

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial

Concedido el Registro de Patentes con los datos que figura en la presente descripción y según el contenido de la memoria adjunta.

5 ENE. 1979

11	NUMERO	466697	10	A1
21	FECHA DE PRESENTACION	- 6 FEB. 1978		



ESPAÑA

PATENTE DE INVENCION

50	PRIORIDADES:	52	FECHA	53	PAIS
51	NUMERO				
	77 03640		9 Febrero 1977		Francia

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	52	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C02C, C01D, G01G, C22B		- - -

54	TITULO DE LA INVENCION
	"Procedimiento de tratamiento de un licor alcalino"

71	SOLICITANTE (S)
	COMPAGNIE GENERALE DES MATIERES NUCLEAIRES (COGEMA)

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	31-33, rue de la Fédération, 75015 Paris, Francia

72	INVENTOR (ES)
	Pierre Mouret, Georges Lyandret, Angelo Sialino y Rino Berri

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	M. Curell Sufiol

PL - 0011 78B COGEMA  
EX-FR

UNE A - 4 MOD. 3106

UTILICESE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

BAD ORIGINAL

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

por VEINTE años

solicitada en España a favor de COMPAGNIE GENERALE DES  
MATERIES NUCLEAIRES (COGEMA), de nacionalidad francesa, do-  
5. miciliada en 31-33, rue de la Fédération, 75015 Paris, Fran-  
cia, por "Procedimiento de tratamiento de un licor alcali-  
no", con prioridad de la solicitud francesa 77 03640 de fe-  
cha 9 Febrero 1977. - - - - -

MEMORIA DESCRIPTIVA

10.                   La invención se refiere a un procedimiento de tra-  
tamiento de un licor alcalino que contiene a la vez iones  
sulfato y unos iones sodio, y más particularmente unas sa-  
les de sodio industrialmente útiles. Un licor de este tipo  
está particularmente constituido por el que se obtiene des-  
15. pués de ataque de un mineral uranífero rico en compuestos  
de azufre, particularmente en forma de sulfuros y/o de sul-  
fatos, con una solución de carbonato de sodio, en presencia  
de un oxidante, con el fin de extraer del mismo el uranio en  
forma solubilizada en el seno del medio, particularmente ba-  
20. jo la forma de uraniltricarbonato de sodio, o por el efluen

te líquido que subsiste, después de separación de este compuesto de uranio a partir de este licor, particularmente por precipitación, a continuación de la adición de hidróxido de sodio (sosa) a este licor. - - - - -

5. Se sabe que cuando los minerales tratados contienen azufre, particularmente en estado de sulfuros o de sulfatos, el ataque alcalino conduce a continuación a unas soluciones ricas en sulfato de sodio. Este contenido en sulfato de sodio de las soluciones de ataque constituye una fuente de inconvenientes importantes, tanto a nivel de la polución como de las pérdidas de reactivos costosos, tales como el carbonato de sodio. - - - - -

10. En efecto, es bien conocido que las soluciones de ataque a base de carbonato de sodio son en general, después de separación del uranio solubilizado, recicladas para el ataque de nuevas cargas de mineral. Este reciclaje no es sin embargo posible más que tanto tiempo como el contenido en sulfatos no sobrepasa ciertos valores. Las instalaciones de tratamiento del mineral deben entonces ser purgadas. En el caso de minerales ricos en compuestos de azufre, resultan de ello por consiguiente unas pérdidas importantes en sodio que gravan la rentabilidad de los procedimientos de extracción de uranio por vía alcalina. - - - - -

15. A las pérdidas de sodio que provienen de los carbonatos no utilizados, se adicionan naturalmente, más parti

cularmente en el caso en que se recurre a la sosa para precipitar el uranio fuera de los licores uraníferos, las que provienen de las cantidades de sosa no utilizadas. - - - -

5. Además, el problema de la expulsión de efluentes líquidos resulta cada vez más agudo, debido a las normas relativas a la protección del medio ambiente, que tienden a resultar cada vez más severas. También es preciso, además, evitar la expulsión de efluentes líquidos que contengan proporciones elevadas de sulfatos. - - - - -

10. El problema del tratamiento de los efluentes ricos en sulfato de sodio, en condiciones económicas aceptables, se presenta por tanto de forma apremiante. La precipitación de los iones sulfato en estado de sulfato de bario insoluble, por tanto almacenable sin riesgos de polución serios, no puede sin embargo preverse en razón del coste demasiado elevado de la barita o de las sales de bario necesarias para este tratamiento. En cuanto a las tentativas que se han efectuado de precipitar los iones sulfato, en estado de sulfato de calcio, por tratamiento de los efluentes con cal, se está obligado a constatar que no conducen, en la práctica, al resultado buscado, debido a la gran estabilidad del sulfato de sodio. - - - - -

25. La invención tiene por objeto evitar, por lo menos en gran parte, estas dificultades, particularmente proporcionar un procedimiento de tratamiento aplicable incluso

5. a unos licores uraníferos, obtenidos a partir de minerales uraníferos que tengan porcentajes elevados de compuesto de azufre, permitiendo al mismo tiempo la supresión, en la práctica, de los desechos líquidos y la recuperación de la mayor parte del sodio utilizado en el curso del ataque de estos minerales. - - - - -

El procedimiento según la invención, que se aplica por tanto a un licor tal como el que se ha definido, está caracterizado por las etapas que constituyen: - - - - -

10. a) la puesta en contacto de este licor con una resina intercambiadora de iones, catiónica, previamente opuesta en forma de amonio, y la recuperación, cuando el intercambio de iones se ha realizado, de una solución en la cual las sales y complejos anteriormente de sodio han sido esencialmente transformados en sales y complejos de amonio, - - - - -

15. b) el tratamiento ulterior del licor obtenido después de la eventual separación selectiva, en el caso preferido antes indicado, de los compuestos de uranio que pudiera contener, por un hidróxido de un metal tal como el calcio que permite la transformación del sulfato de amonio contenido en este licor en sulfato insoluble de este metal, particularmente de calcio, - - - - -

20. c) la elución de los iones sodio fijados sobre dicha resina intercambiadora de iones, por la puesta en contacto de eg

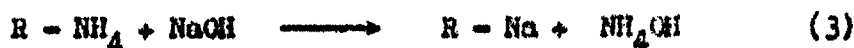
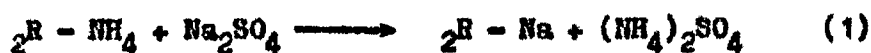
ta última con una solución de una sal de amonio, cuyo anión es preferentemente el de la sal de sodio industrialmente útil inicial, tal como un carbonato. - - - - -

- Se puede utilizar para la realización de este procedimiento, cualquier resina catiónica fuerte prácticamente insensible a las soluciones carbonatadas, con pH particularmente comprendido entre aproximadamente 9,5 y aproximadamente 10, a las soluciones alcalinas correspondientes a base de sosa y otras materias orgánicas eventualmente extraídas al mismo tiempo que el uranio a partir del mineral, cuando éste las contiene. Unas resinas apropiadas están más particularmente constituidas por las resinas catiónicas sulfónicas. Ventajosamente, la matriz polimera de dichas resinas ácidas fuertes está constituida por un copolímero de estireno y de divinilbenceno. Las mismas pueden estar particularmente, o bien en forma de gel sin porosidad, o bien en forma porosa, por ejemplo en forma macrorreticulada con unos poros reales de gran tamaño. A título de ejemplos de dichas resinas, se citarán las comercializadas por la sociedad ROHM & HAAS bajo las designaciones IR-120; IR-122 y IR-124.
5.            Se puede utilizar para la realización de este procedimiento, cualquier resina catiónica fuerte prácticamente insensible a las soluciones carbonatadas, con pH particularmente comprendido entre aproximadamente 9,5 y aproximadamente 10, a las soluciones alcalinas correspondientes a base de sosa y otras materias orgánicas eventualmente extraídas al mismo tiempo que el uranio a partir del mineral, cuando éste las contiene. Unas resinas apropiadas están más particularmente constituidas por las resinas catiónicas sulfónicas. Ventajosamente, la matriz polimera de dichas resinas ácidas fuertes está constituida por un copolímero de estireno y de divinilbenceno. Las mismas pueden estar particularmente, o bien en forma de gel sin porosidad, o bien en forma porosa, por ejemplo en forma macrorreticulada con unos poros reales de gran tamaño. A título de ejemplos de dichas resinas, se citarán las comercializadas por la sociedad ROHM & HAAS bajo las designaciones IR-120; IR-122 y IR-124.
10.           Se puede utilizar para la realización de este procedimiento, cualquier resina catiónica fuerte prácticamente insensible a las soluciones carbonatadas, con pH particularmente comprendido entre aproximadamente 9,5 y aproximadamente 10, a las soluciones alcalinas correspondientes a base de sosa y otras materias orgánicas eventualmente extraídas al mismo tiempo que el uranio a partir del mineral, cuando éste las contiene. Unas resinas apropiadas están más particularmente constituidas por las resinas catiónicas sulfónicas. Ventajosamente, la matriz polimera de dichas resinas ácidas fuertes está constituida por un copolímero de estireno y de divinilbenceno. Las mismas pueden estar particularmente, o bien en forma de gel sin porosidad, o bien en forma porosa, por ejemplo en forma macrorreticulada con unos poros reales de gran tamaño. A título de ejemplos de dichas resinas, se citarán las comercializadas por la sociedad ROHM & HAAS bajo las designaciones IR-120; IR-122 y IR-124.
15.           Se puede utilizar para la realización de este procedimiento, cualquier resina catiónica fuerte prácticamente insensible a las soluciones carbonatadas, con pH particularmente comprendido entre aproximadamente 9,5 y aproximadamente 10, a las soluciones alcalinas correspondientes a base de sosa y otras materias orgánicas eventualmente extraídas al mismo tiempo que el uranio a partir del mineral, cuando éste las contiene. Unas resinas apropiadas están más particularmente constituidas por las resinas catiónicas sulfónicas. Ventajosamente, la matriz polimera de dichas resinas ácidas fuertes está constituida por un copolímero de estireno y de divinilbenceno. Las mismas pueden estar particularmente, o bien en forma de gel sin porosidad, o bien en forma porosa, por ejemplo en forma macrorreticulada con unos poros reales de gran tamaño. A título de ejemplos de dichas resinas, se citarán las comercializadas por la sociedad ROHM & HAAS bajo las designaciones IR-120; IR-122 y IR-124.
20.           Se puede utilizar para la realización de este procedimiento, cualquier resina catiónica fuerte prácticamente insensible a las soluciones carbonatadas, con pH particularmente comprendido entre aproximadamente 9,5 y aproximadamente 10, a las soluciones alcalinas correspondientes a base de sosa y otras materias orgánicas eventualmente extraídas al mismo tiempo que el uranio a partir del mineral, cuando éste las contiene. Unas resinas apropiadas están más particularmente constituidas por las resinas catiónicas sulfónicas. Ventajosamente, la matriz polimera de dichas resinas ácidas fuertes está constituida por un copolímero de estireno y de divinilbenceno. Las mismas pueden estar particularmente, o bien en forma de gel sin porosidad, o bien en forma porosa, por ejemplo en forma macrorreticulada con unos poros reales de gran tamaño. A título de ejemplos de dichas resinas, se citarán las comercializadas por la sociedad ROHM & HAAS bajo las designaciones IR-120; IR-122 y IR-124.

- En una de las variantes del procedimiento según la invención, el licor inicial tratado está constituido por el efluente líquido obtenido a partir de la lejía alcalina y ataque del mencionado mineral, posteriormente a la separación a partir de ésta del uranio que contenía, particularmente por precipitación con hidróxido de sodio. - - - - -
25.           Se puede utilizar para la realización de este procedimiento, cualquier resina catiónica fuerte prácticamente insensible a las soluciones carbonatadas, con pH particularmente comprendido entre aproximadamente 9,5 y aproximadamente 10, a las soluciones alcalinas correspondientes a base de sosa y otras materias orgánicas eventualmente extraídas al mismo tiempo que el uranio a partir del mineral, cuando éste las contiene. Unas resinas apropiadas están más particularmente constituidas por las resinas catiónicas sulfónicas. Ventajosamente, la matriz polimera de dichas resinas ácidas fuertes está constituida por un copolímero de estireno y de divinilbenceno. Las mismas pueden estar particularmente, o bien en forma de gel sin porosidad, o bien en forma porosa, por ejemplo en forma macrorreticulada con unos poros reales de gran tamaño. A título de ejemplos de dichas resinas, se citarán las comercializadas por la sociedad ROHM & HAAS bajo las designaciones IR-120; IR-122 y IR-124.

Si, como es habitual, la resina catiónica intercambiador de iones está representada simplemente bajo la fórmula R-NH<sub>4</sub> en origen, se puede recurrir a las ecuaciones químicas siguientes para apreciar las transformaciones que sufren los principales constituyentes sodados que contenía este licor en el curso de la puesta en contacto con la resina. - - - - -

5.



10.

Cuando el licor tratado está constituido por la lejía alcalina que contiene aún uranio extraído en estado disuelto, particularmente en forma de uraniltricarbonato de sodio, éste sufre la transformación que puede ser representada por la ecuación química siguiente: - - - - -



15.

Se apreciará por consiguiente, que la parte esencial del sodio inicialmente contenido en las soluciones es retenida sobre la resina intercambiadora de iones, a partir de la cual es a continuación recuperado, por nueva puesta en contacto con la resina intercambiadora de iones con una solución de una sal de amonio. Esta recuperación puede efec

tuarse directamente en forma de carbonato de sodio, si la elución se efectúa con una solución de carbonato de amonio.

5. Por otra parte, el sulfato de amonio, mucho menos estable que el sulfato de calcio, y el carbonato de amonio si queda no fácilmente precipitados, después de separación del uranio eventual contenido en el medio, por adición de hidróxido de calcio en el medio. - - - - -

10. El amoniaco liberado por la reacción de las sales de amonio contenidas en el licor puesto a reaccionar con el hidróxido de calcio constituye, en un modo de utilización preferido del procedimiento según la invención, un producto particularmente útil para la fabricación del carbonato de amonio necesario para la regeneración de la resina catiónica, sobre la cual están retenidos los iones sodio, y por  
15. consiguiente también para la recuperación de este sodio directamente en forma de carbonato de sodio. Una parte por lo menos de estas soluciones eluidas de carbonato de sodio pueden entonces, después de concentración en un evaporador, ser reciclada para el ataque de nuevas cargas de mineral  
20. uranífero en las condiciones usuales. La otra parte de las soluciones eluidas de carbonato de sodio pueden incluso, después de caustificación por reacción con hidróxido de calcio, permitir la producción de una parte por lo menos de la sosa necesaria para la realización de la precipitación del  
25. uranio a partir de los licores de extracción uraníferos, en

los casos en que el procedimiento según la invención es aplicado a los efluentes solamente. Hasta el agua puede ser recuperada en el evaporador en el cual se efectúa la concentración de la primera parte de la solución acuosa de carbonato de sodio, que puede ser recuperada. - - - - -

5.

En el caso en que el procedimiento según la invención se aplica a la totalidad del licor uranífero de extracción, el uranio, en forma particularmente de uraniltricarbonato de amonio, puede ser separado por métodos diversos. -

10.

Un método particularmente ventajoso consiste en un tratamiento térmico del licor considerado, preferentemente por ebullición. Se obtiene entonces la precipitación del uranio en forma de un diuranato de amonio concentrado. Este tratamiento térmico produce también la descomposición del carbonato de amonio en amoníaco y en gas carbónico, que pueden ser reutilizados para fabricar una parte de la cantidad de carbonato de amonio necesaria para la realización de la solución destinada a la regeneración de la resina catiónica. - - - - -

15.

20.

En un segundo tipo de método, el licor que contiene el uraniltricarbonato de amonio es acidulado en caliente con ácido sulfúrico hasta un pH de preferencia del orden de 2,5 o incluso menos, lo que conduce a la transformación del compuesto de uranio en sulfato de uranilo soluble y a la descomposición del carbonato de amonio inicialmente contenido

25.

- en el licor tratado. El sulfato de uranio puede a continuación, de forma en sí conocida, ser precipitado al estado de uranato de magnesio, para adición de magnesia al medio. Como los casos precedentes, el gas carbónico liberado durante la reacción de acidulación del medio, y el amoníaco liberado durante la etapa de transformación del sulfato de uranilo en uranato de magnesio, pueden ser reciclados para la producción de carbonato de amonio, el cual será utilizado para la producción de la solución de regeneración de la resina intercambiadora de iones. - - - - -
- 5.
- 10.

- Desde luego, cualesquiera otros procedimientos conocidos pueden ser aplicados para la separación del uranio a partir o bien de la solución aún alcalina que contiene el uranio en estado de uraniltricarbonato de amonio, o bien de la solución acidulada de sulfato de uranilo. Se puede por ejemplo recurrir a los procedimientos de extracción que utilizan unos solventes orgánico-fosforados, tales como el ácido di(etilhexil)fosfórico. - - - - -
- 15.

- El licor residual, que contiene esencialmente aún sulfato de amonio, puede entonces a su vez ser tratado por hidróxido de calcio, en las condiciones que han sido descritas, para separar los iones sulfato en estado de sulfato de calcio insoluble. - - - - -
- 20.

- Cualquiera que sea la fase de tratamiento de los licores alcalinos uraníferos a los cuales se aplica el pro-
- 25.

cedimiento según la invención, se apreciará la importancia de las ventajas que éste proporciona. - - - - -

5. Permite la supresión de todos los efluentes líquidos. Los productos degradados finales, esencialmente sulfato y carbonato de calcio, se obtienen en estado sólido, los cuales son fácilmente almacenados. - - - - -

10. Además, el procedimiento según la invención permite una regeneración de los materiales y productos costosos utilizados, (resina intercambiadora de iones y carbonato de sodio), la valorización de los productos secundarios obtenidos en ciertas etapas del ciclo de producción (carbonato de amonio, hidróxido de amonio, amoníaco y, en ciertos casos incluso el agua). Solamente los productos que deben ser proporcionados en cantidades relativamente importantes en el curso del ciclo de tratamiento que ha sido descrito están constituidos por unos compuestos industriales particularmente poco costosos; el hidróxido de calcio y gas carbónico. -

20. La experiencia muestra que el procedimiento según la invención puede ser aplicado a unos licores uraníferos que provienen de minerales particularmente difíciles de tratar, tales como los de Hérault. Dichos minerales contienen en particular a la vez: - - - - -

- unos carbonatos (esencialmente dolomita clásica o una dolomita ferruginosa de tipo anquerita), en unos contenidos

expresados en CO<sub>2</sub>, que pueden situarse entre 5 y 10% en peso; - - - - -

- 5. - unas materias orgánicas, en unos contenidos que pueden situarse particularmente entre aproximadamente 1 y aproximadamente 5% en peso, las cuales comprenden unos constituyentes con carácter grafitico más o menos marcado, unos hidrocarburos y diversas materias orgánicas reductoras, que comprenden en particular unos ácidos orgánicos, del tipo de los que están designados bajo la expresión "ácidos húmicos", y
- 10. que, por ataque alcalino y oxidación, dan unos "humatos" solubles. - - - - -

- 15. Características suplementarias de la invención aparecerán aún en el curso de la descripción que sigue de ejemplos de utilización del procedimiento según la invención. - - - - -

- 20. EJEMPLO 1: Aplicación del procedimiento según la invención a unos efluentes alcalinos obtenidos a partir de un licor alcalino de extracción de uranio a partir de un mineral, después de la separación del uranio.

La composición del efluente tratado es la siguiente - - - - -

Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	.....	36,4	g/l
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	.....	17,9	g/l

NaOH .....	5,12 g/l
U .....	9 mg/l

La resina utilizada es la comercializada por la Sociedad ROHM & HAAS bajo la designación IR-120, cuya capacidad en miliequivalentes (meq) es próxima a 2. Los ensayos se realizan con una columna que tiene un volumen de 34 cm<sup>3</sup>, una altura de 21 cm y un diámetro de 1,5 cm. - - - - -

5.

Los ensayos se realizan haciendo percolar la solución a través de la columna de resina, a las velocidades de desplazamiento y a las temperaturas indicadas en la tabla siguiente. - - - - -

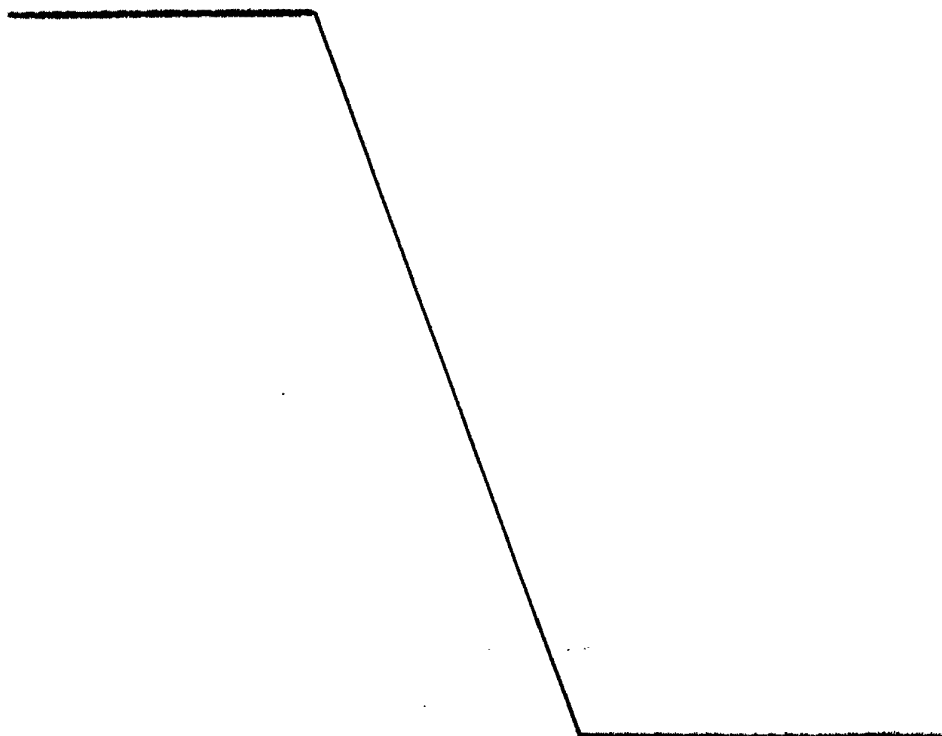


TABLA I

Ensayo nº	Velocidad de desplg. samiento	Temp. °C	Cantidad de $\text{Na}^+$ en mg en la resina	Valor en meq	Cantidad $\text{NH}_4^+$ en mg en el licor	Valor en meq
1	2,16 V/h	20	1.618	2,07	1.114	1,82
2	2,08 "	20	1.650	2,11	1.315	2,15
3	2,07 "	20	1.603	2,05	1.537	2,51
4	2,01 "	20	1.595	2,04	983	1,61
5	2,46 "	25	1.708	2,18	1.215	1,98
6	1,44 "	40	1.626	2,08	1.183	1,94
7	2,37 "	40	1.483	1,79	1.169	1,91

Media			1.603	2,05	1.218	1,99
-------	--	--	-------	------	-------	------

Separación tipo				0,12		0,283
-----------------	--	--	--	------	--	-------

5. Los resultados de esta tabla testimonian que una elevación de temperatura o una variación de la velocidad de desplazamiento, en unos límites estudiados, no modifican de forma sensible los resultados obtenidos. Los valores en meq dan testimonio de que la capacidad de intercambio de la resina es completamente utilizada por el procedimiento según la invención. - - - - -

Por adición a la solución de hidróxido de calcio a razón de 100 a 400 gramos por litro, se produce la preci-

pitación casi cuantitativa de los iones  $SO_4$  y  $CO_3$  de la solución en estado respectivamente de sulfato y de carbonato de calcio. - - - - -

5. Los iones fijados en la resina pueden a continuación ser eluidos completamente, como da testimonio la tabla de resultados siguiente, obtenidos haciendo pasar a través de la columna una solución que contenía de 70 a 150 gramos de carbonato de amonio por litro. - - - - -

TABLA II

Ensayo nº	Velocidad de elución V/h	Cantidad de $Na^+$ eluido	millequi valentes
1	1,05	1.673	2,14
2	1,09	1.692	2,16
3	2,58	1.728	2,21
4	1,79	1.723	2,20
5	2,01	1.722	2,20
6	1,52	1.720	2,20
7	2,03	1.747	2,33
Media		1.715	2,19
Separación tipo			0,031

Se constata que la capacidad de carga de la columna en iones amonio es también ligeramente superior al valor

5. anunciado por el fabricante. Asimismo, la velocidad de desplazamiento, que corresponde a un caudal de solución que puede alcanzar hasta 2,5 volúmenes de resina por hora, no influye de forma muy neta en la capacidad de regeneración de la resina. - - - - -

EJEMPLO 2: Tratamiento de un licor uranífero

El licor tratado presenta la composición siguiente: - - - - -

Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	40,1	g/l
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> .....	4,93	g/l
NaHCO <sub>3</sub> .....	7,47	g/l
Na <sub>4</sub> UO <sub>2</sub> (CO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> .....	5,76	g/l, o sea U = 2,53 g/l
No en forma de molibdatos .....	130	ppm.

10. La resina utilizada es la misma que en el ejemplo precedente. La misma presenta una granulometría de 297 a 1.190 micrones. Se utiliza con un volumen de 92 cm<sup>3</sup>, en una columna cuya altura es de 13 cm, y el diámetro de 3 cm. - - - - -

15. Se opera como en el ejemplo precedente y los resultados están expresados en la tabla III siguiente. - - -

**TABLA III**

No	Volumen de desplazamiento	Contenidos (mg/l)		
		Na en el licor	U en la resina	Mo en la resina
1	0,69	12.800	7	traza
2	1,25	21.900	5	"
3	1,81	28.000	4	"
4	2,35	16.400	4	"
5	2,89	8.550	1	"
6	3,41	3.730	1	"
7	3,91	1.560	<1	"
8	4,40	780	<1	"
9	4,89	330	<1	"
10	5,39	140	<1	"
11	5,89	90	<1	"
12	6,32	80	<1	"

5. El examen de los resultados muestra que la capacidad de carga de la resina en iones sodio no está alterada por la presencia de uranio. El contenido residual en uranio de la resina es de 11 mg por litro, lo que representa 0,06% de la cantidad de uranio que ha circulado. El molibdeno no es fijado. - - - - -

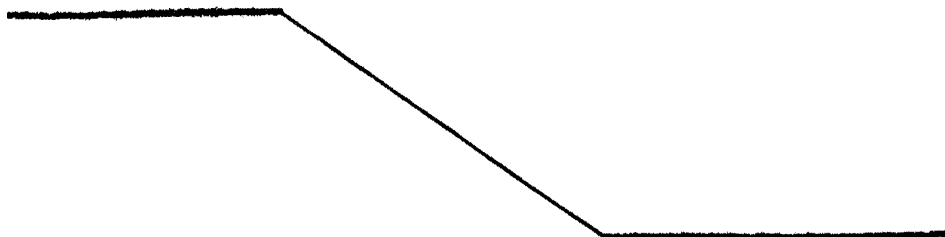
10. Se procede a la separación del uranio contenido en la solución eluida, por calentamiento de ésta y mantenimiento en ebullición durante 1 a 4 horas. La mayor parte del uranio se separa entonces por precipitación del licor en forma de diuranato de amonio. - - - - -

El licor residual puede entonces ser tratado como en el ejemplo precedente, para realizar la precipitación de los sulfatos y carbonatos residuales en estado de sulfatos y carbonatos de calcio. - - - - -

5. Como en el caso precedente, la resina puede ser regenerada por elución con una solución de carbonato de amonio a aproximadamente 100 g por litro. Se obtiene una solución de carbonato de sodio que, después de concentración por evaporación hasta la obtención de una solución que contiene entre 50 y 100 gramos por litro de carbonato de sodio, puede ser utilizada para el tratamiento de nuevas cargas de mineral uranífero. - - - - -
- 10.

15. Desde luego, y como resulta además de lo que precede, la invención no se limita en modo alguno a aquéllos de sus modos de aplicación y de realización que han sido más especialmente previstos sino que abarca, por el contrario, todas las variantes. - - - - -

20. A los efectos consiguientes se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las reivindicaciones que siguen. - - - - -



REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento de tratamiento de un licor alca-  
lino, que contiene a la vez iones sulfato e iones sodio, y  
más particularmente, unas sales de sodio industrialmente  
5. útiles, tales como carbonato de sodio, siendo este licor en  
particular del tipo del que se deriva de una lejía a base  
de carbonato de sodio, que ha servido para el ataque, en pre-  
sencia de un oxidante, de un mineral uranífero que contiene  
compuestos de azufre, con el fin de extraer del mismo el  
10. uranio en forma solubilizada, caracterizado por las etapas  
que constituyen: - - - - -
- a) la puesta en contacto de este licor con una resina in-  
tercambiadora de iones, catiónica, previamente puesta en  
forma de amonio, y la recuperación, cuando el intercambio  
15. de iones se ha realizado, de una solución en la cual las sa-  
les y complejos anteriormente de sodio han sido esencialmen-  
te transformados en sales y complejos de amonio, - - - - -
- b) el tratamiento ulterior del licor obtenido después de la  
eventual separación selectiva, en el caso preferido antes  
20. indicado, de los compuestos de uranio que pudiera contener,  
por un hidróxido de un metal tal como el calcio que permite  
la transformación del sulfato de amonio contenido en este  
licor en sulfato insoluble de este metal, particularmente  
de calcio, - - - - -

c) la elución de los iones sodio fijados sobre dicha resina intercambiadora de iones, por la puesta en contacto de esta última con una solución de una sal de amonio, cuyo anión es preferentemente el de la sal de sodio industrialmente útil inicial, tal como un carbonato. - - - - -

5.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la resina intercambiadora de iones utilizada está constituida por una resina catiónica sulfónica. -

3.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el licor inicial tratado está constituido por el efluente líquido obtenido a partir de la lejía alcalina de ataque del mencionado mineral, posteriormente a la separación a partir de ésta del uranio que contenía, particularmente por precipitación por el hidróxido de sodio. - - - - -

10.

15.

4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el licor inicial tratado contiene el uranio extraído del mineral, en estado solubilizado, el uranio contenido en la solución obtenida después de la puesta en contacto con la resina intercambiadora de iones, siendo selectivamente precipitado del medio, previamente al tratamiento del medio con hidróxido del mencionado metal, particularmente de calcio. - - - - -

20.

5.- Procedimiento según cualquiera de las reivin-

5. dicaciones 1 a 4, caracterizado porque esta separación se realiza por un tratamiento térmico apto para producir la descomposición del carbonato de amonio contenido en el licor y del complejo uranil-tricarbonato de amonio y porque se recoge el precipitado que contiene el uranio en estado de un óxido hidratado. - - - - -

10. 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se procede a la acidificación del medio con ácido sulfúrico en cantidad suficiente, y a temperatura suficiente, para transformar el complejo uranil-tricarbonato de amonio en un sulfato de uranilo soluble en el medio y para descomponer el carbonato de amonio, y porque se precipita a continuación el uranio en forma de uranato de magnesio, por adición de hidróxido de magnesio al medio. - - - - -

20. 7.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque la separación del sulfato de uranilo contenido en el medio se efectúa por extracción por medio de un solvente orgánico, particularmente organofosforado, tal como el ácido di(2-etilhexil) fosfórico. - - - - -

25. 8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque se intercala en un ciclo de tratamiento de un mineral uranífero, que contiene azufre en estado de sulfuros y de sulfatos, que comprende un ataque con una solución de carbonato de sodio en presen-

5. cia de un oxidante, con el fin de extraer de este mineral el uranio en estado solubilizado en un licor que contiene entonces carbonatos y sulfatos de sodio, siendo entonces este licor, antes o después de separación del uranio que contenía en el origen, sometido sucesivamente a las tres etapas a), b) y c), tales como las definidas en la reivindicación 1, siendo una parte por lo menos de la solución de carbonato eluida de la resina intercambiadora de iones, en el curso de la etapa c) siendo, si es necesario después de concentración previa, reciclada para el ataque del mineral. -

15. 9.- Procedimiento según las reivindicaciones 3 y 8 combinadas, caracterizado porque otra parte de la solución eluida de carbonato de sodio se somete a una operación de caustificación, particularmente por hidróxido de calcio, para producir hidróxido de sodio reciclado en la etapa de precipitación del uranio contenido en el licor alcalino de extracción que resulta del ataque del mineral. - - - - -

20. 10.- Procedimiento según la reivindicación 9, combinada con cualquiera de las reivindicaciones 5 y 6, caracterizado porque el amoníaco y el gas carbónico, producidos en el curso de la precipitación del compuesto de uranio fuera del medio, sirven para la fabricación de una parte por lo menos del carbonato de amonio utilizado para la elución ulterior de la resina. - - - - -

25. 11.- Procedimiento según cualquiera de las reivin

dicaciones 1 a 10, caracterizado porque el amonio, liberado cuando tiene lugar la precipitaci3n de los sulfatos en estado de calcio, es recuperado y sirve para la fabricaci3n de una parte por lo menos del carbonato de amonio utilizado para la eluci3n ulterior de la resina. - - - - -

5.

12.- "PROCEDIMIENTO DE TRATAMIENTO DE UN LICOR AL CALINO", - - - - -

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de veintidos hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

10.

MADRID - 6 FEB. 1973

P. A. M. CURELL SUÑOL

maf.