVE, ADR, RID		
Classification	5.1/25a		
Name	1504 NATRIUMPEROXID		
River transport	ADN, ADNR		
Classification	not tested		
Sea transport	IMDG, GGVSee		
Classification	5.1/UN 1504/PG 1		
Ems	5.1-0		
MFAG	735		
Name	SODIUM PEROXIDE		
Air transport	ICAO, IATA		
Classification	5.1/UN 1504/PG 1 prohibited		
Name	SODIUM PEROXIDE		
The transport regulations are cited according to international regulations and in the form applicable in Germany (GGVS/GGVE). Possible national deviations in other countries are not considered.			
15. Regulatory information			
<i>Labelling according to EC Directives</i>			
Symbol:	O	Oxidizing	
	C	Corrosive	
R-phrases:	8-35	Contact with combustible material may cause fire. Causes severe burns.	
S-phrases:	8-27-39-45	Keep container dry. Take off immediately all contaminated clothing. Wear eye/face protection. In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately (show the label where possible).	
EC-No.:	215-209-4	EC label	
16. Other information			
<i>Reason for alteration</i>			
Change in storage temperature.			
General update.			
<i>Regional representation:</i>			
This information is given on the authorised Safety Data Sheet for your country.			
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 10px auto; width: 80%;"> <p><i>The information contained herein is based on the present state of our knowledge. It characterizes the product with regard to the appropriate safety precautions. It does not represent a guarantee of the properties of the product.</i></p> </div>			




```

=====
SCK-CEN                               Tel : 014/33.21.11   Ref. :
Boeretang 200                         Fax : 014/31.50.21   Date : 21-2-2003
B-2400 MOL                             Issue :
=====
Client      :      J. Seghers           Ref. Client :
Name equipm. :      Na Smeltkroes       Item No      :
=====
PROJECT FILENAME = C:\Program Files\WTCM-CRIF\Data-En13445\Na_smeltkroes.CEN

      Calculation of Shell under INTERNAL pressure
      prEN 13445-3   Version july 1999
      *****

IDENTIFICATION LABEL = MANTEL
SHELL TYPE = Cylindr.Shell

DESIGN DATA :
Material name           = A312 TP316L
Material type           = Aust elong>=35 %
Material standard       = ASME 8 div2
Testing group           = 3
Calculation temperature =          250.00 Deg.C
Mat nominal DESIGN stress f =          95.37 MPa
Mat nominal TEST stress ft =         241.32 MPa
Int design press (top of vessel) =          .700 MPa
Int fluid specific mass (density) =          .00 kg/m3
Int fluid (local) height =          .000 m
Int calculation pressure P =          .700 MPa
Int test pressure      =          1.318 MPa
Weld joint efficiency  z =          .70 -

DIMENSIONS :
Outside diameter       De =          273.04 mm
Inside diameter (uncorroded) =          264.66 mm
Inside CALCULATION diameter Di =          265.66 mm
Mean diameter of shell Dm =          269.35 mm
Shell analysis thickness ea =          3.69 mm

ALLOWANCES :
Wall tolerance        =          .00 mm
Corrosion allow at inside wall =          .50 mm
Corrosion allow at outside wall =          .00 mm

THICKNESS CALCULATION
Diameter basis for calculation = Extern. Diameter
Min req. shell thickn. (des.+test) e =          1.42 mm (7.4-2)
Min req (DESIGN) thickn (+corr.+tol) =          1.92 mm
Min req (TEST ) thickn (+      tol) =          .74 mm
Actual shell thickness e =          4.19 mm

CALCULATED MAXIMUM PRESSURE :
Pmax in design (corr.) conditions =          1.829 MPa (7.4-3)
=====
WTCM Program                EN13445                V00.2001
=====

```

```

=====
SCK-CEN                               Tel : 014/33.21.11   Ref. :
Boeretang 200                         Fax : 014/31.50.21   Date : 21-2-2003
B-2400 MOL                             Issue :
=====

```

```

=====
Client       :      J. Seghers           Ref. Client :
Name equipm. :      Na Smeltkroes       Item No    :
=====

```

```

PROJECT FILENAME = C:\Program Files\WTCM-CRIF\Data-En13445\Na_smeltkroes.CEN

```

```

Calculation of CURVED HEAD under INTERNAL pressure
preEN 13445-3   Version july 1999
*****

```

```

IDENTIFICATION LABEL = BODEM
LABEL/conn. Cyinder = MANTEL

```

DESIGN DATA :

```

Material name           = A240 316L
Material type           = Aust elong>=35 %
Material standard       = ASME 8 div2
Testing group           = 3
Calculation temperature =      250.00 Deg.C
Mat nominal DESIGN stress f =      95.37 MPa
Mat nominal TEST stress ft =     241.32 MPa
Internal design press. (vessel top) =      .700 MPa
Int fluid specific mass (density) =      0. kg/m3
Internal fluid (local) height =      .0 m
Test pressure           =      1.318 MPa
Calculation (int.) pressure Pc =      .700 MPa
Head weld joint efficiency z =      .70 -

```

DIMENSIONS :

```

Head type               = Torisph. 'Klopper'
Head outside diameter De =     273.04 mm
Inside diameter (uncorroded) =     264.66 mm
Inside CALCULATION diameter Di =     265.66 mm
Head analysis thickness ea =      3.59 mm
Max length of straight cyl. skirt =     4.78 mm
Inside radius of crown R =     273.04 mm
Inside radius of knuckle r =     27.30 mm

```

ALLOWANCES :

```

Wall tolerance         =      .00 mm
Corrosion allow at inside wall =     .50 mm
Corrosion allow at outside wall =     .00 mm

```

WTCM CRIF

Progr. EN13445

-2-

Identification Label : BODEM

INTERNAL PRESSURE THICKNESS CALCULATION :

```

Cold spun austenitic steel ? = No
Mat. 0.2 % yield str.(temp) Rp0.2 =     114.44 MPa
Mat. 0.2 % yield str.(room) Rp0.2 =     172.37 MPa
Design allow stress for buckl. fb =     76.29 MPa
Ratio Y = min(e/R, 0.04) =     .00603 - (7.5-9)
Ratio X = r/Di =     .111 - (7.5-11)
Factor N =     .847 - (7.5-12)
Factor Beta,0.10 =     .910 - (7.5-15)
Factor Beta,0.20 =     .518 - (7.5-17)
Factor Beta =     .869 - (7.5-16)
Design : Min thickn - membr str. es =     1.44 MPa (7.5-1)
          Min thickn - asym yield. ey =     1.66 MPa (7.5-2)
          Min thickn - plast buckl eb =     1.65 MPa (7.5-3)
          Calcul min thickn e =     1.66 mm
          Min req thickn (+corr.+tol) =     2.16 mm
TEST :   Min req thickn (+tol) =     1.49 mm
ACTUAL THICKNESS =     4.19 mm

```

MAXIMUM ALLOW. INTERNAL PRESSURE :

```

Ps-value =     1.789 MPa (7.5-6)
Py-value =     1.839 MPa (7.5-7)
Pb-value =     2.247 MPa (7.5-8)
Pmax in design (corr.) cond. =     1.789 MPa

```

```

=====
SCK-CEN                               Tel : 014/33.21.11   Ref. :
Boeretang 200                         Fax : 014/31.50.21   Date : 21-2-2003
B-2400 MOL                             Issue :
=====

```

```

=====
Client      :      J. Seghers          Ref. Client :
Name equipm. :      Na Smeltkroes      Item No    :
=====

```

PROJECT FILENAME = C:\Program Files\WTCM-CRIF\Data-En13445\Na_smeltkroes.CEN

CALCULATION of FLANGES

prEN 13445-3 Version july 1999

'TRADITIONAL METHOD - CLAUSE 11'

IDENTIFICATION LABEL = MANTELFLENS

Type = Narrow-face flange design : Smooth bore : fig 11.5-1

DESIGN DATA :

Internal design pressure	P =	.700	MPa
Design temperature	T =	250.00	Deg.C
Testing group		= 3	
-Flange : material name		= A240 316L	
material type		= Aust elong>=35 %	
material standard		= ASME 8 div2	
-Hub : material name		= A240 316L	
material type		= Aust elong>=35 %	
material standard		= ASME 8 div2	
-Shell : material name		= A312 TP316L	
material type		= Aust elong>=35 %	
material standard		= ASME 8 div2	
-Bolts : material name		= A240 316	
material type		= Aust elong>=35 %	
material standard		= ASME 8 div2	

DIMENSIONS :

Outside flange diameter	A =	406.50	mm
Inside flange diameter	B =	264.60	mm
Flange thickness	e =	30.20	mm
Hub thickness at small end	g0 =	4.19	mm
Hub thickness at large end	g1 =	20.20	mm
Axial hub length	h =	71.80	mm
Flange tolerance allowance		= .00	mm
Flange corrosion allowance		= .50	mm

DESIGN STRESSES :

		Operating	Ambient
Flange material	f =	95.37	famb = 143.64 MPa
Hub/shell material	fH =	95.37	fHamb = 143.64 MPa
Bolt material	fB =	116.36	fBamb = 172.37 MPa

WTCM CRIF		Progr. EN13445		-4-	
			Identification Label : MANTELFLENS		
MOMENT ARMS and MOMENTS :					
hD	=	38.35	mm	(11.5-12)	
hG	=	25.43	mm	(11.5-14)	
hT	=	36.81	mm	(11.5-15)	
Mamb	=	7930988.	Nmm	(11.5-17)	
Mop = HD.hD + HT.hT + HG.hG	=	2673836.	Nmm	(11.5-18)	
SHAPE CONSTANTS :					
K = A/B	=	1.530	-	(11.5-21)	
lo = sqrt(B*g0)	=	31.306	-	(11.5-22)	
BetaT	=	1.697	-	(11.5-23)	
BetaU	=	5.204	-	(11.5-24)	
BetaY	=	4.736	-	(11.5-25)	
h/lo	=	2.000	-		
g1/g0	=	5.339	-		
BetaF (fig. 11.5-4)	=	.499	-		
BetaV (fig. 11.5-5)	=	.017	-		
Phi (fig. 11.5-6)	=	1.000	-		
Factor	Lambda	=	1.080	-	(11.5-28)
Bolt pitch correction factor	CF	=	1.000	-	(11.5-20)
Assumed thickness	=	30.20	mm		
STRESS CALCULATIONS :					
Stress factor	k	=	1.000	-	
Moments : Operating cond. :	Mop.CF/B	=	10067.	Nmm	(11.5-27)
Bolting-up cond. :	Mamb.CF/B	=	29861.	Nmm	(11.5-26)
-Stresses	Operating	Bolting-up			
Long. hub stress	=	24.01	71.22	MPa	(11.5-29)
Radial flange str.	=	16.77	49.74	MPa	(11.5-30)
Tangent. fl.stress	=	10.52	31.21	MPa	(11.5-31)
-Allowable str.	Calcul.	Allow.	Calcul.	Allow.	(MPa)
k.SH	=	24.01	143.05	71.22	215.46 (11.5-39)
k.SR	=	16.77	95.37	49.74	143.64 (11.5-40)
k.ST	=	10.52	95.37	31.21	143.64 (11.5-41)
k.(SH+SR)/2	=	20.39	95.37	60.48	143.64 (11.5-42)
k.(SH+ST)/2	=	17.27	95.37	51.21	143.64 (11.5-43)
THICKNESS CALCULATION :					
RESULTS :					
Minimum required flange thickness	=	19.25	mm		
Actual flange thickness	e	=	30.20	mm	
MAX ALLOW INTERNAL DESIGN PRESSURE	=	3.032	MPa		
=====					
WTCM Program	EN13445		V00.2001		
=====					

-5-

```

=====
SCK-CEN                      Tel : 014/33.21.11   Ref. :
Boeretang 200                Fax : 014/31.50.21   Date : 21-2-2003
B-2400 MOL                    Issue :
=====
Client       :      J. Seghers      Ref. Client :
Name equipm. :      Na Smeltkroes   Item No     :
=====
PROJECT FILENAME = C:\Program Files\WTCM-CRIF\Data-En13445\Na_smeltkroes.CEN

      Calculation of FLAT END under INTERNAL pressure
      prEN 13445-3   Version july 1999
      *****

IDENTIFICATION LABEL = DEKSEL
FLAT END TYPE = Bolted circular flat end

DESIGN DATA :
Material name           = A240 316L
Material type           = Aust elong>=35 %
Material standard      = ASME 8 div2
Testing group          = 3
Poisson's ratio        = .30 -
Calculation temperature = 250.00 °C
Mat nominal DESIGN stress f = 95.37 MPa
Mat nominal stress at ambient famb = 143.64 MPa
Mat nominal TEST stress ft = 241.32 MPa
Internal design pressure P = .700 MPa
Internal test pressure Ptest = 1.300 MPa

FLAT END DIMENSIONS :
Nominal wall thickness e = 30.20 mm
Analysis thickness ea = 30.20 mm
Thickness of flanged extension e1 = 28.60 mm
Outside diameter = 406.50 mm
Assumed inside diam. (as corr) Di = 311.14 mm

END WALL ALLOWANCES :
Wall tolerance = .00 mm
Corrosion allowance at inside wall = .00 mm

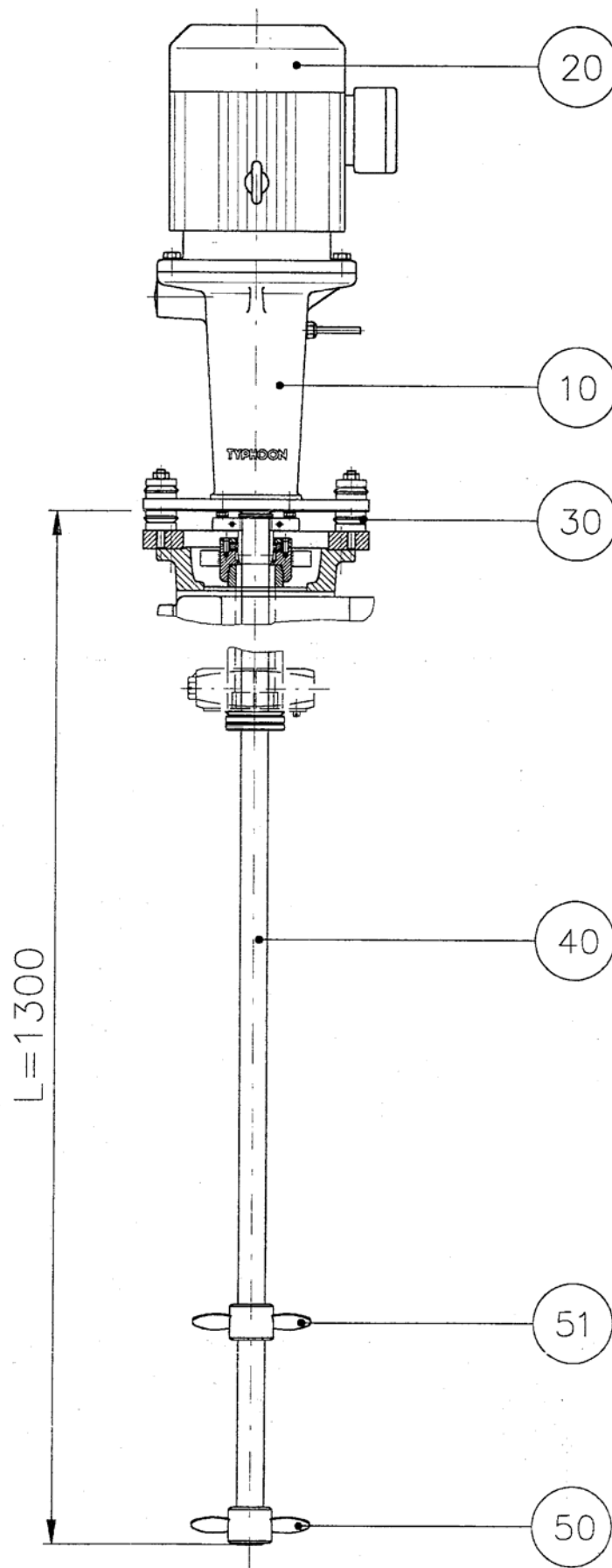
BOLTING DATA :
Bolt pitch circle diameter C = 362.00 mm
Bolt pitch tB = 94.80 ; max tB = 108.64 mm (10.5-1)
Bolt nominal diameter db = 20.00 mm

GASKET DATA :
Type of gasket = Narrow-face
Outside gasket diameter = 330.00 mm
Inside gasket diameter = 274.00 mm
Gasket factor m = 2.00 -
Gasket seating pressure y = 11.000 MPa
Effective gasket width b = 9.43 mm
Gasket reaction diameter G = 311.14 mm
Bolting-up load Wamb = 101332. N

THICKNESS CALCULATION :
Ratio P/f = .0073 -
Req. thckn. bolting-up cond eA = 10.50 mm (10.5-3)
Req. thckn. operating cond. eP = 18.69 mm (10.5-4)
- Required thickness (unpierced) e = 18.69 mm (10.4-3)
- Required thickness (pierced) e = .00 mm
Min required thckn (+corr.+tol) = 18.69 mm
Req. thckn. flang. ext. (bolt.) e1 = 11.37 mm (10.5-5)
Req. thckn. flang. ext. (oper.) eP1 = 11.37 mm (10.5-6)
Min req. fl.extens. thckn (+ corr.) = 11.37 mm
- Actual flat end thickness e = 30.20 mm

MAXIMUM CALCULATED PRESSURE :
Pmax in design (corr.) conditions = 1.827 MPa
=====
WTCM Program                      EN13445                      V00.2001
=====

```



70	Koelwaaier en kooi		101387	70
51	Roerelement	SC-150-A35	102181	
50	Roerelement	SC-150-A35	102181	
40	Roeras	20F-35-C-C113T-1300-S	300268	40
30	Dichting/demper	20FL2-35-100-C113T/C120T-H25-S	100796	30
20	Aandrijving	100L	110609	20
10	Lagerhuis	20F-35-100-112	200006	
Pos.	Omschrijving	Model	Tekening/Artikel no.	Spec.

Specificaties:

Extra: Kooi-S (niet getekend) om flens gemonteerd (101387)

20 - P.T.C. in de wikkeling

30 - C113T gemonteerd tegen onderzijde van de holleas van de schraperaandrijving
lantaarnhoogte H=25 mm. C120T gemonteerd op holle as van de schraperaandrijving
Extra koelwaaier gemonteerd op sealhuis. Montageflens materiaal St37 gelakt.

40 - Roeras zonder draadeind. Voorzien van stalen bus t.b.v. lipseal en centreren bij montage

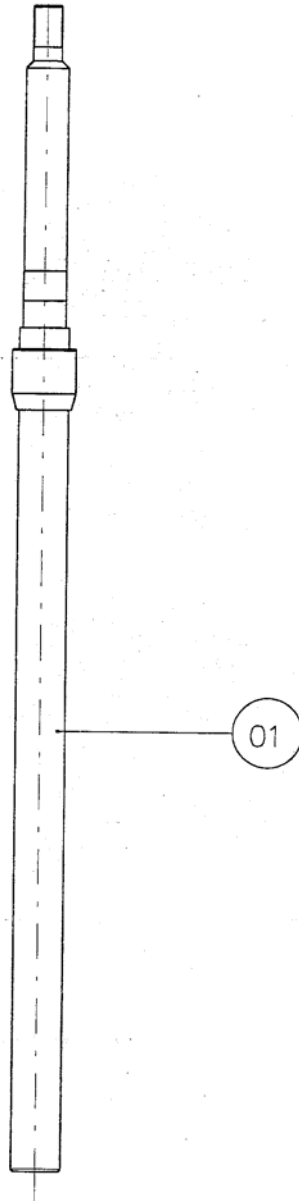
Aandrijving	: Elektrisch
Motorfabrikaat	: WEG
Type	: AL100L-4
Huisgrootte	: 100
Serie no.	: GH35293
Vermogen	: 2,2 kW
Toerental	: 1410 RPM
Spanning	: 220/380 V 50 Hz
Inschakeling	: Direct
Vollaststroom	: 8,31/4,81 A
Bescherming	: IP55
Isolatieklasse	: F

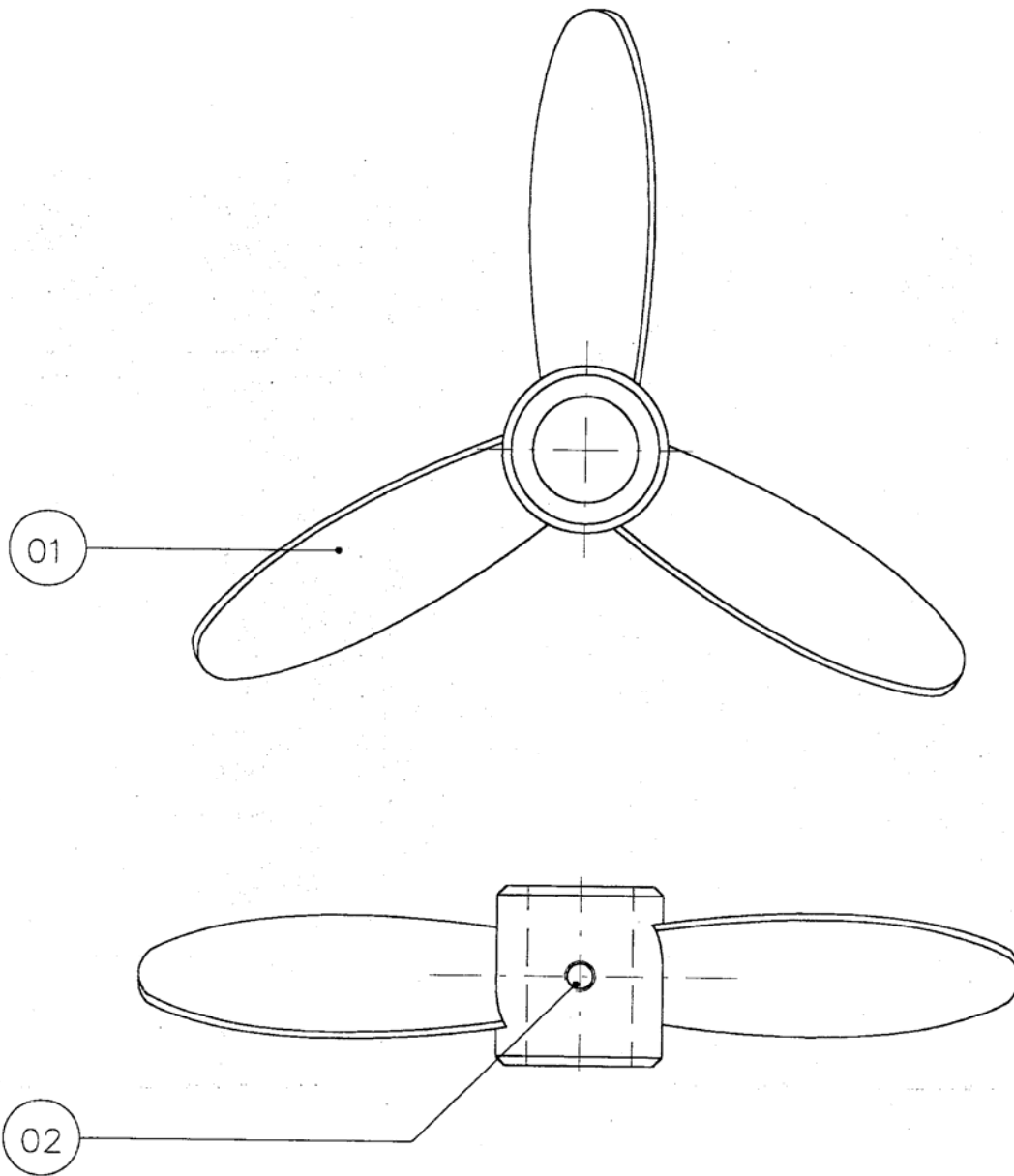
Gegevens variator/reductor	
Merk	:
Toerental	:
Type	:
Serie no.	:

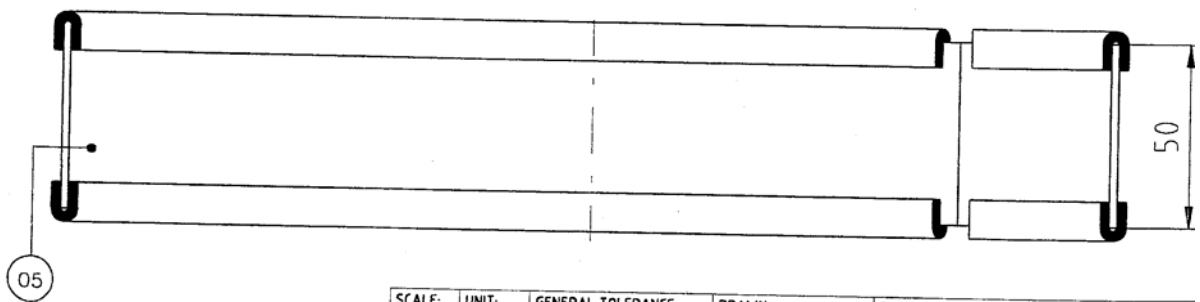
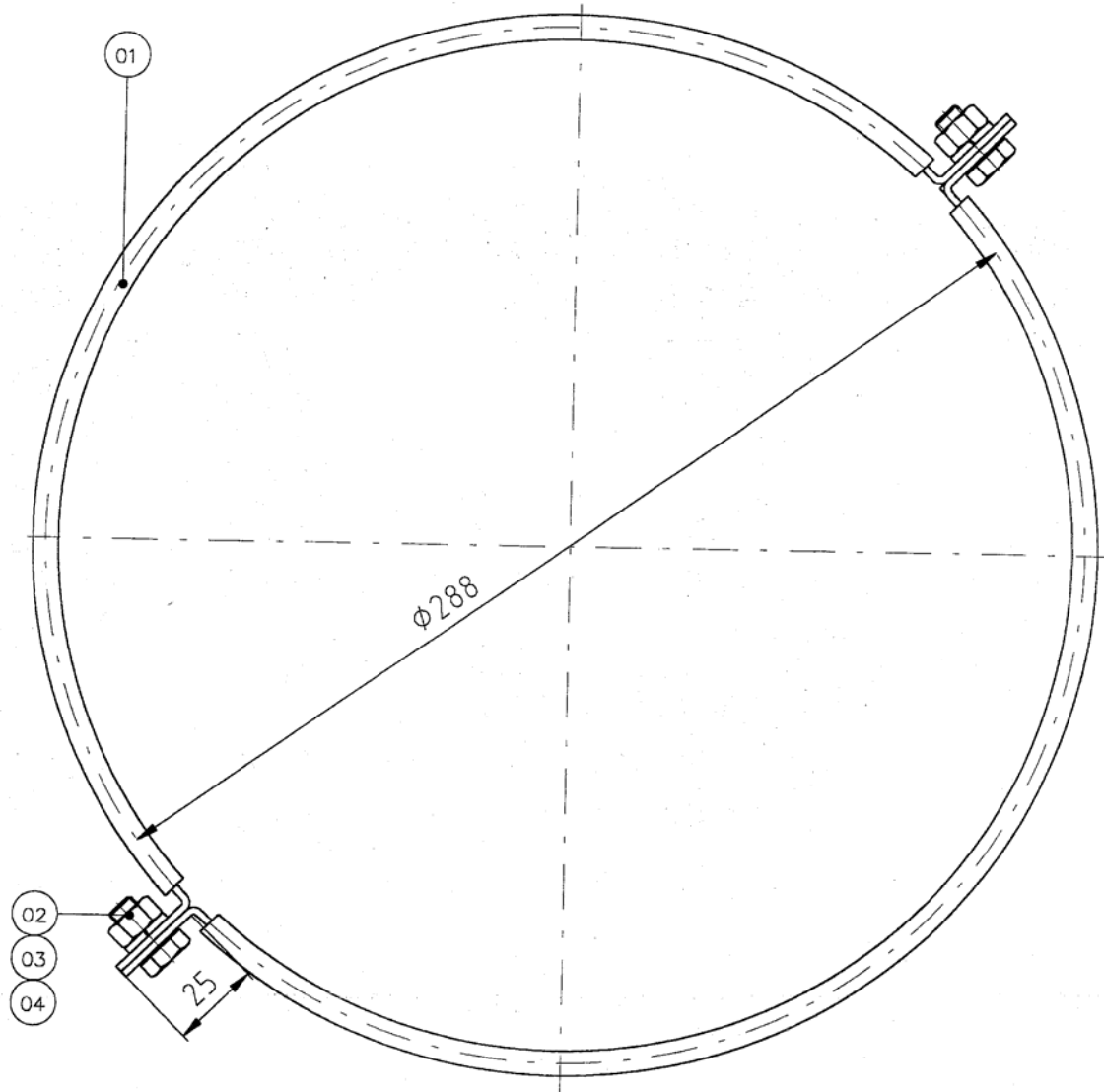
Testgegevens	Datum	: 02-08-04
Toerental	: 1410	RPM
Kritisch toerental	: 360-760 (10-24 Hz)	RPM
	:	RPM


 <p>TYPHOON SPECIALIST IN MENG- EN ROERTECHNIEK</p>	<p>TYPHOON ROERTECHNIEK B.V. KARPERWEG 10 POSTBUS 305 4940 AH RAAMSDONKSVEER NEDERLAND TEL. 0162 522122 FAX 0162 518838</p>		<p>Klant: SCK.CEN Mol België</p>	
	<p>Ordernummer klant: 2004/000036227</p>	<p>Ordernummer Typhoon: 0420208</p>		
	<p>Roerwerk model: 04 - 20FL2</p>	<p>Machine nummer: 04TY0080</p>		
	<p>Getekend: T.M.</p>	<p>Datum: 26-04-04</p>	<p>REV 0</p>	

This drawing is strictly confidential and may not be handed over to any third party without prior written permission







SCALE: 1:2.5	UNIT: mm	GENERAL TOLERANCE: ±1 mm ±1°	DRAWN: R.N.	CUSTOMER:
PROJ: ⊕			DAT: 07-06-04	PROJECT:
 <p>TYPHOON SPECIALIST IN MENG- EN ROERTECHNIEK</p>			NAME: Kooi-S n > 750 rpm	
			DRWG. NR.: 101387	

This drawing is strictly confidential and is not allowed to be handed over to any third party, except according to arrangements

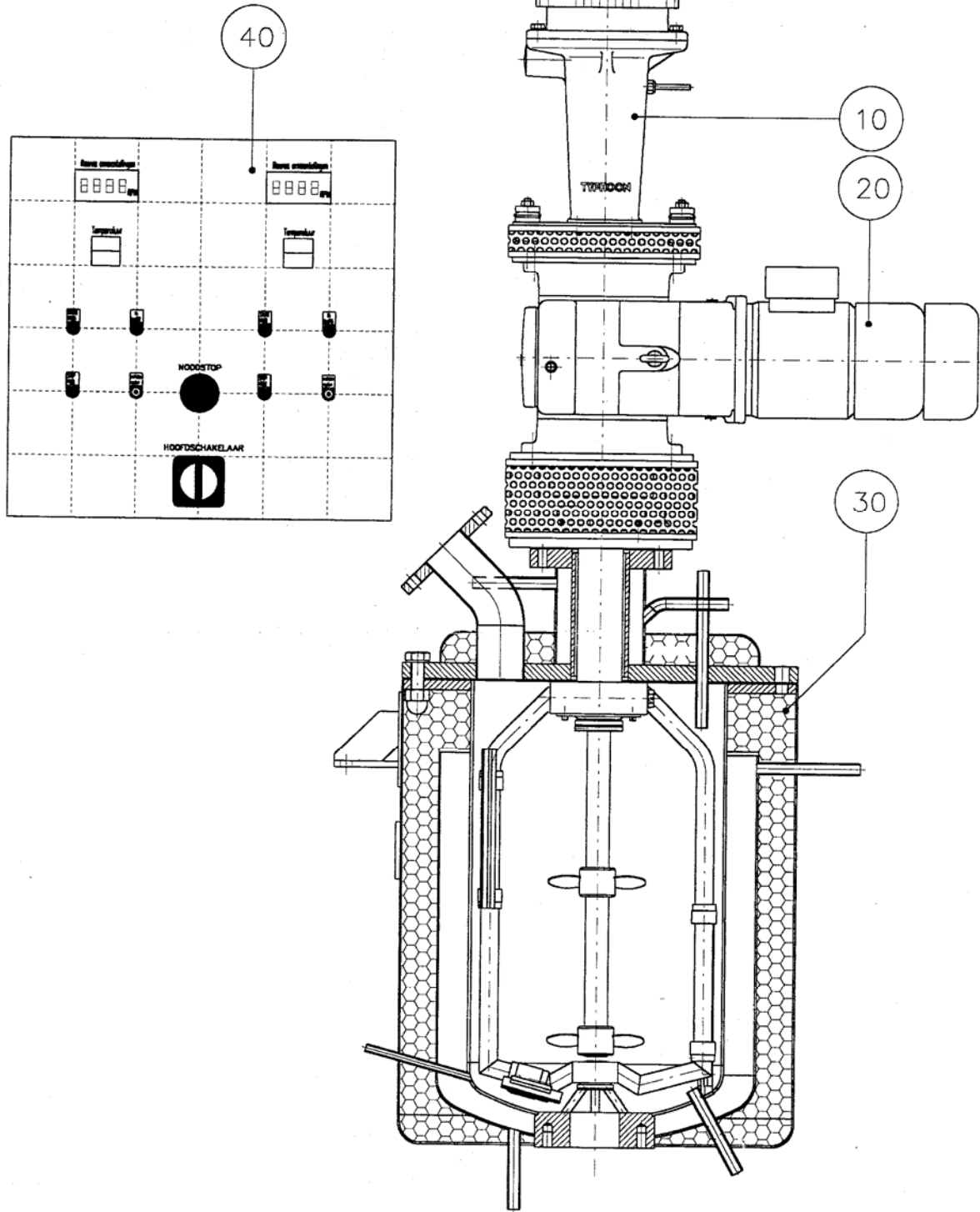
02-08-2004 door roderik

**ARTIKELSTUKLIJST**

Pagina 1 van 1

101387 FL2 H=25 KOOI-S

POS	AANT	ART.NR.	OMSCHRIJVING	MAAT	MATERIAAL	NORM
1	4x440 mm	106313	RUBBERPROFIEL	9,5x6,5	PVC-St.	
2	4 st	105250	ZESK TAPBOUT M8x12 RVS		A2-70	DIN 933
3	4 st	105341	VEERRING VL EIND M8 RVS		A2-70	DIN 127 B
4	4 st	105321	ZESK MOER M8 RVS		A2-70	DIN 934
5	2x505x50 mm	106312	PLAAT 2 mm GEPERFOREERD	HOH=15	RVS 304	



40	Bedieningskast		106594	
30	Tank		120063	
20	Schraper	60FL3	04TY0079	
10	Centrale mixer	20FL2	04TY0080	
Pos.	Omschrijving	Model	Tekening/Artikel no.	Spec.

Specificaties:

Extra: 2x kogelkraan DN65 PN10 ISO short 316 + PTFE

Gegevens Tank:

Dia inw: 400 x Cil hoogte: 600

Materiaal : RVS 316L

Werkdruk : intank: 3 bar / verwarmingsmantel: 1 bar

Max temperatuur : 300 °C

Bodem : Bol

Deksel : RVS-flens met blindflens

Top : 1x DN 100 flens / 3x DN 65 flens

1x dompelbuis t.b.v. Thermokoppel

Bodem : 1x DN65 aftapflens / 1 aansl. t.b.v mantel

1x dompelbuis t.b.v. thermokoppel in product

Overig : 5x gasinvoer ø12

Gegevens Bedieningskast:

1x2,2 kW, sturing met freq.regelaars en PTC weerstand

1x1,5 kW, sturing met freq.regelaars en PTC weerstand

Bediening in deur:

1x Lamp inbedrijf

2x drukknop aan

2x drukknop uit

2x potentiometer

2x digitaal display met toeren uitlezing

1x noodstop

2x temperatuur uitlezing van thermokoppel



TYPHOON ROERTECHNIEK B.V.
KARPERWEG 10 POSTBUS 305
4940 AH RAAMSDONKSVEER NEDERLAND
TEL. 0162 522122 FAX 0162 518838

Klant:

SCK.CEN

Mol

België

Ordernummer klant:

2004/000036227

Ordernummer Typhoon:

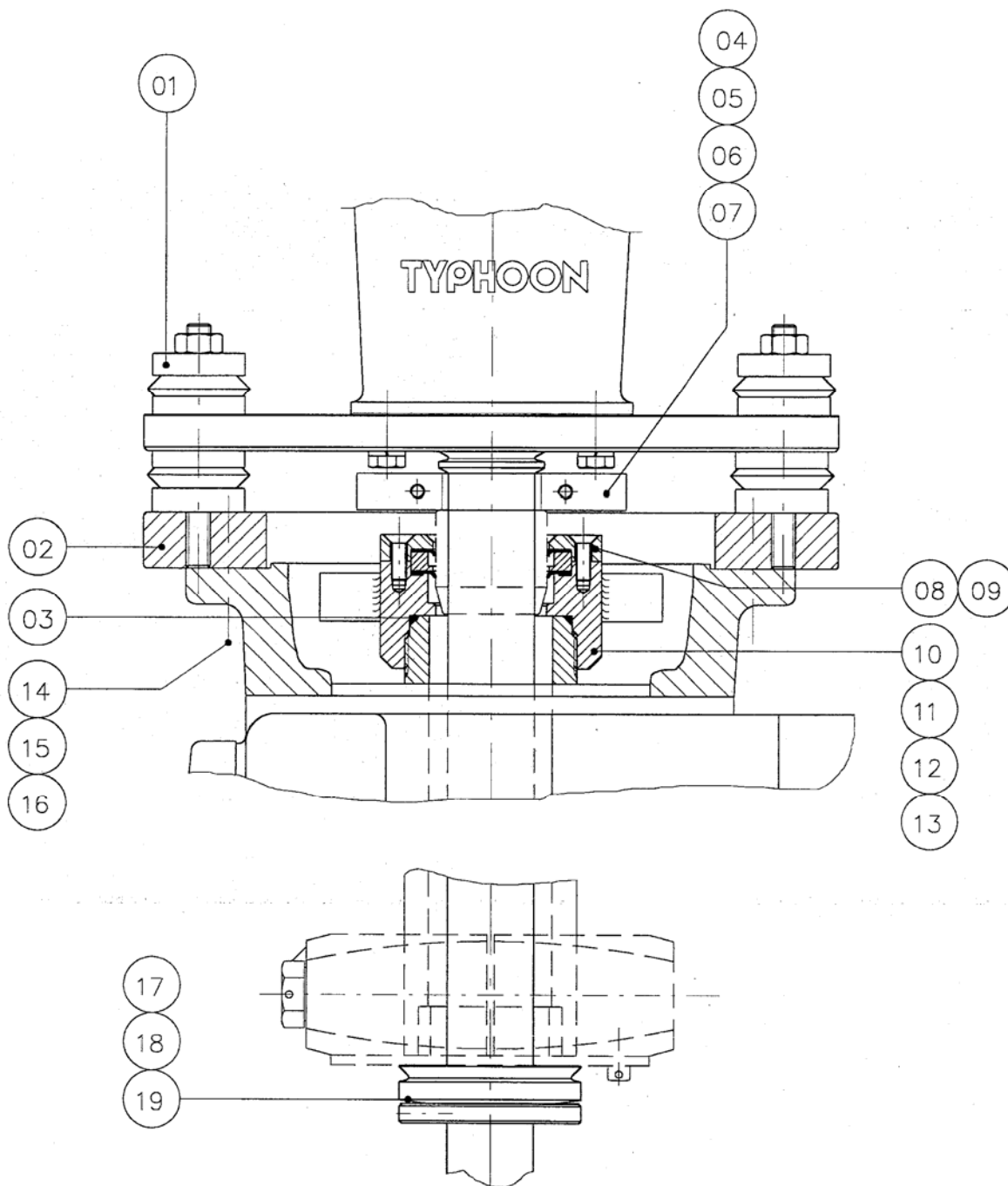
0420208

Roerwerk model:

04 - 20FL2

Machine nummer:

04TY0079/80



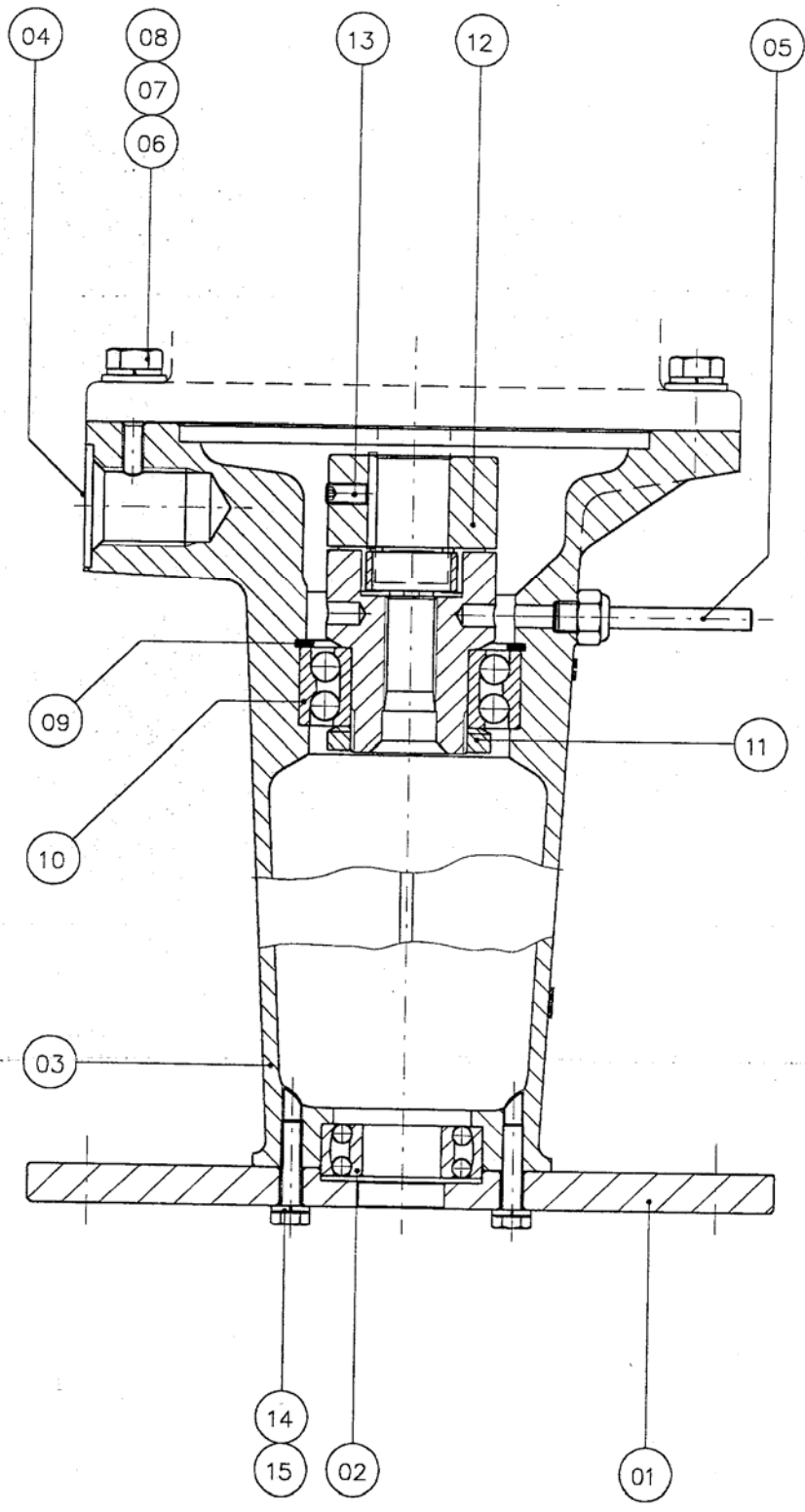


ARTIKELSTUKLIJST

Pagina 1 van 1

100796 DICHTING/DEMPERS
20FL2-35-100-C113T/C120T-H25-S

POS	AANT	ART.NR.	OMSCHRIJVING	MAAT	MATERIAAL	NORM
1	4 st	100706	DEMPER-F2-M10-CD		St.37	
2	1 st	020327	MONTAGEFLENS Ø285xØ183x23-S	Ø285x23	FPM-80	COMP
3	1 st	106416	O-RING AS231	66,27x3,53		51414
4	1 st	020328	KOELWAAIER-S	AS Ø35	KOPER	
5	4 st	105083	ZESK MOER M12 ELVZ		St 8.8	DIN 934
6	2 st	105100	VEERRING VL EIND M6 ELVZ		St	DIN 127 B
7	2 st	105000	ZESK TAPBOUT M6x16 ELVZ		St 8.8	DIN 933
8	1 st	020330	OPSLUITRING	Ø90x11	RVS316L	
9	6 st	105478	VERZ SCHR B ZESK M6x20 ELVZ		St 8.8	DIN 7991
10	1 st	020331	SEALHUIS-S	Ø90x44,5	RVS316L	
11	1 st	107283	GYLON RING Ø55xØ65x1	Ø55xØ65x1		
12	2 st	107282	GYLON LIP 45x65x1	Asmaat Ø45	Gylon	
13	1 st	020332	RING	Ø65x8	RVS316L	
14	4 st	105028	ZESK TAPBOUT M12x30 ELVZ		St 8.8	DIN 933
15	4 st	105103	VEERRING VL EIND M12 ELVZ		St	DIN 127 B
16	4 st	105133	VLAKE SLUITRING M12 ELVZ		St 8.8	DIN 125-1A
17	2 st	105575	STELSCHR B ZESK KR M8x16 A4		A4-70	DIN 916
18	1 st	003679	V-RING TEFLON	M65x1 LINKS	P.T.F.E.	
19	1 st	020333	AFSTELRING C113T-S	Ø90x28	RVS316L	





ARTIKELSTUKLIJST

Pagina 1 van 1

200006 LAGERHUIS 20F-35-100-112

POS	AANT	ART.NR.	OMSCHRIJVING	MAAT	MATERIAAL	NORM
1	1 st	013214	RW FLENS 285x33x15	C-35	St. 37-2	
2	1 st	105742	KOGELLAGER 2 RIJIG INST 2RS	30x62x20		2206 2RS
3	1 st	019909	HUIS TYPE C	Ø258x293	Al	
4	1 st	105668	AFD STOP TYPE NO 55-10272		KUNST	
5	1 st	006400	BLOKKEERSTIFT 45	M12x75	RVS	
6	4 st	105028	ZESK TAPBOUT M12x30		St 8.8	DIN 933
7	4 st	105103	VEERRING VL EIND M12		St	DIN 127 B
8	4 st	105133	VLAKKE SLUITRING M12 ELVZ		St 8.8	DIN 125-1A
9	1 st	107256	ZEK RING tbv BORING 85 mm		St	DIN 472
10	1 st	107257	HOEKCONT. KOGELL 2RIJIG 2Z	45x85x30,2		3209 2Z
11	1 st	105901	RONDMOER KM 9 M45x1,5		11H	
12	1 st	020207	KOPPELING	C35/100/112		
13	1 st	105769	STELSCHR B ZESK KR M8x16		St 45H	DIN 916K
14	4 st	105255	ZESK TAPBOUT M8x35		A2-70	DIN 933
15	4 st	105341	VEERRING VL EIND M8		A2-70	DIN 127 B

Title	
Method ID	Sands
Title	OH- in carbonate
Date/time	2/02/2005 11:56

Sample	
Sample ID	
Entry type	Fixed volume
Volume [mL]	5
Molar mass M	40
Equivalent number z	1
Titration stand	Stand 1
Temperature sensor	Manual

Stir	
Speed [%]	40
Time [s]	20

EQP titration	
Titrant/Sensor	
Titrant	HCl
Concentration [mol/L]	0,1
Sensor	DG111
Unit of measurement	mV
Predispensing	No
Titrant addition	Dynamic
dE(set) [mV]	8
dV(min) [mL]	0,02
dV(max) [mL]	0,15
Measure mode	Equilibrium controlled
dE [mV]	0,25
dt [s]	1
t(min) [s]	3
t(max) [s]	30
Recognition	
Threshold	100
Steepest jump only	No
Range	No
Tendency	None
Termination	
at maximum volume [mL]	10
at potential	No
at slope	No
after number EQPs	Yes
n =	2
comb. termination conditions	No
Evaluation	
Procedure	Standard
Potential 1	No
Potential 2	No
Stop for reevaluation	No

Calculation	
Formula	$R1=VEQ1$
Constant	
Decimal places	3
Result unit	mL
Result name	NaOH + stap 1
Statistics	Yes

Calculation	
Formula	$R2=VEQ2$
Constant	
Decimal places	3
Result unit	mL
Result name	stap 2
Statistics	Yes

Calculation	
Formula	$R3=R1-R2$
Constant	
Decimal places	3
Result unit	mL
Result name	NaOH
Statistics	No

Report	
Output	Computer
Results	Yes
All results	Yes
Raw results	No
Table of measured values	Yes
Sample data	No
E - V curve	Yes
dE/dV - V curve	No
d ² E/dV ² - V curve	No
log dE/dV - V curve	No
E - t curve	No
V - t curve	No
dV/dt - t curve	No

Resultaat:

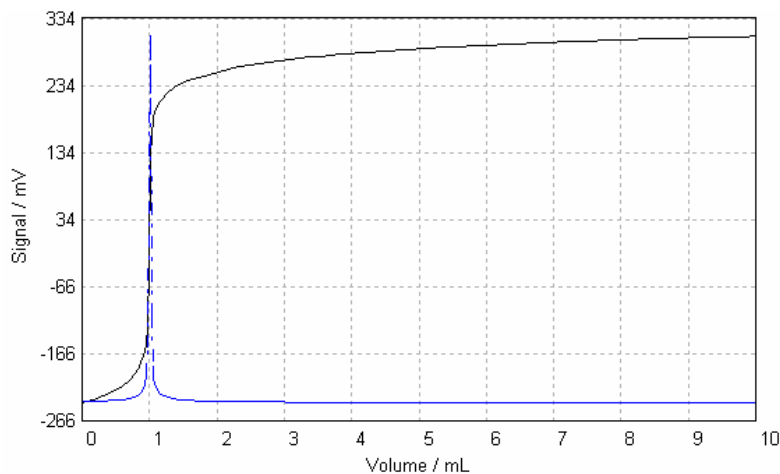
Voegen steeds 1 ml NaOH (0,1N) toe, omdat de elektrode van de titrator een onnauwkeurige zone heeft bij zeer lage hydroxide concentratie. Door het toevoegen van 1 ml NaOH (0,1 N) wordt er gemeten boven deze zone en zijn de resultaten representatief en reproduceerbaar.

2. Resultaat bij een belading van de matrix met 2 kg natrium.

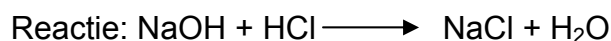
De titratie werd een aantal keer herhaald om zeker van de resultaten te zijn. Hieronder worden enkel de resultaten weergegeven van de titratie met de beste en minst goede reproduceerbaarheid.

Als eerste meting wordt de titratie van 1 ml NaOH (0,1N) met HCl (0,1N) uitgevoerd. Hierna wordt natriumcarbonaat pro analyse getitreerd met HCl (0,1N). Als laatste wordt het staal (behandeld natriumcarbonaat van de test met 2 kg natrium) getitreerd met HCl (0,1N).

- Titratie 1 ml NaOH (0,1N) met HCl (0,1N).

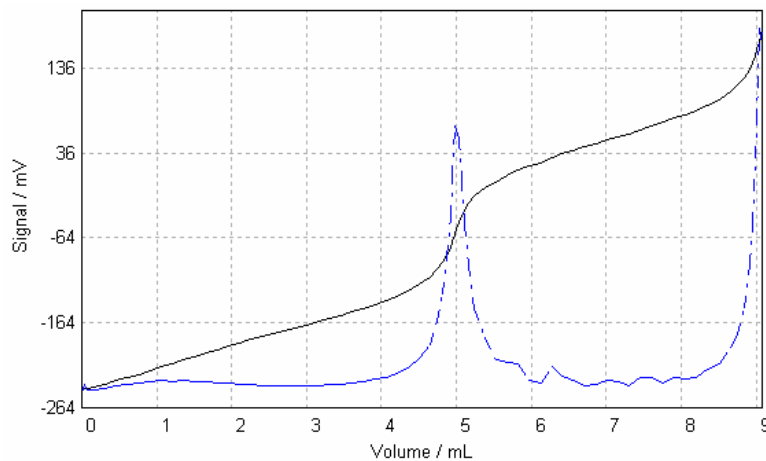


Grafiek 1 : Titratie NaOH (0,1 N) met HCl (0,1 N)

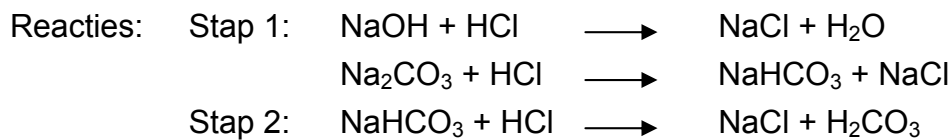


Uit grafiek 1 blijkt dat het bekomen resultaat 0,988 ml HCl bedraagt.

- Titratie staal met HCl (0,1N).



Grafiek 3: Titratie staal met HCl (0,1 N)



→ Afwegen van 0,0421 gram staal => 0,000397 mol staal.

→ 0,000397 mol staal + 1 ml NaOH titreren met HCl (0,1 N)

→ Resultaat (zie grafiek 3): R1= Stap 1: 4,989 ml HCl
 R2= Stap 2: 4,06 ml HCl
 R3= R1 – R2 = 0,929 ml HCl (0,1N)

Berekening omzetting van de eindmatrix

$V = 0,929 \text{ ml OH}^-$ = Hoeveelheid OH^- aanwezig in staal

$-V = 0,909 \text{ ml OH}^-$ = Hoeveelheid OH^- aanwezig in natriumcarbonaat p.a.

$V = 0,02 \text{ ml OH}^-$ = Hoeveelheid OH^- teruggevonden in het staal



$n_{\text{OH}^-} = 0,000002 \text{ mol}$ teruggevonden in het staal → 0,08 mg NaOH in 0,0421 gram staal afgewogen.

- Tijdens het coaten wordt 2kg natrium toegevoegd aan 50kg natriumcarbonaat:

2 kg Na in 50 kg Na₂CO₃

86,95652 mol Na in 471,6981 mol Na₂CO₃

- Na het beëindigen van de oxidatie (zonder rekening te houden met de carbonatatie) wordt natriumoxide bekomen:

43,47826 mol Na₂O zit in 471,6981 mol Na₂CO₃

- Natriumoxide reageert met water tot natriumhydroxide:

86,95652 mol NaOH zit in 471,6981 mol Na₂CO₃

- De maximale hoeveelheid natrium aanwezig in het natriumcarbonaat bedraagt:

3478,261 gram NaOH in 5 kg Na₂CO₃

- Bij geen omzetting van natriumcarbonaat:

In 42,1 mg staal zit $\left(\frac{0,0421 \text{ gram staal} \times 3478,261 \text{ gram NaOH}}{3478,261 \text{ gram NaOH} + 50000 \text{ gram Na}_2\text{CO}_3} \right) \times 1000 =$

2,738211 mg NaOH.

- Omzetting van natriumcarbonaat:

Bij 42,1 mg afgewogen staal is 0,08 mg NaOH teruggevonden:

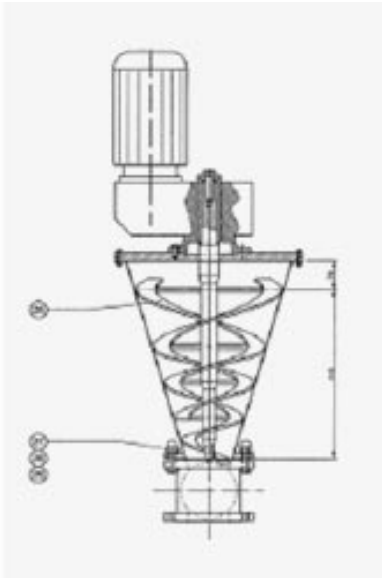
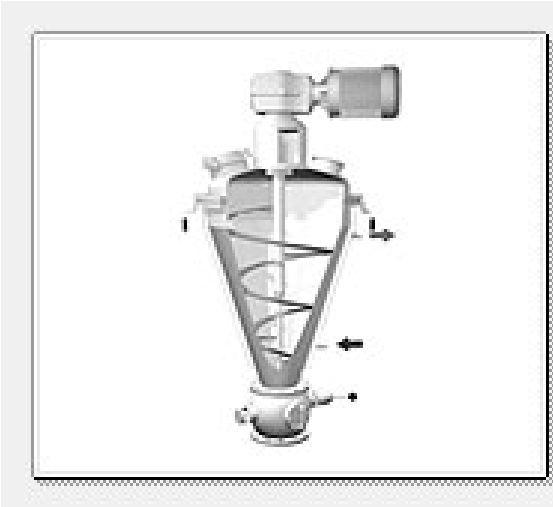
$\left(\frac{0,08 \text{ mg NaOH}}{2,74 \text{ mg NaOH}} \right) \times 100 = 2,9304 \%$ OH⁻ in staal afkomstig van natrium →

97,0696% carbonaat.

$\left(\frac{0,08 \text{ mg NaOH}}{42,1 \text{ mg staal}} \right) \times 100 = 0,1900 \%$ OH⁻ in staal (natrium + carbonaat) →

99,81 % carbonaat

Dit wil zeggen dat de eindmatrix bestaat uit 99,81 % natriumcarbonaat.



Referenties

Referenties

- (1) SCK•CEN, *Organisatieprofiel*, SCK•CEN, [Webpagina], 28 maart 2005, <http://www.sckcen.be/sckcen_nl/organisation/profiles.shtml>, [geraadpleegd 28/03/2005]
- (2) SCK•CEN, *Organigram*, SCK•CEN, [Webpagina], 28 maart 2005, <http://www.sckcen.be/sckcen_nl/organisation/organisationchart.shtml>, [geraadpleegd 28/03/2005]
- (3) Du Pont, *Sodium: Uses and Advantages*, Du Pont Chemicals magazine, Copyright 1990 E.I. Du Pont de Nemours & Compagny, Delaware US.
- (4) Seghers John, *geen titel*, [E-mail aan Tinne Van Velthoven], 23/11/2004, <tvveltho@sckcen.be>
- (5) Wikipedia, *Natrium*, Wikipedia, [Webpagina], 09 juli 2004, <<http://nl.wikipedia.org/wiki/Natrium>>, [geraadpleegd 09/07/2004]
- (6) Lenntech, *Lenntech, Natrium-Na*, Lenntech, [Webpagina], 9 Juli 2004, <<http://www.lenntech.com/elementen-periodiek-systeem/Na.htm>>, [geraadpleegd 9/07/2004]
- (7) Merck, *Safety Data Sheet*, Merck, [Webpagina], 15 Juli 2003, <http://www-wnt.gsi.de/kernchemie/Deutsch/Arbeitssicherheit/SDB_e_pdf/Sodium_e.pdf>, [geraadpleegd 24/10/2004].
- (8) Petitfour B., *Oxidation and direct conditioning of contaminated metallic sodium*, *Product data folder: sodium oxide (Na₂O)*, Bedrijfsdocumentatie SCK•CEN, Mol, 1998, pg. 1-2
- (9) Petitfour B., *Oxidation and direct conditioning of contaminated metallic sodium*, *Product data folder: sodium peroxide (Na₂O₂)*, Bedrijfsdocumentatie SCK•CEN, Mol, 1998, pg. 1-2
- (10) *Sodium: Properties, isotopes*, nautilus, [Webpagina], 28 maart 2005, <<http://nautilus.fis.uc.pt/st2.5/scenes-e/elem/e01193.html>>, [geraadpleegd 12/03/2005]

- (11) Braet J., *Voorontwerp voor het uitvoeren van koude testen op minipilootschaal in het kader van de verwerking van natrium*, Bedrijfsdocumentatie SCK•CEN, Mol, 2003, pg.1-10.
- (12) Petitfour B., *Oxidation and direct conditioning of contaminated metallic sodium*, Bedrijfsdocumentatie SCK•CEN, Mol, 1998, pg.1-5.
- (13) Cantrel E., Braet J., Seghers J., *S_{IM}S_{AN} project, Feasibility Demonstration with 1 kg sodium*, Bedrijfsdocumentatie SCK•CEN, Mol, 2004
- (14) *Vergelijking offertes SIMSAN reactor*, [E-mail aan Tinne Van Velthoven], 09/09/2004, <tvveltho@sckcen.be>
- (15) Typhoon roertechniek B.V., *Gebruikshandleiding voor roerwerken*, bedrijfsdocumentatie SCK•CEN, Mol, 2004
- (16) Bergmans G., *Constructiedossier; Project SANDS-smeltkroes*, bedrijfsdocumentatie SCK•CEN, Mol, 2003
- (17) *Voorstel tot aankoop, Filterkaars 7μ PORAL INOX/type POS-10-05*, Filtermat Belgium, bedrijfsdocumentatie SCK•CEN, Mol, 2001
- (18) Fike, *Montage-en onderhoudsinstructies, voorgekerfde omkeerbreekplaten*, bedrijfsdocumentatie SCK•CEN, Mol, 2004
- (19) *Olie temperatuurregelapparaten*, Geveke kunststoftechniek,[Webpagina],16 februari 2005,
<http://www.geveke-kunststoftechniek.nl/producten/product_display_subsubtypes.asp?product_subtype_id=46>,
[geraadpleegd 16/02/2005]
- (20) TOOL-TEMP, *TT-240 Temperature Control Unit, Compact unit for use with oil up to 200°C*, TOOL-TEMP, [Webpagina],16 februari 2005,
<<http://www.tool-temp.net/products/tt-240.asp>>, [geraadpleegd 16/02/2005]
- (21) Air Liquide, *FICHE TECHNIQUE MATERIEL, CENTRALE CLSA*, Bedrijfsdocumentatie SCK•CEN, Mol, p.22

- (22) THERMOCOAX, *How to choose your THERMOCOAX heating element*, THERMOCOAX, Luchthavenweg 81; 5657 EA Eindhoven, s.d.
- (23) Thermocoax, *Thermocoax from vision tot reality, Heating Elements & Devices*, Thermocoax, [Webpagina], 20/02/2005, <<http://www.thermocoax.us/heatel.htm>>, [geraadpleegd 20/02/2005]
- (24) Thermocoax, *Thermocoax from vision tot reality, Temperature sensors*, Thermocoax, [Webpagina], 20/02/2005, <<http://www.thermocoax.us/tempnen.htm>>, [geraadpleegd 20/02/2005]
- (25) T'Jolijn B., Hertsen H., cursus Departement Industriële Wetenschappen & Technologie, Campus Paardenmarkt, 2004-2005
- (26) Bronkhorst, *EL-FLOW® Mass Flow Controllers for Gases*, Bronkhorst, [Webpagina], 13 maart 2005, <<http://www.bronkhorst.com/elflowcontrollers.htm>>, [geraadpleegd 13/03/2005]
- (27) Bronkhorst, *FLOW-BUS E-7000 Series, Digital Power Supply/ Readout Systems*, Bronkhorst, [Webpagina], 13 maart 2005, <<http://www.bronkhorst.com>>, [geraadpleegd 13/03/2005]
- (28) Bronkhorst, *EL-FLOW® "Multibus" Digital Mass Flow Meters/Controllers for Gases*, Bronkhorst, [Webpagina], 13 maart 2005, <<http://www.bronkhorst.com>>, [geraadpleegd 13/03/2005]
- (29) Elsag Bailey Hartmann & Braun, *Advance Optima-Een nieuw tijdperk in de analysemeettechniek*, Elsag Bailey Hartmann & Braun N.V, Elektronikalaan 12-14, B-2610 Wilrijk, s.d.
- (30) Advance Optima, *Infra-red analysatormodule Uras 14*, Advance Optima, [Webpagina], <<http://www.kinetic.com.tw/product/ABB/Uras%2014.pdf>>, [geraadpleegd 13/03/2005]
- (31) Advance optima, *oxygenanalyator Magnos 16/17*, Advance Optima, [Webpagina], <<http://www.kinetic.com.tw/product/ABB/Magnos%2016%20&%2017.pdf>>, [geraadpleegd 13/03/2005]
- (32) Typhoon roertechniek B.V., *Gebruikshandleiding voor roerwerken*, bedrijfsdocumentatie SCK•CEN, Mol, 2004

- (33) Novaphit, *High pressure gasket material made of expanded graphite for highest safety requirements*, offerte ERIKS , ERIKS nv, Hoboken, 2002
- (34) *Experimenten, reactie tussen natrium en water*, [Webpagina], 08 maart 2005, <<http://www.experimenten.nl/natrium.html>>, [geraadpleegd 08/03/2005]
- (35) Wikipedia, *Titratie*, Wikipedia, [Webpagina], 23 februari 2005, < <http://nl.wikipedia.org/wiki/Titratie>>, [geraadpleegd 23/02/05]
- (36) Michelena I., *Aanvullingen statistiek voor chemici*, cursus Departement Industriële Wetenschappen en technologie, Karel de Grote-hogeschool, 2001-2002
- (37) Wouters G., *Chemische technologie*, cursus Departement Industriële Wetenschappen en technologie, Karel de Grote-hogeschool, 2002-2003
- (38) Seghers John, *Gentle mixing*, [E-mail aan Tinne Van Velthoven], 5/4/2005, <tinnevanvelthoven@yahoo.com>