



10 ES	11 21	NUMERO 447.274	10 A1
	22	FECHA DE PRESENTACION 23-4-76	

**PATENTE DE INVENCION**

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
Ser. No. 571.089	24 de abril de 1.975	Norteamérica
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C01G	
64 TITULO DE LA INVENCION		
Procedimiento para la producción de peróxido de uranio.		
71 SOLICITANTE (S)		
FMC CORPORATION, entidad estadounidense.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
2000 Market Street, Filadelfia, Pensilvania 19103, EE.UU. de A.		
72 INVENTOR (ES)		
FRANK EDWARD CAROPRESO, DONALD FRANCIS KREUZ.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
GOMEZ ACEBO		

Esta invención se relaciona con la recuperación de valores uranio de soluciones de uranilo y, más particularmente, con la recuperación de dichos valores uranio como peróxido de uranio purificado.

5                   En el refinado de uranio a partir de sus minerales, los minerales de uranio triturados se lixivian con ácido o álcali y el licor de lixiviación resultante se concentra para proporcionar una solución de uranio concentrada a partir de la cual se recuperan los valores sólidos de uranio. El ácido  
10                   sulfúrico y el carbonato sódico son los dos agentes lixiviantes normalmente utilizados. En el caso de la lixiviación alcalina con carbonato sódico, el licor de lixiviación, clarificado, conteniendo compuestos de uranio complejo solubles, tal como  $\text{Na}_4\text{UO}_2(\text{CO}_3)_3$  se hace reaccionar con hidróxido sódico, para  
15                   precipitar el uranio como diuranato sódico ( $\text{Na}_2\text{U}_2\text{O}_7$ ) o "torta amarilla". En el caso de la lixiviación ácida, el licor de lixiviación ácido, en el cual el uranio se encuentra en forma de iones uranilo,  $\text{UO}_2^{++}$ , se somete a extracción con disolventes o tratamiento con resinas intercambiadoras de iones, para separar los valores uranio los cuales se eluyen entonces de la resina o se separan del disolvente, produciendo con ello una solución concentrada de uranilo. Para un conocimiento más completo de la química y refinado de uranio, se hace referencia al artículo titulado "Uranium and Uranium Compounds" en Kirk-Othmer  
20                   Encyclopedia of Chemical Technology, 2nd. Ed., Vol. 21, páginas 1-35.

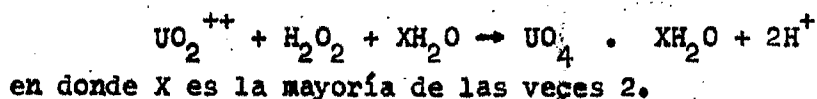
Aunque en general son satisfactorias, las técnicas anteriormente descritas para el refinado de uranio pueden producir concentrados de uranio que contienen impurezas difíciles de eliminar. Por otra parte, la pureza del producto es  
30

importante debido a que los procesadores de tales concentrados a hexafluoruro de uranio imponen altos precios en proporción al nivel de impurezas.

5 Un contaminante especialmente intratable por los concentrados de uranio es el elemento vanadio, normalmente encontrado en asociación con minerales de uranio. Aunque la pulpa o digestión de la torta amarilla con sulfato amónico acuoso extracta valores vanadio, el tratamiento es tedioso y consume tiempo y, en general, constituye una vía impracticable para llegar a conseguir una elevada pureza. Otra vía para 10 el tratamiento de la contaminación del vanadio consiste en tostar la torta amarilla en bruto seguido por una lixiviación del vanadato sódico resultante. Dicho pretratamiento es costoso y complica adicionalmente al proceso de refinó.

15 En adición, y antes de que los concentrados de uranio puedan procesarse a hexafluoruro de uranio, deben tener un bajo contenido en sodio para evitar las extremas condiciones de reacción que pueden causar dificultades en la sinterización y fusión.

20 Se ha propuesto concentrar los concentrados de uranio por tratamiento de soluciones de uranilo con peróxido de hidrógeno, con lo cual los valores uranio se precipitan como peróxido de uranio altamente insoluble. La reacción, que es bien conocida, se puede representar por la siguiente ecuación:



30 El peróxido de uranio se considera como el menos soluble de los compuestos de uranio y su precipitación a partir de las soluciones de uranilo es esencialmente cuan-

titativa.

La precipitación del peróxido de uranio se ha intentado extensivamente como medio de recuperación de los valores uranio de soluciones impuras de uranilo derivadas de numerosas fuentes, incluyendo licores de lixiviación de uranio y concentrados de licores. Hablando en términos generales, la técnica es simple de realizar y conduce a un producto de alta calidad.

La precipitación del peróxido de uranio no ha sido completamente satisfactoria a la hora de producir un producto de alta calidad a partir de soluciones que contienen grandes cantidades de vanadio. Como ya se ha indicado, el vanadio se presenta con frecuencia en asociación con minerales de uranio. A menos que se elimine mediante un pretratamiento de tostación o post-extracción de la torta amarilla, aparece como una impureza en el concentrado de uranio final. Las soluciones de uranilo, bien producidas por extracción con disolvente o bien por intercambio iónico de los licores de lixiviación ácida o bien por disolución ácida de la torta amarilla ( $\text{Na}_2\text{U}_2\text{O}_7$ ), contendrán sodio y vanadio más otras especies iónicas tales como  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{=}$  y similares. Cuando dichas soluciones de uranilo se tratan con peróxido de hidrógeno, el peróxido de uranio resultante contiene sodio y vanadio, pudiéndose encontrar ambos en concentraciones superiores a los límites especificados impuestos por los procesadores de  $\text{U}_3\text{O}_8$  para el enriquecimiento de isótopos.

El éxito parcial en la reducción del contenido en sodio y vanadio del peróxido de uranio preparado por adición de peróxido de hidrógeno a una solución de uranilo que contiene estas impurezas, viene registrado por F. E. Caropreso

et al en Transaction of the Society of Mining Engineers, AIME, Vol. 254, páginas 281-284, (1973). De acuerdo con esta publicación, el pH inicial de las soluciones de uranilo es de 2, mientras que la precipitación y digestión del peróxido de uranio se efectúan a un pH de 3,4, en presencia de peróxido de hidrógeno en exceso. Cuando dichas soluciones de uranilo contienen hasta 0,5 g/litro de  $V_2O_5$ , el producto de peróxido de uranio da, por análisis, menos de 0,1 % de  $V_2O_5$ . Cuando el contenido en  $V_2O_5$  de la solución es de 1 g/litro o más, el contenido en  $V_2O_5$  del producto es de 0,4 aproximadamente. Aunque Caropreso et al reconocen que el pH y el exceso de peróxido de hidrógeno influyen la cantidad de vanadio y sodio coprecipitados con el peróxido de uranio, dicho reconocimiento no conduce a un proceso generalmente satisfactorio y fiable para la recuperación de valores uranio como peróxido de uranio a partir de soluciones de uranilo que contienen elevadas concentraciones de vanadio y sodio.

La presente invención proporciona un procedimiento para recuperar valores uranio, como peróxido de uranio, a partir de una solución acuosa de uranilo que contiene impurezas disueltas de vanadio y sodio, que comprende tratar la solución de uranilo con peróxido de hidrógeno en una cantidad igual a por lo menos 0,5 partes de  $H_2O_2$  por parte de vanadio ( $V_2O_5$ ) en solución en exceso de la cantidad estequiométrica (0,126 partes/parte de  $U_3O_8$ ) requerida para formar el peróxido de uranio, efectuándose el tratamiento con peróxido de hidrógeno en tres fases secuenciales consistentes en (I) una fase de precipitación en la cual se añade el peróxido de hidrógeno a la solución de uranilo para precipitar el peróxido de uranio y el pH del medio de reacción se mantiene en la gama de 2,5 a 5,5 durante un periodo de 1 a 60 minutos aproximadamente des-

pués de la adición del peróxido de hidrógeno; (II) una fase de digestión en la cual el pH del medio de reacción se mantiene entre 3 y 7 durante un periodo de 5 a 180 minutos aproximadamente; y (III) una fase de post-digestión en la cual el pH del medio de reacción se mantiene en la gama de 4 a 7 durante un periodo de 1 a 60 minutos aproximadamente, durante cuyo tiempo el peróxido de uranio se separa de la solución de reacción que contiene las impurezas disueltas de vanadio y sodio, entendiéndose que el citado exceso de peróxido de hidrógeno se mantiene hasta que se recupera el peróxido de uranio del medio de reacción.

Las soluciones acuosas de uranilo, usadas en la realización de la invención, pueden ser eluados de intercambio iónico o de extracción con disolvente o una solución ácida de torta amarilla, es decir diuranato sódico. En cualquier caso, el producto es una solución acuosa de iones uranilo, normalmente sulfato de uranilo o cloruro de uranilo, sodio y vanadio.

El análisis de  $U_3O_8$  de la solución de uranilo puede variar desde 3 a 150 g/litro aproximadamente, con preferencia inferior a 100 g/litro. En la gama más elevada, el peróxido de uranio puede ser difícil de filtrar y lavar y en adición la precipitación tiende a ser incompleta.

Aunque resulta generalmente adecuada cualquier sal de uranilo soluble, el sulfato ( $SO_4^{-2}$ ) y el cloruro ( $Cl^-$ ) han resultado ser convenientes y fáciles de trabajar. Sin embargo, cuando se usa ácido sulfúrico para formar soluciones de uranilo a partir de torta amarilla, la concentración de sulfato no deberá exceder de 200 g/litro para que no inhiba la precipitación del uranio.

La gama preferida de  $\text{SO}_4^{-2}$  se mantiene por debajo de 100 g/litro aproximadamente.

5 El procedimiento aquí descrito es evidentemente eficaz a la hora de recuperar valores uranio como peróxido de uranio a partir de cualquier concentración de sodio y vanadio disueltos en la solución de uranilo. Normalmente, estos elementos estarán presentes en una gama de 5 a 60 g/litro aproximadamente de sodio y de 0,1 a 5 g/litro de vanadio. Dichas concentraciones en las soluciones de uranilo serán una función del mineral y del tipo de tratamiento de procesado. Debido a la capacidad singular para llevar a cabo una separación limpia de valores uranio de incluso concentraciones muy elevadas de sodio y vanadio, la presente invención constituye un marcado avance con respecto al procedimiento descrito en la publicación antes citada de Caropreso et al.

15 La cantidad de peróxido de hidrógeno empleado debe encontrarse en exceso con respecto a la cantidad estequiométrica requerida para formar peróxido de uranio, es decir 0,126 partes por parte del ensayo de  $\text{U}_3\text{O}_8$  de la solución de uranilo. La cantidad de peróxido de hidrógeno en exceso dependerá del contenido en vanadio de la solución de uranilo más la presencia de otras sustancias oxidables, así como del periodo de tiempo en el cual el precipitado de peróxido de uranio es digerido antes de su recuperación de la mezcla de reacción. En general, y reteniendo un exceso de peróxido de hidrógeno de al menos 0,5 partes por parte de vanadio, como  $\text{V}_2\text{O}_5$ , con respecto a la necesidad estequiométrica de 0,126 partes por una parte de  $\text{U}_3\text{O}_8$ , resulta suficiente para llevar a cabo la separación del peróxido de uranio de las impurezas de vanadio y sodio que permanecen en solución. Si no se mantiene el mínimo de peróxido

20

25

30

de hidrógeno en exceso, los valores vanadio coprecipitarán con el peróxido de uranio, mientras que puede presentarse pérdidas de  $U_3O_8$ . El peróxido de hidrógeno se determina controlando la mezcla de reacción utilizando una técnica de valoración convencional, tal como sulfato cérico y un indicador de ferroína.

La concentración del peróxido de hidrógeno no constituye un factor crítico pero convenientemente se emplea como una solución acuosa, normalmente peróxido de hidrógeno al 50 % o menos.

Las condiciones de pH bajo las cuales se lleva a cabo el procedimiento de la invención, deben mantenerse y controlarse cuidadosamente en tres fases consecutivas, como sigue:

Fase I. Esta es la fase de precipitación y es el intervalo que comienza con la adición de peróxido de hidrógeno hasta unos 60 minutos después aproximadamente, con preferencia de 1 a 15 minutos después. A continuación de la adición de peróxido de hidrógeno, el pH se mantiene en la gama de 2,5 a 5,5, con preferencia de 2,9 a 4,9 hasta completarse la fase I. El pH de la fase I se denomina  $pH$  o  $pH_p$  de precipitación.

El pH inicial ( $pH_i$ ) de la solución de uranio antes de añadir peróxido de hidrógeno, es normalmente del orden de 2 a 6 aproximadamente. Si el pH excede de 6 aproximadamente, las soluciones llegan a ser inestables y se formarán sólidos conteniendo uranio.

Fase II. Esta es la fase de digestión y comienza después de terminarse la fase I. Durante esta fase, el pH se mantiene dentro de la gama de 3 a 7, con preferencia de 3,5 a 6. La finalidad de la digestión consiste en promover el crecimiento

de cristales de peróxido de uranio, para facilitar la separación del mismo y asegurar que se complete la precipitación. La fase de digestión es el periodo de 5 - 180 minutos aproximadamente, con preferencia de 5-60 minutos. El pH de la fase II se denomina pH o  $\text{pH}_d$  de digestión.

Fase III. Esta es la fase de post-digestión y constituye el periodo durante el cual los sólidos de peróxido de uranio se recuperan del licor madre que contiene impurezas disueltas. El pH de la mezcla de reacción de la fase III se mantiene en la gama final de 4 a 7, preferiblemente 5 a 6 y asegura la precipitación final y acondicionamiento de los sólidos. La fase III puede abarcar un periodo de 1 a 60 minutos aproximadamente, con preferencia de 1 a 15 minutos. El pH de la fase III se denomina pH o  $\text{pH}_f$  de post-digestión o final. El peróxido de uranio se puede recuperar por los procedimientos usuales, familiares en la técnica, tales como filtración, decantación, centrifugado y similares.

En los siguientes ejemplos no limitativos, las proporciones son en peso menos que se especifique lo contrario.

#### Preparación de soluciones de uranio

Se prepara una solución madre de uranio disolviendo diuranato sódico en ácido sulfúrico. El diuranato sódico es torta amarilla comercial precipitada a partir de una solución de lixiviación alcalina y que por análisis da 7-10 % de sodio y 5 - 6 % de vanadio como %  $\text{V}_2\text{O}_5$ . La solución resultante de sulfato de uranio se ajusta a 70 g/l de  $\text{V}_3\text{O}_8$ ; 10 - 17 g/l de sodio; 65 a 70 g/l de  $\text{SO}_4^{-2}$  y 3,5 a 4,5 g/l de vanadio ( $\text{V}_2\text{O}_5$ ).

Preparación de peróxido de uranio

Una porción de 100 ml de la solución madre antes citada se transfiere a un vaso de precipitado de reacción y la temperatura se ajusta a 48°C y se mantiene utilizando un baño de agua de temperatura constante. El pH de la solución se ajusta al valor inicial ( $\text{pH}_i$ ) con hidróxido amónico y a continuación se añade de una sola porción peróxido de hidrógeno. Inmediatamente después de la adición de peróxido, se ajusta el pH al pH de precipitación ( $\text{pH}_p$ ). Mientras el pH inicial ( $\text{pH}_i$ ) se encuentra en la gama elevada, la acidez aumentada que surge después de la adición de peróxido de hidrógeno puede rebajar el pH al nivel correcto para el pH de precipitación ( $\text{pH}_p$ ). Si se requiere una acidez aumentada, esto se puede efectuar añadiendo un ácido mineral adecuado, por ejemplo ácido sulfúrico o clorhídrico. Si, por otra parte, el  $\text{pH}_i$  se encuentra en la gama baja, entonces tendrá que elevarse el  $\text{pH}_p$  por adición de amoníaco acuoso. Después del mezclado a  $\text{pH}_p$ , durante el tiempo especificado, el pH se ajusta al pH de digestión ( $\text{pH}_d$ ). Después de la digestión, el pH se ajusta de nuevo, esta vez al pH final ( $\text{pH}_f$ ) y se mantiene durante 15 minutos.

La lechada se filtra a continuación utilizando un embudo Buchner con un disco fritado "fino". La filtración se efectúa sin adición de agua al objeto de obtener estériles que sean representativos de un rebose de un espesador. Estos estériles se analizan en cuanto al contenido en  $\text{U}_3\text{O}_8$  para determinar la recuperación de uranio.

El peróxido residual se determina en el filtrado utilizando la valoración convencional de sulfato cérico empleando como indicador ferroína.

El lavado se efectúa enlechando (repulpando)

el precipitado con una solución al 0,2 % de peróxido de hidrógeno y filtrando a continuación. Esta operación se repite dos veces utilizando una densidad de lechada al 25 %.

El precipitado se seca a 150°C durante la noche y se analiza a continuación.

Utilizando el procedimiento citado, se llevaron a cabo varios experimentos ejemplificativos de precipitación de peróxido de uranio para ilustrar el proceso de la invención. Los resultados de estos experimentos se resumen en las tablas I-VI en las cuales el  $pH_i$  es el pH inicial;  $pH_p$  es el pH de precipitación  $pH_d$  es el pH de digestión; y  $pH_f$  es el pH final.

La Tabla I demuestra la necesidad de recuperar el peróxido de uranio bajo condiciones en las cuales el peróxido de hidrógeno residual se mantenga a una concentración de por lo menos 0,5 partes por parte de  $V_2O_5$  en exceso con respecto a la cantidad estequiométrica necesitada para formar el peróxido de uranio. Los experimentos 1 - 3 se llevaron a cabo con una cantidad inferior al exceso requerido de peróxido de hidrógeno y proporcionaron un producto de elevado análisis de  $V_2O_5$ . Los experimentos 4 y 5 se llevaron a cabo con al menos el exceso requerido de peróxido de hidrógeno y proporcionaron un producto con bajo análisis de  $V_2O_5$ . Puede observarse particularmente el punto de rotura entre los experimentos 3 y 4. En el experimento 3, la relación  $H_2O_2/V_2O_5$  fue de 0,44  $gH_2O_2/gV_2O_5$  y aunque con un valor de 0,06 bajo la relación crítica mínima, sin embargo, se obtuvo un análisis de 0,23 % de  $V_2O_5$  en el producto. Por otra parte, y en el experimento 4, en donde la relación  $H_2O_2/V_2O_5$  es de 0,63 o solamente 0,13 con respecto a 0,5  $g/gV_2O_5$ , el análisis

de  $V_2O_5$  descendió a 0,06 o 1/4 del análisis del producto del experimento 3. Esta discontinuidad entre los experimentos realizados justamente por debajo y por encima de la relación de  $0,5 \text{ gH}_2\text{O}_2/\text{gV}_2\text{O}_5$ , sugiere que esta es la relación mínima para la solubilización de las impurezas de vanadio.

La Tabla II proporciona otra evidencia de la necesidad de mantener el peróxido de hidrógeno residual o en exceso en un mínimo de  $0,5 \text{ gH}_2\text{O}_2/\text{gV}_2\text{O}_5$  hasta que se separa el peróxido de hidrógeno.

La Tabla III demuestra que el pH inicial ( $\text{pH}_1$ ) de la solución de uranilo no es un factor crítico a condición de que el pH se ajuste al pH de precipitación ( $\text{pH}_p$ ) a continuación de la introducción del peróxido de hidrógeno. Podrá observarse que, en el experimento 13, en donde el pH excede de la gama  $\text{pH}_p$  (fase II) en solamente 0,2 unidades de pH, el sodio se encuentra al menos en una cantidad de cuatro veces aproximadamente la de los otros experimentos realizados dentro de la gama  $\text{pH}_p$ .

La Tabla IV demuestra que el periodo de precipitación no es un factor crítico para la pureza del producto en amplios intervalos de tiempo.

Tablas V y VI. Estos ejemplos demuestran los efectos de variar el pH de digestión ( $\text{pH}_d$ ) y la duración de digestión sobre la pureza de producto y recuperación de uranio. Los datos de la Tabla V demuestran que se consigue una recuperación completa y selectiva de uranio efectuando la digestión a una gama de pH que oscila desde por encima de 3 a por debajo de 6 aproximadamente.

Sin embargo, puede observarse en el experimento V de la Tabla V que el no poder mantener el exceso requeri-

do de peróxido de hidrógeno se traduce en un mayor contenido en  $V_2O_5$  en el producto. La Tabla VI demuestra que el tiempo de digestión no parece ser crítico dentro de los límites de tiempo prescritos de la invención, pero al aumentar el tiempo disminuye el peróxido de hidrógeno residual. Después de unos 180 minutos (Tabla VI, experimento IV) el peróxido de hidrógeno residual disminuye a un valor por debajo de  $0,5 \text{ gH}_2\text{O}_2/\text{gV}_2\text{O}_5$ . Como resultado, el contenido en vanadio del producto incrementa a un valor por encima de  $0,1 \% V_2O_5$ . La pureza del producto se puede mantener añadiendo más peróxido a la solución, pero para lograr una utilización óptima del peróxido, se deberán evitar los tiempos excesivos.

En la Tabla V se incluyen también datos que demuestran los efectos de variar el pH final ( $\text{pH}_p$ ) sobre la pureza de producto y recuperación de uranio. Estos datos sugieren que el  $\text{pH}_p$  deberá mantenerse preferiblemente dentro de la gama de pH de 4,5 a 6 aproximadamente. Se obtienen resultados satisfactorios en la gama de 5-30 minutos. Los tiempos más largos no son considerados prácticos ni necesarios.

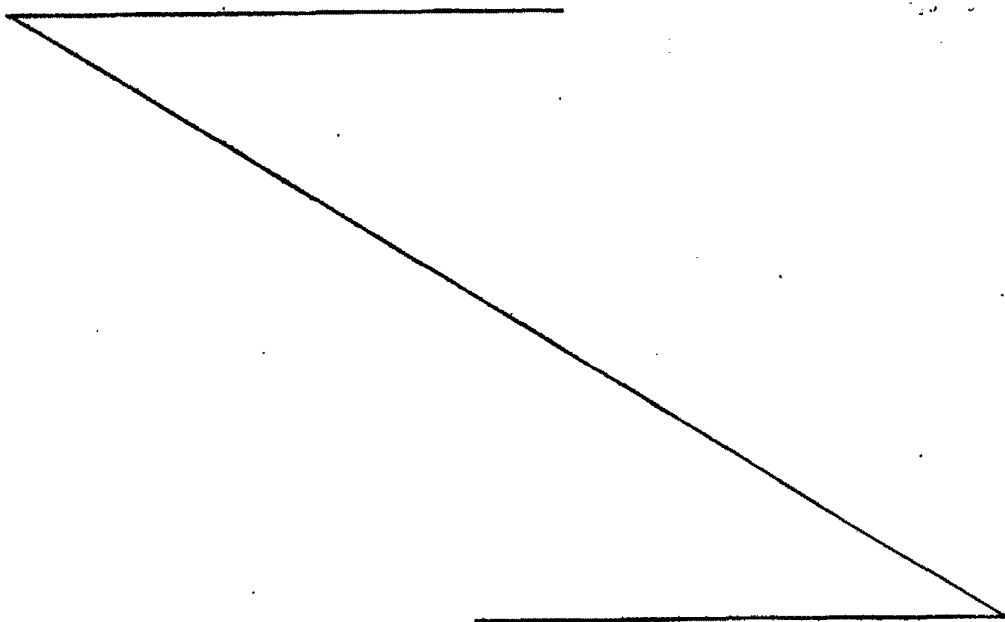


TABLA I

Efecto de la concentración de peróxido de hidrógeno sobre la pureza del producto y recuperación de uranio.

Experimento No.	Inicial gH <sub>2</sub> O <sub>2</sub> /gU <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> residual, g/l	g/gV <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Estériles, g/l U <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	Producto, V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% en peso Na
1	0,13	0,73	0,29	0,002	0,97	0,04
2	0,15	0,58	0,23	0,001	1,32	0,05
3	0,16	1,11	0,44	0,002	0,23	0,05
4	0,17	1,58	0,63	0,002	0,06	0,03
5	0,19	1,93	0,77	0,002	0,05	0,04

Condiciones de reacción

Temperatura 48°C

pH<sub>i</sub> - 5,8

pH<sub>p</sub> - 3,5 durante 10 min.

pH<sub>d</sub> - 5,0 durante 50 min.

pH<sub>f</sub> - 6,0 durante 15 min.

Solución de preëipitación

U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> - 70 g/l                      Na 16,9 g/l

V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 2,5 g/l                      SO<sub>2</sub> 70 g/l

TABLA II

Efecto del peróxido de hidrógeno residual sobre la pureza del producto y recuperación de uranio.

H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> residual g/gV <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Estériles, g/l U <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	Producto, % en peso	
		V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Na
0,23	0,001	1,32	5,05
0,29	0,002	0,97	0,04
0,44	0,002	0,23	0,05
0,61	0,001	0,06	0,03
0,63	0,002	0,07	0,05
0,70	0,002	0,04	0,03
0,77	0,002	0,05	0,04

Condiciones de reacción

Temperatura 48°C

pH<sub>i</sub> - 5,8

pH<sub>p</sub> - 3,5 durante 10 minutos

pH<sub>d</sub> - 5,0 durante 50 minutos

pH<sub>f</sub> - 6,0 durante 15 minutos.

Solución de precipitación

V<sub>3</sub>O<sub>8</sub> - 70 g/l Na 16,9 g/l

V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 2,5 g/l SO<sub>4</sub> 70 g/l.

TABLA III

Efecto del  $pH_i$  y  $pH_p$  sobre la pureza del producto y recuperación de uranio.

Exp. No.	$pH_i$	$pH_p$	$H_2O_2$ residual, g/l	$g/gV_2O_5$	Estériles, g/l $U_3O_8$	Producto, $V_2O_5$	% en peso Na
1	4,0	2,1	0,18	0,07	0,009	2,09	0,15
2	5,0	2,5	1,29	0,52	0,005	0,18	0,06
3	5,5	2,9	1,46	0,58	0,001	0,10	0,03
4	5,8	3,5	1,75	0,70	0,002	0,04	0,03
5	5,8	3,5	1,58	0,63	0,002	0,06	0,02
6	5,8	3,5	1,52	0,61	0,001	0,07	0,05
7	5,8	3,7	1,93	0,77	0,001	0,07	0,05
8	4,0	3,5 <sup>1</sup>	1,35	0,54	0,002	0,06	0,03
9	7,0	3,5 <sup>1</sup>	1,64	0,66	0,004	0,08	0,04
10	6,0	4,9	1,81	0,72	0,004	0,04	0,03
11	6,0	5,0	1,70	0,68	0,045	0,03	0,07
12	7,0	5,2	1,81	0,72	0,543	0,10	0,02
13	6,2	5,3	1,58	0,63	0,099	0,10	0,69
14	7,0	5,2	1,99	0,80	0,296	0,06	0,06
15	6,0	5,1	1,99	0,80	0,026	0,98	0,15
16	6,2	5,2	1,99	0,80	0,108	0,07	0,09

Condiciones de reacción

Temperatura 48°C

$g/H_2O_2/gU_3O_8$  - 0,19

$pH_p$  como se ha indicado - durante 10 min.

$pH_d$  - 5,0 durante 50 min.

$pH_f$  - 6,0 durante 15 min.

Solución de precipitación

$U_3O_8$  - 70 g/l Na 16,9 g/l

$V_2O_5$  - 2,5 g/l  $SO_4$  70 g/l

<sup>1</sup> pH se ajustó a 3,5 inmediatamente después de la adición de  $H_2O_2$

TABLA IV

Efecto del tiempo a  $\text{pH}_p$  sobre la pureza del producto y recuperación de uranio.

Exp. No.	Periodo de precipitación min. a ( $\text{pH}_p$ )	Estériles, g/l $\text{U}_3\text{O}_8$	Producto, $\text{V}_2\text{O}_5$	% en peso Na
1	1	0,003	0,04	0,05
2	5	0,004	0,04	0,04
3	20	0,002	0,07	0,03

Condiciones de reacción

Temperatura 48°C

$\text{pH}_i$  - 5,8

$\text{pH}_p$  - 3,5 durante los tiempos indicados

$\text{pH}_d$  - 5,0 durante 50 min.

$\text{pH}_f$  - 6,0 durante 15 min.

Solución de precipitación

$\text{U}_3\text{O}_8$  - 70 g/l Na 16,9 g/l

$\text{V}_2\text{O}_5$  - 2,5 g/l  $\text{SO}_4$  70 g/l.

TABLA V

Efecto del pH de digestión ( $\text{pH}_d$ ) y pH final ( $\text{pH}_f$ ) sobre la pureza del producto y recuperación de uranio.

Exp. No.	$\text{pH}_d$	$\text{pH}_f$	$\text{H}_2\text{O}_2$ residual, g/l	$\text{H}_2\text{O}_2$ residual, g/g $\text{V}_2\text{O}_5$	Estériles, g/l $\text{U}_3\text{O}_8$	Producto, $\text{V}_2\text{O}_5$	% en peso Na
1	3,0	3,0	1,26	0,50	6,3	0,48	0,03
2	4,0	4,0	2,22	0,89	0,02	0,11	0,01
3	5,0	5,0	1,87	0,75	0,005	0,07	0,02
4	6,0	6,0	1,87	0,75	0,06	0,04	0,03
5	3	6,0	0,70	0,28	0,03	0,32	0,04
6	4	6,0	1,81	0,72	0,001	0,04	0,03
7	5	6,0	1,58	0,63	0,002	0,06	0,02

Condiciones de reacción

Temperatura 48°C

$\text{gH}_2\text{O}_2/\text{gU}_3\text{O}_8$  - 0,19

$\text{pH}_i$  - 5,8

$\text{pH}_p$  - 3,5 durante 10 min.

$\text{pH}_d$  - como se ha indicado durante 50 minutos

$\text{pH}_f$  - como se ha indicado durante 15 minutos

Solución de precipitación

$\text{U}_3\text{O}_8$  - 70 g/l Na 16,9 g/l

$\text{V}_2\text{O}_5$  - 2,5 g/l  $\text{SO}_4$  70 g/l

TABLA VI

Efecto del tiempo a  $pH_d$  sobre la pureza del producto y recuperación de uranio.

Exp. No.	Tiempo, min.	$H_2O_2$ residual, g/l	$g/gV_2O_5$	Estériles, $g/1U_3O_8$	Producto, $V_2O_5$	% en peso Na
1	25	2,51	1,01	0,003	0,04	0,03
2	50	1,93	0,77	0,002	0,05	0,04
3	90	1,64	0,66	0,001	0,05	0,03
4	180	1,11	0,44	0,001	0,23	0,03

Condiciones de reacción

Temperatura 48°C

$gH_2O_2/gU_3O_8 - 0,19$

$pH_i - 5,8$

$pH_p - 3,5$  durante 10 minutos.

$pH_d - 5,0$  durante los tiempos indicados

$pH_f - 6,0$  durante 15 minutos.

Solución de precipitación:

$U_3O_8 - 70$  g/l                      Na 16,9 g/l

$V_2O_5 - 2,5$  g/l                       $SO_4$  70 g/l

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la producción de peróxi-

do de uranio, en particular para la recuperación de valores uranio, como peróxido de uranio, de una solución acuosa de uranilo que contiene impurezas disueltas de vanadio y sodio, caracterizado porque comprende tratar la solución de uranilo con peróxido de hidrógeno en una cantidad suficiente para disponer de un exceso de al menos 5,5 partes de  $H_2O_2$  por parte de vanadio ( $V_2O_5$ ) por encima de la cantidad estequiométrica requerida para formar peróxido de uranio, efectuándose el tratamiento con peróxido de hidrógeno en tres fases secuenciales consistentes en: (I) una fase de precipitación en la cual el peróxido de hidrógeno se añade a la solución de uranilo para precipitar el peróxido de uranio y mantener el pH del medio de reacción en la gama de 2,5 a 5,5, durante un periodo de 1 a 60 minutos, después de la adición del peróxido de hidrógeno; (II) una fase de digestión en la cual el pH del medio de reacción se mantiene en la gama de 3 a 7 durante un periodo de 5 a 180 minutos; y (III) una fase final en la cual el pH del medio de reacción se mantiene en la gama de 4 a 7 durante un periodo de 1 a 60 minutos, durante cuyo tiempo el peróxido de uranio se separa de la solución de reacción que contiene las impurezas disueltas de vanadio y sodio, manteniéndose el exceso de peróxido de hidrógeno citado hasta que el peróxido de uranio se separa del medio de reacción.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el pH de la fase de precipitación es de 2,9 a 4,9 y el tiempo de la fase de precipitación es de 1 a 15 minutos; el pH de la fase de digestión es de 3,5 a 6 y el tiempo de la fase de digestión es de 5 a 60 minutos; y el pH de la fase final es de 5 a 6 y el tiempo de la fase final es de 1 a 15 minutos.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la solución acuosa de uranilo es sulfato de uranilo acuoso.

5 4.- Procedimiento para la producción de peróxido de uranio, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 20 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 8 JUL. 1976  
FMC CORPORATION.

HOMEZ ACEBS Y ROJAS

firmado: L. Gomez Acebs

