
706/59



251680

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de SOCIETE INDUSTRIELLE DES MINERAIS DE L'OUVEST "S.I.M.O." Y

COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE,

entidades francesas, establecidas en 11, rue de la Baume, la 1ª y la 2ª en
69, rue de Varenne, ambas en París, Francia, por:

"PERFECCIONAMIENTO INTRODUCIDO EN LOS TRATAMIENTOS DE LAS SOLUCIONES
DE ATAQUE SULFURICO EN LOS MINERALES URANIFEROS".

Los procedimientos conocidos de tratamiento de los minerales uraní-
feros, utilizan la disolución del uranio al estado de sales de uranilo,
empezando generalmente el tratamiento por un ataque con ácido sulfúrico
o con un ataque alcalino mediante carbonato alcalino neutro o carbonato
5 alcalino ácido, o una mezcla de ambos.

Se obtiene un residuo insoluble y un líquido claro que contiene el ura-
nio en estado de sulfato de uranilo en el primer caso, y en estado de comple-
jo uranilo-tricarbonico en el segundo.

0 0 8 0



Cuando se ha realizado un ataque sulfúrico, se puede, después de separar el residuo insoluble, tratar la solución clara por un exceso de carbonato sódico que precipita los metales extraños en forma de carbonato o de hidróxido, quedando el uranio en solución bajo forma de complejo uranilo-tricarbonico; después de separación de la parte insoluble, se precipita el uranio bajo forma de uranato sódico por adición de sosa en el seno de la solución clara del complejo.

Este modo de recuperación del uranio de las soluciones de ataque sulfúrico de los minerales uraníferos, es más o menos económico según sea la composición de los minerales y su contenido en uranio.

Con un fin económico, nos hemos propuesto obtener, partiendo de la solución de ataque sulfúrico, mediante el empleo de reactivos químicos apropiados, un pre-concentrado uranífero barato, a partir del cual será fácil y rentable la recuperación del uranio.

La presente invención, debida a los trabajos de los señores Pierre Mouret, Jean Lebris y la Sra. Marcelle Kremer, del Comissariat a l'Energie Atomique, tiene por objeto un perfeccionamiento en los tratamientos de las soluciones de ataque sulfúrico de minerales uraníferos.

Este perfeccionamiento se caracteriza esencialmente porque, neutralizando estas soluciones por adición de cal, se prepara, sin pérdida de uranio, un preconcentrado uranífero cálcico sólido, mezcla de uranato, de sulfato cálcico y de hidróxidos de los metales extraños, sobre el cual se efectúa a continuación, de manera que se redisuelva completamente el uranio, disolviendo el mínimo posible de impurezas. bien sea un ataque sulfúrico hecho a pH constante comprendido entre 1,5 y 5 pero elegido preferentemente próximo a 3, bien sea un ataque por la solución de un carbonato alcalino, o bien estos dos ataques sucesivamente, lo que dá una solución uranífera purificada que contiene el uranio en estado de sales de uranilo.

Después de separación del residuo insoluble, las soluciones de ataque



251680

sulfúrico de los minerales uraníferos se neutralizan por la cal en cantidad
justamente suficiente para precipitar por completo el uranio; prácticamente,
se empleará una lechada de cal que se agregará hasta neutralidad. Conviene
agitar y calentar la solución. En estas condiciones, la precipitación del
5 uranio, es prácticamente total. Si se opera, por ejemplo, en las proximida-
des de 70° C., el rendimiento de precipitación del uranio es superior a
99,0%

El precipitado se separa de la solución, por ejemplo, por filtración
sobre filtro-prensa y se lava. El pre-concentrado uranífero cálcico obteni-
10 do contiene el uranio en estado de uranato, con el cual está mezclado princi-
palmente sulfato cálcico y los hidróxidos de los metales precipitados por la
cal.

La precipitación de la solución de ataque sulfúrico, puede efectuarse
en dos etapas, lo que conduce a un concentrado uranífero cálcico más rico en
15 uranio. En una primera etapa, la solución se neutraliza parcialmente por la
cal hasta un pH inferior a 7, comprendido generalmente entre 2,7 y 3, lo que
dá un primer precipitado estéril, exento de uranio. Después de separar este
precipitado, la solución se neutraliza en una segunda etapa por la cal hasta
pH 7, dando el preconcentrado uranífero cálcico.

20 Por este medio se pueden obtener preconcentrados cálcicos de contenido
interesante en uranio con minerales uraníferos relativamente pobres. Este
contenido podrá ser, por ejemplo, de orden de 10%, calculado en seco, con
minerales que acusen 1000 ppm. de uranio.

El pre-concentrado uranífero cálcico se trata a continuación de manera
25 que se haga pasar todo el uranio en solución, disolviendo la menor cantidad
posible de materias extrañas.

A este efecto, se somete este preconcentrado a un ataque sulfúrico con-
trolado. Se opera a pH constante, comprendido entre 1,5 y 5, pero elegido de
preferencia próximo a 3, La disolución del uranio se hace generalmente de ma-

251680



nera directa y, se separa después de ataque la solución del residuo insoluble.

Se puede pasar también por intermedio de una pasta obtenida mezclando el pre-concentrado, con ácido sulfúrico de manera que se tenga un pH próximo a 2, calcinando inmediatamente la pasta que contiene el uranio de manera que se insolubilice la sílice y se haga pasar el ión sulfato al estado de sulfato de uranilo soluble.

En el caso en que el ataque sulfúrico controlado del pre-concentrado, ponga directamente el uranio en disolución, la solución clara que contiene el uranio, se trata a continuación por un ligero exceso de una solución de carbonato alcalino bicarbonatado o nó, que precipita los metales extraños quedando el uranio en disolución bajo forma de complejo uranil o tricarbónico.

Se puede también en este caso, efectuar el ataque sulfúrico controlado del pre-concentrado, sin hacerlo seguir de una carbonatación; se añade entonces a la solución, después de separar el producto insoluble de este ataque, un diluyente tal como la mezcla nitrato sódico-ácido nítrico, de manera que se obtenga una solución, en la que el uranio esté en estado de nitrato de uranilo y se pueda hacer posteriormente de nueva purificación, extrayendo el nitrato de uranilo por un disolvente orgánico.

Cuando el ataque sulfúrico controlado, conduce indirectamente a la disolución del uranio, estando constituida una fase intermedia por la calcinación de la pasta uranifera resultando del ataque del pre-concentrado, la disolución del uranio a partir de la pasta calcinada, se realiza tratando esta pasta por una solución de nitrato cálcico que permite la separación de un insoluble cálcico estéril, y la obtención de una solución de nitrato de uranilo que se acidificará por el ácido nítrico y a partir de la cual, se podrá hacer la extracción de un nitrato de uranilo muy puro, por un disolvente orgánico.

De acuerdo con la invención, puede someterse también directamente el pre-concentrado uranífero cálcico a un ataque por una solución de carbonato neutro alcalino o de bicarbonato alcalino o de su mezcla. De este modo, todo el ura-



5 10 15 20 25

nio se disuelve directamente bajo la forma de complejo uranilo o tricarbónico y se separa el insoluble,

Mediante estos tratamientos, todo el uranio contenido en el pre-concentrado cálcico, se encuentra de nuevo en una solución uranifera purificada bajo la forma de sales de uranilo complejadas o nó.

Esta solución, obtenida de acuerdo con el perfeccionamiento objeto de la invención, puede utilizarse a continuación, según los procedimientos conocidos siguientes, para preparar compuestos del uranio tales como uranato sódico o nitrato de uranilo:

10 1º) si contiene el uranio en forma de complejo uranilo o tricarbónico, se precipitará el uranio bajo forma de uranato sódico por adición de sosa.

15 2º) si contiene el uranio en forma de nitrato de uranilo, se hará, después de concentración de la solución, una extracción por un disolvente orgánico del tipo de fosfato de tributilo, de manera que se obtenga después de re-extracción con agua, nitrato de uranilo de pureza nuclear.

3º) si contiene el uranio en estado de sulfato de uranilo, se transforma éste en nitrato de uranilo por adición de una mezcla de nitrato sódico y ácido nítrico y se opera después como se ha indicado en el párrafo anterior.

20 Con referencia a las figuras esquemáticas 1 a 3 adjuntas, se describirán a continuación cuatro ejemplos, dados a título no limitativo, de puesta en práctica del perfeccionamiento en los tratamientos de las soluciones de ataque sulfúrico de minerales uraníferos, objeto de la invención.

25 Las disposiciones de realización que se describirán a propósito de estos ejemplos, deberán considerarse como formando parte de la invención, sobrentendiéndose que podrán utilizarse del mismo modo, todas las disposiciones equivalentes, sin apartarse del marco de la misma.

La figura 1, se refiere al ejemplo I y representa una instalación en la que la precipitación por la cal, se hace en una sola fase y en la que se somete el pre-concentrado uranífero cálcico a un ataque sulfúrico controlado, se-



380

guido de una carbonización.

La figura 2, se refiere al Ejemplo II y representa una instalación en la que la precipitación por la cal, se hace en una sola fase y en la que se somete directamente el pre-concentrado uranífero cálcico a una carbonización.

5 La figura 3 se refiere al Ejemplo III y representa una instalación en la que la precipitación por la cal se hace en dos fases y en la que se realiza un ataque sulfúrico controlado del pre-concentrado uranífero cálcico seguido de una adición de nitrato sódico y de ácido nítrico.

10 El ejemplo IV, describe una instalación en la que el ataque sulfúrico controlado, conduce indirectamente a la disolución del uranio, estando constituido un intermediario por una pasta uranífera sulfúrica que se tuesta.

EJEMPLO I

15 Se tratan 100 kg. de mineral de la región de Forez, cuya riqueza en uranio es de 8100 ppm. y que representa en su totalidad 0,8100 kg. de uranio, en las condiciones siguientes:

Granulometría: mineral molido sin rechazo al tamiz, módulo 27 de la serie AFNOR.

- Ataque del mineral por una solución de ácido sulfúrico diluido.

20 En una cuba de 250 litros, provista de sistema de agitación y de calentamiento, se vierten 100 litros de una solución acuosa a 30 gr./litro de ácido sulfúrico, se calientan y se mantienen a la temperatura de 70° C. y mientras se agita, se introducen los 100 kg. de mineral con 0,5 kg. de dióxido de manganeso.

La agitación y la temperatura se mantienen durante 4 horas.

25 - Recuperación de la solución de ataque.

La solución de ataque se recupera por filtración, seguido de lavado del residuo de ataque: la solución clara que comprende la solución de ataque y las aguas de lavado, representa un volumen de 100 litros.



1680

- Rendimiento del ataque y del lavado del mineral

	Peso de insoluble: del ataque;	97 kg.
	Contenido en uranio del insoluble del ataque:	0,024%
	Uranio perdido:	0,0233 Kg
5	Rendimiento de ataque y del lavado:	97,1 %
	Uranio contenido en los 160 lts. de solución anterior:	0,7867 Kg

- Producción del concentrado cálcico uranífero:

Se vierten en una cuba de 250 litros, provista de sistema de agitación u calentamiento los 160 litros de solución uranífera anterior y después se calientan a la temperatura de 70° C. Estando en marcha la agitación, se lleva el pH de la solución a 7 por adición - en forma de lechada de cal- de 2,6 kg. de cal apagada. Una vez terminada la precipitación, se filtra el precipitado sobre filtro prensa y después de lava. Se reúnen las aguas madres y las aguas de lavado.

15	Volumen total de la solución filtrada	210 l.
	Contenido en uranio de la solución anterior:	0,9 mg./l
	Uranio perdido:	0,0002 kg.
	Rendimiento de la operación	99,97 %
	Peso del preconcentrado húmedo	19,8 kg.
20	Humedad:	64%
	Peso del preconcentrado expresado en seco:	7,13 kg.
	Uranio contenido en el concentrado.	0,7865 kg.
	Contenido en uranio del preconcentrado sobre seco:	11,63 %

25 - Ataque del preconcentrado uranífero cálcico por una solución de ácido sulfúrico diluido.

En una cuba de 50 litros provista de sistemas de agitación y de calentamiento, se introducen 10 litros de agua y 1,6 kg. de ácido sulfúrico de 660 Bé estando en marcha la agitación, se añade la totalidad del concentrado uranífero cálcico húmedo y se calienta el conjunto a 70° C. Se mantiene la agita-

251680



ción y el calentamiento durante media hora.

- Recuperación de la solución de ataque del preconcentrado uranífero cálcico.

5 La solución de ataque del concentrado cálcico se romperá por filtración seguida de lavados.

La solución clara que comprende la solución de ataque y las aguas de lavado, representa un volumen de 35 litros.

- Rendimiento del ataque y del lavado del pre-concentrado uranífero cálcico.

10	Peso del residuo del pre-concentrado, expresado en seco:	5,52 kg.
	Contenido en uranio del residuo del preconcentrado sobre seco:	0,065 %
	Uranio perdido	0,0035 kg.
	Rendimiento del ataque y del lavado del pre-concentrado:	99,55 %
	Uranio contenido en los 35 litros de solución:	0,7830 kg.

15 - Carbonatación

En una cuba de 100 litros provista de sistemas de agitación y de calentamiento, se introducen 10 litros de agua y se calientan a 80° C. Estando en marcha la agitación, se añade 3,5 kg. de carbonato sódico y después los 35 litros de solución ácida uranífera de la operación anterior, y el conjunto se calienta a la temperatura de 80° C. La agitación y el calentamiento se mantienen durante media hora.

- Recuperación de la solución de uranilo-carbonato sódico

25 La solución de uranilo-carbonato sódico, se recupera por filtración seguida de lavados del precipitado. La solución clara que comprende las aguas madres y las aguas de lavado, representa un volumen de 60,5 litros.

- Rendimiento de la carbonatación:

30	Peso de precipitado obtenido, expresado en seco:	0,95 kg.
	Contenido de uranio del precipitado sobre seco:	0,158 %
	Uranio perdido	0,0015 kg.
	Rendimiento de la carbonatación:	99,8 %
	Uranio contenido en los 60,5 litros de solución:	0,7815 kg.



251680

- Precipitado del uranio sódico

En una cuba de 100 litros provista de sistemas de agitación y de calentamiento, se introducen los 60,5 litros de solución de ranilo-carbonato sódico y se calientan a 80° C. Estando en marcha la agitación, se añaden 0,80 kg. de sosa cáustica. Se mantienen la temperatura y la agitación durante media hora.

- Recuperación del uranio-sódico y rendimiento de precipitación

El uranio sódico se ha recuperado y lavado por filtración.

	Peso del uranato sódico húmedo:	2,337 kg.
10	Humedad	49 %
	Peso del uranato sódico expresado en seco:	1,192 kg.
	Volumen total del filtrado (aguas madres y aguas de lavado)	65,5 l.
	Contenido en uranio del filtrado:	15 mg./l
	Uranio perdido	0,0010 kg.
15	Rendimiento de precipitación del uranato sódico:	99,87 %
	Uranio contenido en el uranato sódico:	0,7805 kg.
	Contenido en uranio del uranato sódico sobre seco:	65,5 %

Ejemplo II

Se prepara un pre-concentrado uranífero cálcico en las mismas condiciones que las del ejemplo I, a partir del mismo mineral y de la misma cantidad de mineral.

- Características del pre-concentrado uranífero cálcico

	Peso del pre-concentrado húmedo	15,46 kg.
	Humedad:	59 %
25	Peso del pre-concentrado expresado en seco:	6,34 kg.
	Contenido en uranio del pre-concentrado sobre seco:	12,38 %
	Uranio contenido en el concentrado	0,7850 kg.

- Ataque del pre-concentrado uranífero cálcico con una solución de carbonato sódico.

En una cuba de 100 litros, provista de sistemas de agitación y calenta-



20100

miento, se introducen 25 litros de agua y se calientan a 80°C. Estando en marcha la agitación, se agregan 6 kg. de carbonato sódico y después la totalidad del concentrado cálcico húmedo y el conjunto se calienta a 80° C. La agitación y el calentamiento se mantienen durante 4 horas.

5 - Recuperación de la solución de ataque del pre-concentrado uranífero cálcico

La solución de ataque (solución de uranilo-carbonato sódico) del concentrado cálcico, se recupera por filtración seguida de lavado. La solución clara que comprende la solución de ataque y las agua de lavado, representa
10 un volumen de 54,4 litros.

- Rendimiento del ataque y del lavado del pre-concentrado uranífero cálcico

	Peso del residuo del pre-concentrado expresado en seco:	4,15 kg.
	Contenido en uranio del residuo del concentrado cálcico sobre seco:	0,171 %
15	Uranio perdido:	0,0071 kg.
	Rendimiento del ataque y del lavado del pre-concentrado:	99,1 %

- Precipitación del uranato sódico

En una cuba de 100 litros, provista de sistemas de agitación y de calentamiento, se introducen los 54,5 litros de solución de uranilo-carbonato sódico y se calientan a 80° C. Estando en marcha la agitación, se añade 1 kg. de
20 sosa cáustica. La temperatura y la agitación, se mantienen durante media hora

- Recuperación del uranato sódico y rendimiento de la recuperación

El uranato sódico se recupera y se lava por filtración.

	Peso del uranato sódico húmedo:	2,547 kg.
25	Humedad:	52,5 %
	Peso del uranato sódico expresado en seco:	1,210 kg.
	Volumen total del filtrado (aguas madres y aguas de lavado):	61 l
	Contenido en uranio del filtrado:	18 mg/l.



Uranio perdido	0,0011 kg.
Rendimiento de precipitación del uranato sódico	99,86 %
Uranio contenido en el uranato sódico	0,7768 kg.
Contenido en uranio del uranato sódico sobre seco	64,2 %

5 EJEMPLO III

Se tratan 100 kg. de mineral de la región de Forez, cuyo contenido en uranio es de 1.150 ppm., y que representa en su totalidad 0,1150 kg. de uranio, en las condiciones siguientes:

10 Granulometría mineral molido sin rechazo al tamiz módulo 27 de la serie AFNOR.

- Ataque del mineral con una solución de ácido sulfúrico diluido

15 En una cuba de 250 litros, provista de sistemas de agitación y de calentamiento, se vierten 100 litros de una solución acuosa a 40 gr/litro de ácido sulfúrico, se calientan y se mantienen a la temperatura de 70°C. Estando en marcha la agitación, se introducen los 100 kg. de mineral con 0,4 kg. de dióxido de manganeso. La agitación y la temperatura se mantienen durante 3 horas.

- Recuperación de la solución de ataque

20 La solución de ataque se recupera por filtración seguida de lavado del residuo de ataque. La solución clara que comprende la solución de ataque y las aguas de lavado, representa un volumen de 173 litros.

- Rendimiento del ataque y del lavado del mineral

Peso del insoluble del ataque:	96,3 kg.
Contenido en uranio del insoluble del ataque:	0,0048 %
Uranio perdido:	0,0046 kg.
25 Rendimiento del ataque y del lavado:	96 %
Uranio contenido en los 173 litros de la solución anterior	0,1104 kg.

- Precipitación del pre-concentrado uranífero cálcico

Con el fin de obtener un pre-concentrado más rico en uranio, se ha efectuado la precipitación en dos etapas: en una primera etapa, la solución se ne-



251680

5 traliza con una lechada de cal hasta un pH comprendido entre 2,7 y 3, lo que conduce a un precipitado prácticamente exento de uranio. Después de separación de este precipitado de la solución, se neutraliza el filtrado, en una segunda etapa, por una lechada de cal, hasta pH 7, operación que conduce a un concentrado cálcico uranífero.

Primera etapa

10 En una cuba de 250 litros, provista de sistemas de agitación y calentamiento, se vierten los 173 litros de solución uranífera anterior y después se calientan a la temperatura de 70°C. Estando en marcha la agitación, se lleva el pH de la solución a 2,8, por adición - en forma de lechada de cal- de 3,1 kg. de cal apagada. Una vez terminada la precipitación, se filtra el precipitado y después se lava. Se reúnen las aguas madres y las aguas de lavado.

	Volumen de solución filtrada:	255 l.
15	Peso de precipitado húmedo:	22,2 kg.
	Humedad del precipitado:	61,5 %
	Peso de precipita expresado en seco:	8,55 kg.
	Contenido en uranio del precipitado sobre seco:	35 ppm.
	Uranio perdido:	0,0003 kg.
20	Rendimiento de la operación:	99,7 %
	Uranio contenido en los 225 litros de solución anterior	0,1101 kg.

Segunda etapa

25 En una cuba de 400 litros, provista de sistemas de agitación y de calentamiento, se vierten los 225 litros de solución uranífera anterior y después se calientan a la temperatura de 70° C. Estando en marcha la agitación, se lleva el pH de la solución a 7 mediante adición- en forma de lechada de cal- de 0,28 kg. de cal apagada. Una vez terminada la precipitación, se filtra el precipitado y después se lava y luego se reúnen las aguas madres y las aguas de lavado.

251680



	Volumen total de la solución filtrada:	257 l.
	Contenido en uranio de la solución anterior:	0,41 mg/l.
	Uranio perdido	0,0001 kg.
	Rendimiento de la operación:	99,9 %
5	Peso del pre-concentrado húmedo	3,165 kg.
	Humedad :	68 %
	Peso del pre-concentrado expresado en seco:	1,013 kg.
	Uranio contenido en el pre-concentrado	0,1100 kg.
	Contenido en uranio del concentrado sobre seco:	10,86 %
10	<u>- Ataque del pre-concentrado uranífero cálcico por una solución de ácido sulfúrico diluido.</u>	
	En una cuba de 10 litros, provista de sistemas de agitación y de calentamiento, se introduce 1 litro de agua y 0,3 de ácido sulfúrico de 66° Bé. Estando en marcha la agitación, se añade la totalidad del pre-concentrado húmedo y se calienta el conjunto a 70°C. La agitación y el calentamiento se	
15	mantienen media hora.	
	<u>- Recuperación de la solución de ataque del concentrado cálcico.</u>	
	La solución de ataque del concentrado cálcico, se recupera por filtración seguida de lavado. La solución clara que comprende la solución de ataque y las aguas de lavado, representa un volumen de 5,5 litros.	
20	<u>- Rendimiento del ataque y del lavado del preconcentrado uranífero cálcico</u>	
	Peso del residuo del pre-concentrado expresado en seco:	0,658 kg.
	Contenido en uranio del residuo del pre-concentrado sobre seco	0,047 %
	Uranio perdido:	0,0003 kg.
25	Rendimiento del ataque y del lavado del pre-concentrado:	99,7 %
	Uranio contenido en los 5,5 litros de solución:	0,1097 kg.
	<u>- Preparación de la solución antes de la extracción por disolvente orgánico</u>	
	Volumen de la solución inicial:	5,5 l.
	Contenido en uranio de la solución inicial	19,94 gr/l

251680



La solución inicial se adiciona con 420 gr. de nitrato sódico y 240 gr. de ácido nítrico y después se concentra por evaporación.

Volumen de la solución después de evaporación 3,1

5 Contenido en uranio de la solución, después de evaporación 36,58 gr/l.

- Extracción del uranio por la mezcla fosfato de tributil- White spirit

10 Los tres litros de solución uranífera, se dividen en 6 fracciones de 500 cc. Estas fracciones se ponen sucesivamente en contacto con fracciones de 500 cc. de una mezcla al 30% de fosfato de tributilo y 70 % de White-spirit, realizándose la extracción en contracorriente.

- Re-extracción con agua destilada del uranio contenido en el disolvente orgánico

Solamente se ha tratado la fracción de disolvente orgánico más rica en uranio.

15 Volumen de disolvente orgánico re-extraído: 500 cc.

Contenido en uranio del disolvente 85,5 gr./l.

Los 500 cc. de disolventes se han puesto en contacto sucesivamente con cuatro fracciones de agua destilada en 500 cc. de cada una. Las cuatro fracciones acuosas se reúnen a continuación.

20 Volumen de solución acuosa de nitrato de uranilo puro: 200 cc.

Contenido en uranio de la solución de nitrato de uranilo puro: 21,25 grl.

- Pureza del nitrato de uranilo obtenido

El análisis del nitrato de uranilo, ha dado los resultados siguientes:

	<u>Elementos</u>	<u>Contenidos</u>
25	Sodio	0,1 %
	Silicio	0,02 %
	Aluminio	0,03 %
	Magnesio	50 ppm
	Hierro	70 ppm
30	Lantano	50 ppm

2516



	Iterbio	10 ppm
	Manganeso	2 ppm
	<u>Cobre</u>	1 ppm
	Azufre	0
5	=====	
	Fósforo	0
	Plomo	0
	Estaño	0
	Arsénico	0
	Antimonio	0
10	Cromo	0
	Berilio	0
	Potasio	0
	Niquel	0
	Cobalto	0
15	Circonio	0
	Cinc	0
	Boro	0
	Bario	0
	Molibdeno	0
20	Itrio	0
	Plata	0
	Cadmio	0
	Indio	0
	Germanio	0

25 EJEMPLO IV

Se ha preparado un pre-concentrado uranífero en las mismas condiciones que las del Ejemplo III, a partir del mismo mineral y de la misma cantidad de mineral.

- Ataque sulfúrico controlado del pre-concentrado uranífero cálcico

30 En un horno especial de 10 litros, se mezclan 0,300 kg. de ácido sulfú-



251682

rico con 3,164 kg. de pre-concentrado húmedo, de manera que se obtenga una pasta uranífera sulfúrica.

- Calcinación de la pasta uranífera sulfúrica

5 La pasta calcinase a 350° C. durante media hora, insolubilizándose la sílice y transformándose el uranio en sulfato de uranilo.

- Disolución del uranio por lixiviación en presencia de una solución de nitrato cálcico

10 La mezcla así calcinada, que representa 1,290 kg., se ataca por 2,2 l. de solución que contiene 165 gr. por litro de nitrato cálcico. Esta solución proviene de un reciclaje. Su origen se explica más adelante.

La solución que contiene el sulfato cálcico y diversos óxidos, se lava y se tira.

- Rendimiento del ataque y del lavado del preconcentrado calcinado

15

Peso del residuo del pre-concentrado, expresado en seco:	1,180 kg.
Contenido en uranio del residuo seco:	0,05 %
Uranio perdido:	0,0006 gr.
Rendimiento del ataque:	99,4 %

- Preparación de la solución antes de extracción por disolvente

20

Volumen de la solución y de las aguas de lavado:	2,250 l.
Contenido en uranio de la solución:	49 gr/l

La solución se acidifica a dos normalidades por ácido nítrico concentrado.

- Extracción del uranio por la mezcla de fosfato de tributilo-White spirit

25

La solución se pasa en contracorriente por columnas de vidrio de 100 cc. con un volumen igual de fosfato de tributilo diluido a 30 % con White spirit.

El disolvente contiene 49 gr./l. de uranio.

- Neutralización de las aguas madres después de extracción del uranio con disolvente

Las aguas madres después de extracción del uranio con disolvente, repre-

251680



sentan un volumen de 2.230 l. contienen 10 mg./l de uranio. Se neutralizan por una adición de 195 gr. de carbonato cálcico a pH 5-5,5. Los hidróxidos de hierro, de aluminio y de manganeso precipitan. A continuación se filtran y se tiran. No contienen uranio.

5 La solución filtrada que representa 2,140 l. y que contiene 165 gr/l de nitrato cálcico y 9 mg./l de uranio, es la solución anteriormente mencionada que se utiliza para tratar la pasta uranífera cálcica.

- Re-extracción del uranio del disolvente por agua destilada

102 Se utiliza un volumen igual de agua destilada al volumen del disolvente, para re-extraer el uranio de éste, por contracorriente.

Volumen del disolvente 2,300 l.

Volumen del agua de re-extracción: 2,300 l.

15 La solución acuosa se concentra a continuación por evaporación hasta 400 gr./l. de uranio. Esta solución representa el producto final y la pureza del nitrato de uranilo que contiene es practicamente la misma que la del nitrato de uranilo obtenido en el Ejemplo III.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Francia, el 30 de Agosto de 1.958, bajo el número 773.491, se acoge a los beneficios del artículo 51 de vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

20

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE, años, son los siguientes:

25 1.- Pefeccionamiento introducido en los tratamientos de las soluciones de ataque sulfúrico de los minerales uraníferos, caracterizado porque, tratando estas soluciones con cal, se prepara, sin pérdida de uranio, un pre-concentrado uranífero cálcico sólido que se trata después de manera que se redisuelve completamente el uranio, disolviendo el mínimo de impurezas posible, lo que
30 dá una solución uranífera purificada que contiene el uranio en estado de sales



251680

de uranilo.

2. Perfeccionamiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque se provoca directamente la precipitación del pre-concentrado uranífero cálcico, efectuando la adición de cal en una sola etapa y hasta neutralización.

3. Perfeccionamiento de acuerdo con una por lo menos de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la neutralización por la cal, se hace en dos etapas que corresponden a dos adiciones sucesivas de cal, conduciendo la primera etapa a un estéril insoluble que se separa, y la segunda el preconcentrado uranífero cálcico.

4. Perfeccionamiento de acuerdo con una por lo menos de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el pre-concentrado uranífero cálcico, es una mezcla de uranato, sulfato cálcico e hidróxido de los metales extraños.

5. Perfeccionamiento de acuerdo con una por lo menos de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el pre-concentrado uranífero cálcico, se somete a un ataque sulfúrico controlado a pH constante comprendido entre 1 y 5 pero elegido de preferencia próximo a 3, de manera que se haga que el uranio pase a solución, pudiendo entonces purificarse la solución de uranio, así obtenida por carbonización alcalina.

6. Perfeccionamiento de acuerdo con una por lo menos de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el ataque sulfúrico controlado del preconcentrado, conduce indirectamente a la disolución del uranio, estando constituida una etapa intermedia por la calcinación de la pasta uranífera sulfúrica resultante del ataque del preconcentrado, haciéndose la disolución del uranio por tratamiento de la pasta calcinada con una solución de nitrato cálcico.

7. Perfeccionamiento de acuerdo con una por lo menos de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el pre-concentrado uranífero cálcico, se somete directamente al ataque de una solución carbonatada alcalina.

251680



8. Perfeccionamiento de acuerdo con una por lo menos de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la solución de uranio que resulta del ataque sulfúrico controlado no seguido de carbonatación, se adiciona con una mezcla de NO_3H y de NO_3Ma , de manera que pueda permitirse la extracción ulterior del uranio en estado de nitrato de uranilo por un disolvente orgánico.

9. Perfeccionamiento de acuerdo con una por lo menos de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se efectúa sobre la solución de uranio obtenida, después de recogida la pasta con una solución de nitrato de calcio, una extracción de nitrato de uranilo por un disolvente orgánico.

10. Perfeccionamiento introducido en los tratamientos de las soluciones de ataque sulfúrico de los minerales uraníferos.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diecinueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

15 SEP. 1960

P. A.

Mano de Escobar
Por Escobar



251680

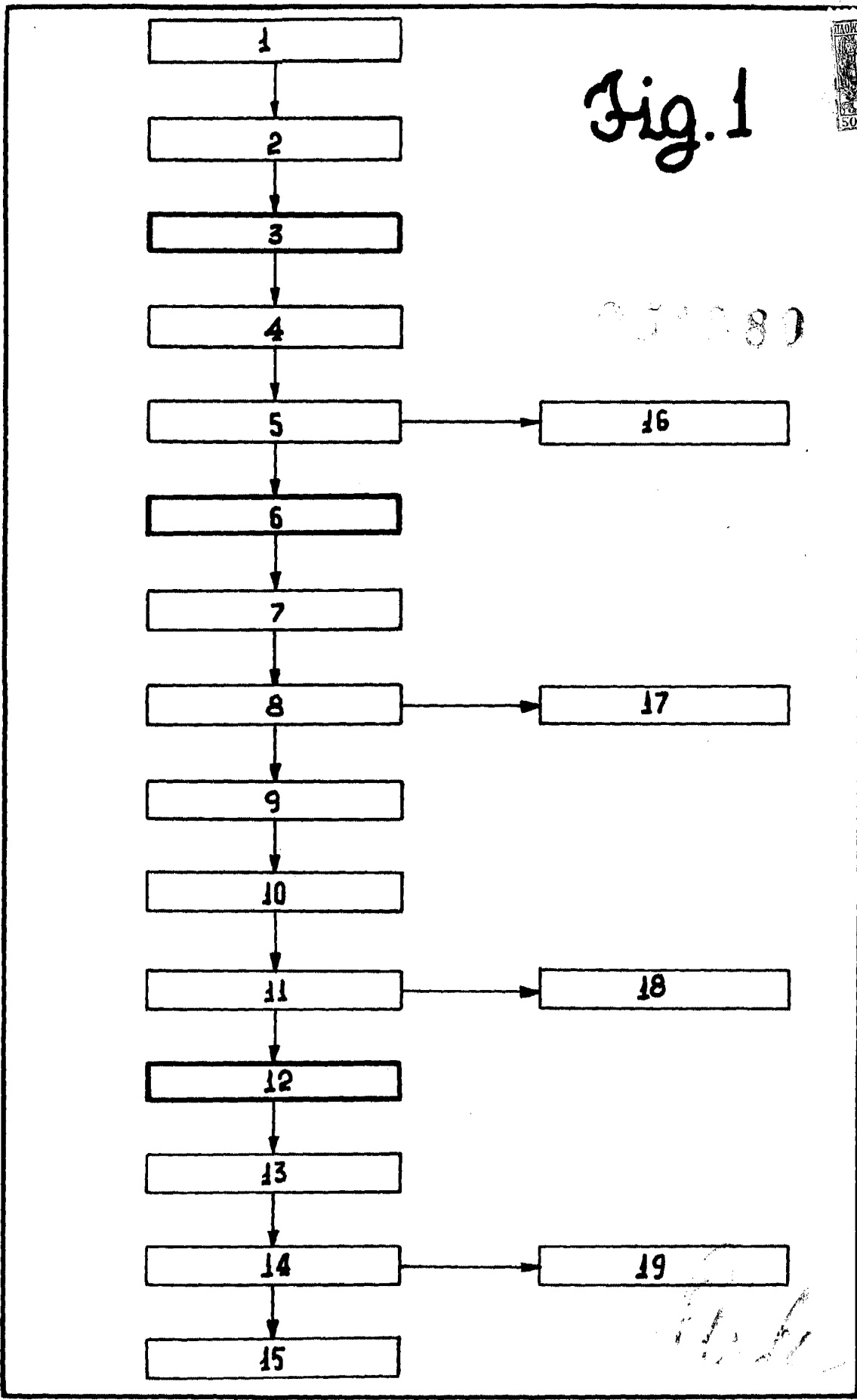
EXPLICACION DE LAS LEYENDAS DE LOS DIBUJOS DE ESTA MEMORIA

- 1 - Ataque sulfúrico del mineral
- 2 - Filtración y lavado
- 3 - Solución de uranio
- 5 4 - Adición de $\text{Ca}(\text{OH})_2$
- 5 - Filtración y lavado
- 6 - Preconcentrado uranífero cálcico
- 7 - Ataque sulfúrico controlado
- 8 - Filtración y lavado
- 10 9 - Solución de uranio
- 10 - Carbonatación
- 11- Filtración y lavado
- 12 - Solución de carbonato de uranilo
- 13 - Adición de NaOH
- 15 14 - Filtración y lavado
- 15 - Uranato de sodio
- 16 - Efluentes estériles
- 17 - Insolubles estéril
- 18 - Insoluble estéril
- 20 19 - Efluentes estériles
- 20 - Primera adición de $\text{Ca}(\text{OH})_2$
- 21- Segunda adición de $\text{Ca}(\text{OH})_2$
- 22 - Adición de NO_3H y de NO_3Na
- 23 - Concentración
- 25 24 - Disolvente
- 25 - Extracción por disolvente
- 26 - Disolvente cargado de uranio
- 27 - Re-extracción
- 28 - Agua destilada
- 30 29 - Solución de nitrato de uranilo de pureza nuclear
- 30 - Efluentes

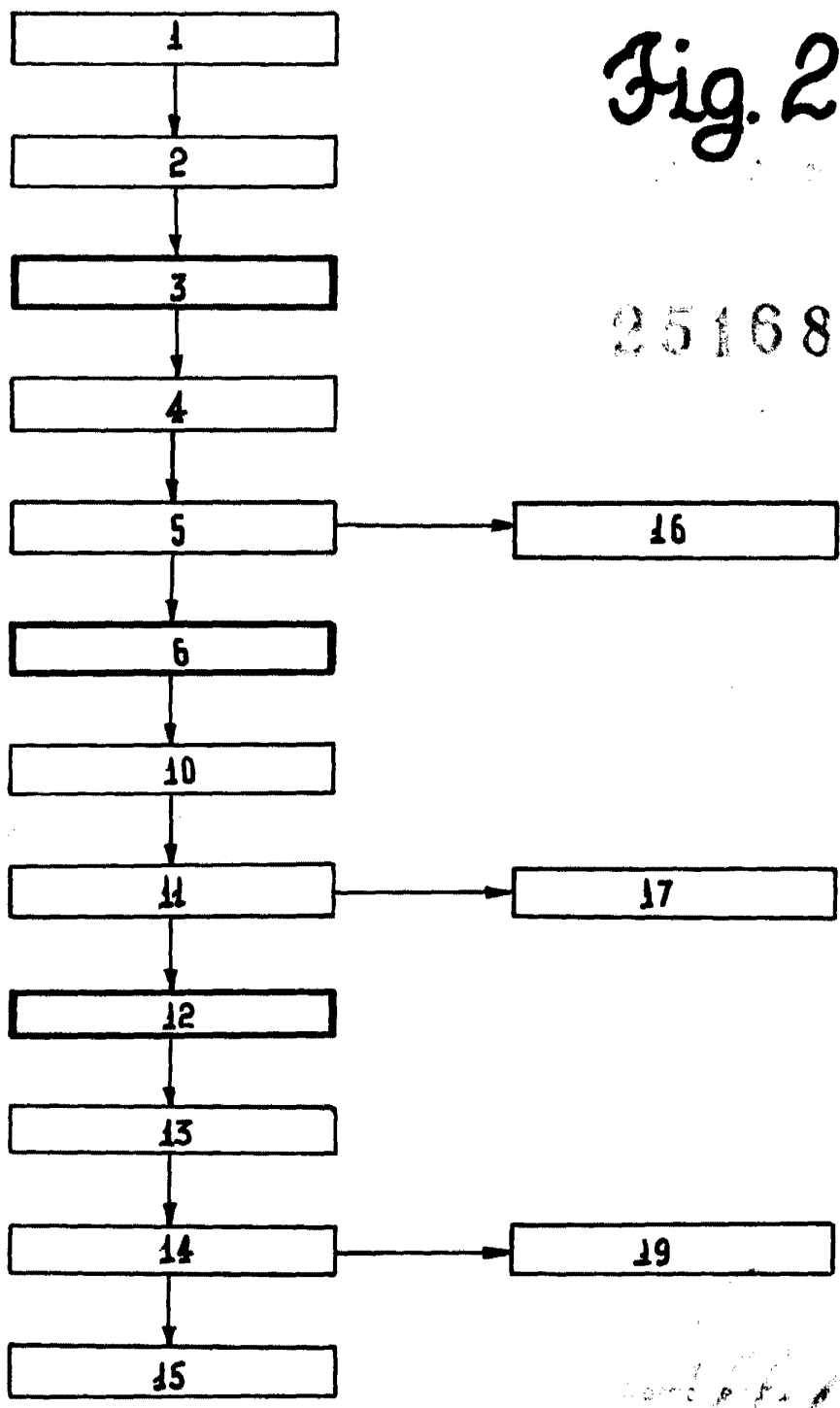


Fig. 1

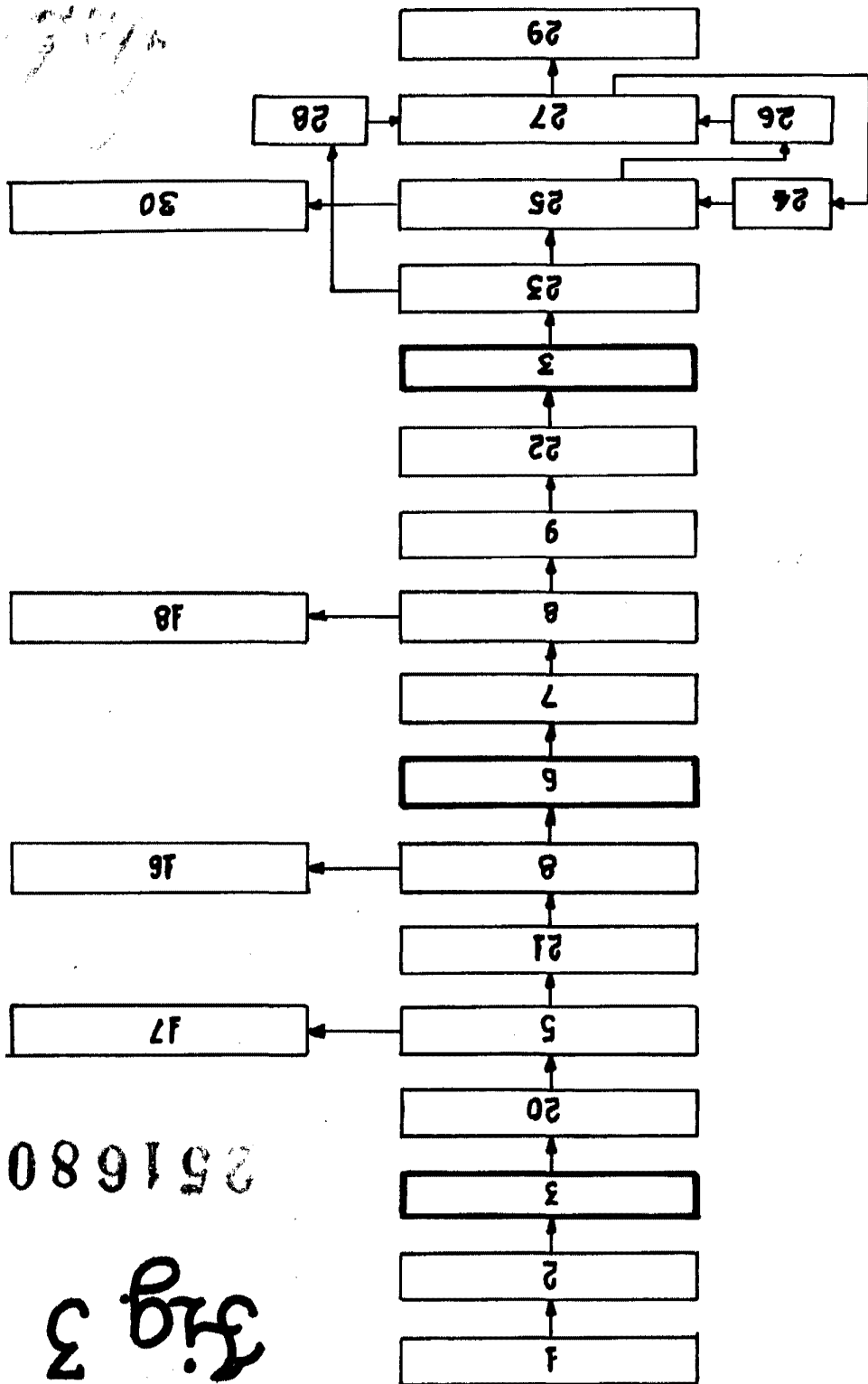
257,880



[Handwritten signature]



[Handwritten signature or initials]



251680

Fig 3

