

Y/Ref: Case Kamag 4 - 29.425

O/Ref: OG. 17.498.-MI



362812 22E

PATENTE DE INVENCION

MEMORIA DESCRIPTIVA

Sobre:

" PROCEDIMIENTO DE RECUPERACION DE URANIO A PARTIR DE FOS-
FATO DE ROCA "

Solicitante: ESTADO DE ISRAEL, COMISION DE ENERGIA ATOMICA,
domiciliada en BEER-SHEBA, Israel.

Inventores: Don Joseph LAVY e Israel SAND.



La presente invención se relaciona con un método para la producción de uranio a partir de fosfato de roca.

El fosfato de roca nativo contiene por regla general uranio en una proporción de 100 a 250 ppm (partes por millón), habiéndose propuesto varios métodos en la literatura técnica para su recuperación. Estos métodos parten de ácido fosfórico crudo de procesos húmedos, del que se extrae el uranio mediante extracción líquido-líquido utilizando una serie de disolventes, tales como ésteres de ácido pirofosfórico, triocetilamina y otros.

La relativa escasez de azufre y su ascendente precio han llevado consigo una creciente tendencia a fabricar ácido fosfórico mediante descomposición del fosfato de roca con otros ácidos en lugar de con ácido sulfúrico. Uno de tales procesos se describe, por ejemplo, en la patente estadounidense nº 2.880.063, concedida a "Israel Mining Industries Institute for Research and Development". De acuerdo con este proceso, se descompone fosfato de roca con ácido clorhídrico en un sistema de reacción acuoso o acuoso-gaseoso, se extrae ácido fosfórico libre de la mezcla de reacción en un disolvente orgánico capaz de disolver al ácido fosfórico pero dotado de limitada mezclabilidad con agua, tal como por ejemplo alcoholes alifáticos con tres o más átomos de carbono en la molécula, y se recupera del resultante extracto ácido fosfórico acuoso purificado y concentrado.

Normalmente, en tal proceso el uranio es parcialmente disuelto junto con el fosfato, al que acompaña en todas las fases operativas, de manera que el ácido fosfórico purificado final contiene una gran proporción de los valores de uranio originalmente presentes en el fosfato de roca. En



5. otras palabras, aunque parte del uranio contenido en el fosfato de roca es disuelto junto con el fosfato, otra parte permanece sin disolver, dependiendo la exacta división de la composición de la roca y de las condiciones de reacción. En vista de esta distribución, la recuperación de uranio de la solución ácida o del residuo ha sido considerada hasta ahora a priori como no compensadora y por consiguiente no se ha intentado.

10. Un objeto de la presente invención es el de modificar la descomposición por ácido clorhídrico del fosfato de roca de tal manera que la mayor parte del uranio presente en ésta sea disuelta de modo que permita la recuperación de aquél de la resultante solución.

15. La invención consiste en un proceso para la recuperación de uranio de fosfato de roca, que comprende las operaciones de descomponer el fosfato de roca nativo con ácido clorhídrico bajo condiciones oxidantes, separar la resultante solución acuosa de material no disuelto, extraer la solución acuosa con una amina orgánica de limitada miscibilidad con agua, o con un sistema disolvente orgánico de también limitada miscibilidad con agua y que contenga una amina, y recuperar uranio del resultante extracto.

20. Las condiciones oxidantes que han de dominar durante la descomposición del fosfato de roca pueden establecerse de diversas maneras. Por ejemplo, la descomposición puede efectuarse en presencia de un agente oxidante, tal como cloro elemental. Como variante, también es posible efectuar la descomposición bajo condiciones electrolíticas usando electrodos que sean inertes respecto al sistema de
25. reacción. En general, puede usarse cualquier método de oxi-
30.



22 EN

dación que cause la del uranio desde el estado tetravalente al hexavalente, siempre que el medio de oxidación no obstaculice la subsiguiente operación de recuperación.

5. En la solución ácida acuosa obtenida tras la descomposición, el uranio se halla presente como sal uranila hexavalente, presumiblemente $\text{Cl}_2 \text{UO}_2$, cuya sal es reextrac-
tada luego por medio de una amina o de un sistema disolvente orgánico que contenga amina. Pueden usarse varias aminas orgánicas diferentes para tal fin. Algunas aminas terciarias
10. han resultado ser particularmente adecuadas, tales como por ejemplo la amina tri-n-octílica.

La invención se ilustra en los siguientes ejemplos, sin limitarse a ellos.

Ejemplo 1

15. Se dispusieron en cascada tres recipientes de reacción, cada uno de ellos provisto de un agitador. En el primer recipiente se introdujo la siguiente: 2,4 litros por hora de ácido clorhídrico de una concentración del 30 al 32%;
1 kg. por hora de fosfato de roca que contenía un 32% en peso de P_2O_5 y 160 ppm de uranio; 2,2 litros por hora de agua
20. y de 6 a 7 litros por hora de cloro gaseoso.

- La mezcla de reacción del primer recipiente fue descargada por rebosamiento sobre el segundo y desde éste en el tercero. La temperatura existente en estos recipientes
25. era de 40 a 50°C.

La solución retirada del tercer recipiente contenía 27 mg/litro de uranio, correspondiente al 85% del uranio presente en la alimentación de fosfato de roca.

Ejemplo 2

30. Se repitió el experimento del Ejemplo 1, sustituyendo



yendo sin embargo la oxidación efectuada con cloro por una oxidación electrolítica. A tal objeto, se estableció un circuito electrolítico en el primer recipiente entre un cátodo de hierro y un ánodo de grafito, siendo el voltaje de 5. 3 voltios.

Al igual que en el ejemplo anterior, la solución retirada del tercer recipiente contenía 27 mg/litro de uranio, correspondiente al 85% del uranio presente en la alimentación de fosfato de roca.

10.

Ejemplo 3

Se extractó una solución acuosa de ácido fosfórico, que contenía 50 g/litro de P_2O_5 y 20 mg/litro de uranio, con una solución 0,22 M de amina tri-n-octílica en Cl_4C . Las extracciones se efectuaron por cargas en un embudo separador

15. y los resultados se indican en la siguiente tabla 1.

Tabla 1

Alimentación		Producto			
Solución acuosa en litros	Extractante en litros	Fase acuosa		Fase orgánica	
		% de U respecto al total	% de P_2O_5 respecto al total	% de U respecto al total	% de P_2O_5 respecto al total
$\frac{1}{2}$	1	24	97,6	75	0,1
$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	21	99,2	80	
1	$\frac{1}{2}$	29	98,4	70	

Ejemplo 4

20. Se extractó la misma solución acuosa del ejemplo 3 con una solución 0,22M de amina tri-n-octílica en dodecano que contenía un 2,5% en volumen de n-octanol, a fin de evitar la formación de tres fases. Los resultados se indican en la siguiente tabla 2.



Tabla 2

Alimentación		Producto			
Solución acuosa en litros	Extractante en litros	Fase acuosa		Fase orgánica	
		% de U respecto al total	% de P ₂ O ₅ respecto al total	% de U respecto al total	% de P ₂ O ₅ respecto al total
1/2	1	14	98	86	2,2
1/2	1/2	11	99,1	89	1,2
1	1/2	30	97,8	69	0,9

Ejemplo 5

5. Se extractó la misma solución acuosa del ejemplo 3 con una solución 0,22M de amina tri-n-octílica en xileno que contenía un 2,5% en volumen de n-octanol, para evitar la formación de tres fases. Los resultados se indican en la siguiente tabla 3.

Tabla 3

Alimentación		Producto			
Solución acuosa en litros	Extractante en litros	Fase acuosa		Fase orgánica	
		% de U respecto al total	% de P ₂ O ₅ respecto al total	% de U respecto al total	% de P ₂ O ₅ respecto al total
1/2	1	10	97,2	90	2,2
1/2	1/2	12	99,2	88	0,5
1	1/2	11	99,2	89	0,4

10.

Ejemplo 6

15. Se extractó una solución de ácido fosfórico, que contenía 32,2 g/litro de P₂O₅ y 28 mg/litro de uranio, con una solución 0,22M de tri-laurilamina en dodecano que contenía un 2,5% en peso de n-octanol. Se extractó medio litro de la solución con medio litro de extractante en un embudo separador y, después de la separación de las fases,



la orgánica contenía un 79% en peso del uranio total y la fase acuosa un 21% en peso del uranio total.

Ejemplo 7

5. Se extractó una solución 0,22M de tri-n-octilamina en Cl_4C , que contenía 24 mg/litro de uranio y 0,86 g/litro de P_2O_5 , en un embudo separador con agua, en una relación volumétrica de 1:1 a varias temperaturas. Los resultados se exponen en la siguiente Tabla 4.

Tabla 4

10.	25°C		40°C		60°C	
	U %	P_2O_5 %	U %	P_2O_5 %	U %	P_2O_5 %
En agua, después del primer lavado	45,8	93,2	41,7	83,9	37,5	85,1
En agua, después del segundo lavado	8,3	5,4	16,7	10,4	12,5	10,4
En la fase orgánica, después del lavado	37,5	2,6	37,5	5,2	41,6	2,6

Ejemplo 8

Se repitió el procedimiento del ejemplo 6, usando para la extracción una solución de ClH al 10%. Los resultados se indican en la siguiente Tabla 5.

15.

Tabla 5

	25°C		40°C		60°C	
	U %	P_2O_5 %	U %	P_2O_5 %	U %	P_2O_5 %
En agua, después del primer lavado	12,5	93,2	8,3	94,4	8,3	97,9
En agua, después del segundo lavado	12,5	4,7	8,3	3,7	12,5	1,5
En la fase orgánica, después del lavado	75,0	2,6	83,3	0,8	79,2	

Ejemplo 9

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 6, usando para la extracción una solución 2N de NO_3H . Los resul-



22 EN

tados se indican en la siguiente Tabla 6.

Tabla 6

	25°C		40°C		60°C	
	U %	P ₂ O ₅ %	U %	P ₂ O ₅ %	U %	P ₂ O ₅ %
En agua, después del primer lavado	83,3	99,1	79,2	99,1	79,2	99,1
En agua, después del segundo lavado	12,5	0,6	12,5	0,6	12,5	0,6
En la fase orgánica, después del lavado	4,2	0,2	4,2	0,2	4,2	0,2

N O T A

5. La Patente de Invención, que se solicita por veinte años, para España, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer sobre: "PROCEDIMIENTO DE RECUPERACION DE URANIO A PARTIR DE FOSFATO DE ROCA", con Prioridad de la demanda de Patente en Israel nº 29.737, de fecha 1 de Abril de 1968, según las características esenciales de las siguientes:

R E I V I N D I C A C I O N E S

15. 1ª.- Procedimiento de recuperacion de uranio a partir de fosfato de roca, que comprende las operaciones de descomponer el fosfato de roca nativo con ácido clorhídrico bajo condiciones oxidantes, separar la resultante solución acuosa del material no disuelto, extraer la solución acuosa con una amina orgánica de limitada miscibilidad con agua, o con un sistema disolvente orgánico también de limitada miscibilidad con agua que contenga una amina y recuperar uranio del resultante extracto.
20. 2ª.- Procedimiento de recuperación de uranio a partir de fosfato de roca, según la reivindicación 1ª, en el que la extracción se lleva a cabo bajo condiciones de oxidación química.
- 25.



3ª.- Procedimiento de recuperación de uranio a partir de fosfato de roca, según la reivindicación 2ª, en el que el oxidante es cloro.

5. 4ª.- Procedimiento de recuperación de uranio a partir de fosfato de roca, según la reivindicación 1ª, en el que la extracción se efectúa bajo condiciones de oxidación electrolítica.

5ª.- PROCEDIMIENTO DE RECUPERACION DE URANIO A PARTIR DE FOSFATO DE ROCA.

10. Según queda sustancialmente descrito en la presente memoria, que consta de nueve hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 22 de Enero de 1969

ESTADO DE ISRAEL, COMISION DE ENERGIA ATOMICA

P. FRANCISCO GARCIA CABRERO
P. P.

Firmado: M.ª Dolores Jerquera