

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

6 NOV. 1978
6 NOV. 1978

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

ES

NUMERO	468628
FECHA DE PRESENTACION	7 ABR. 1978

A1

PATENTE DE INVENCION

60 PRIORIDADES:		
61 NUMERO	62 FECHA	63 PAIS
785.947	8 de abril de 1.977	EE.UU. de A.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	601B	
64 TITULO DE LA INVENCION		
Procedimiento para la extracción con disolvente del ácido fosfórico del proceso por vía húmeda,		
71 SOLICITANTE (S)		
FREEPORT MINERALS COMPANY.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
161 E.42nd Street, New York, New York 10017.		
72 INVENTOR (ES)		
Jay Charles Smith, Ronald Jules Manuel.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
GOMEZ-ACEBO.		

Esta invención se relaciona con la extracción con disolvente de ácido fosfórico del proceso por vía húmeda y, en particular, con la extracción por disolvente de ácido fósforo del proceso por vía húmeda en donde una porción sustancial del disolvente extractante empleado está constituida por compuestos orgánicos que tienden a formar impurezas o materias extrañas. La invención se relaciona específicamente con la extracción por disolvente del ácido fosfórico del proceso por vía húmeda, para la recuperación de valores de uranio por la denominada "técnica de separación reductiva".

El término "impureza o materia extraña" se utiliza normalmente para referirse a una capa interfacial espesa de material suspendido, semiflotable, que tiende a formarse, y de hecho se forma, durante determinadas operaciones de extracción con disolvente. Cuando las impurezas aparecen en el transcurso de estas operaciones, su formación viene asociada normalmente junto con sólidos particulados finos y con el disolvente orgánico utilizado para extraer el componente o componentes deseados. Los sólidos particulados finos entran normalmente en el proceso con una o ambas de las fases a poner en contacto. Por otra parte, se cree igualmente que los materiales formadores de impurezas entran en las operaciones de extracción con disolvente con las corrientes del proceso que frecuentemente han de ser utilizadas en algún punto u otro al objeto de proporcionar, por ejemplo, agentes de beneficiación, desespumantes y estabilizadores de fases.

En el caso de la extracción con disolvente del ácido fosfórico del proceso por vía húmeda, se cree que los materiales formadores de impurezas incluyen diversos compuestos sólidos, orgánicos o inorgánicos, tales como sulfatos, ácidos

grasos, sustancias húmicas, aminos de sebo, materiales silíceos, compuestos de hierro, compuestos de aluminio y otros. Aunque en la mayoría de los casos no se conoce de forma exacta o no se entiende totalmente la composición real y el mecanismo exacto por el cual se forman las impurezas, constituye un hecho establecido, sin embargo, que cuando se forman las impurezas, su presencia interfiere a veces con la separación de las fases en las unidades mezcladoras-decantadoras que normalmente se utilizan en estos procesos, y frecuentemente bloquean o interfieren de otro modo con la operación de la instalación de extracción. Con frecuencia, cuando el extractante orgánico utilizado es caro, siendo normalmente bastante caros, las pérdidas de extractante orgánico, debidas a la afinidad del extractante orgánico hacia los sólidos asociados con las impurezas, podrían ser de tal magnitud que la totalidad del proceso sería económicamente no factible.

Un ejemplo típico del proceso de extracción con disolvente que experimenta los problemas de formación de impurezas, es la extracción con disolvente de ácido fosfórico del proceso por vía húmeda y, en particular, los disolventes extractantes que como se sabe extraen selectivamente uranio y tierras raras del ácido. Ejemplos de tales extractantes selectivos son los ésteres fenílicos mono- y di-sustituídos de ácido ortofosfórico disueltos en diluyentes inertes y las mezclas sinérgicas de ácidos dialquilsfosfóricos y óxidos de trialquilsfosfina disueltos en diluyentes inertes. Los procesos de extracción que utilizan estos extractantes selectivos se describen, por ejemplo, en las Patentes USA Nos. 3.737.591 y 3.835.214.

Una forma de reducir al mínimo los problemas cau-

sados por la formación de impurezas en la extracción con disolvente del ácido fosfórico del proceso por vía húmeda es, naturalmente, evitar o reducir al mínimo la formación de las impurezas. Tal método para evitar o reducir al mínimo la formación de impurezas ha sido descrito en la solicitud USA No. de Serie 656.981, titulada "Método de tratamiento de ácido fosfórico para evitar la formación de impurezas durante la extracción con disolvente". Si bien este método produce resultados satisfactorios, necesita la instalación de un circuito de tratamiento químico antes de las etapas de extracción e introduce nuevas corrientes en el proceso que, naturalmente, han de ser manejadas de forma adecuada y controladas cuidadosamente al objeto de evitar una contaminación y deterioración posibles de las corrientes principales del proceso.

Otra forma de reducir al mínimo los problemas de formación de impurezas consiste en tratar el ácido fosfórico, antes de la extracción, con H_2O_2 . Esta técnica está proyectada para reducir al mínimo la formación de impurezas que se forman debido a la presencia de sustancias húmicas en el ácido. La técnica ha tenido éxito en ciertos casos, pero en otros ha fallado, debido aparentemente a que las sustancias húmicas no constituyen las únicas sustancias del ácido fosfórico que son responsables de la formación de impurezas.

La presente invención proporciona un procedimiento para tratar el problema de la formación de impurezas durante la extracción con disolvente del ácido fosfórico del proceso por vía húmeda, que comprende las etapas de:

1. Realizar las etapas de extracción con disolvente de modo que se forme una masa de impurezas en dichas etapas;

2. Separar al menos una porción de la masa de impurezas formada, junto con disolvente, de dichas etapas;

3. Separar el disolvente eliminado y la masa de impurezas entre sí por medio de clarificación; y

5 4. Someter la masa de impurezas separada en la etapa 3 a una etapa de separación de ácido, un lavado con agua y a un tratamiento cáustico, con lo cual el disolvente que permanece asociado con la masa de impurezas, después de la operación de clarificación, se recupera y recicla para la
10 re-extracción, con lo que los componentes de las impurezas se separan y purgan del sistema.

15 Constituye un objeto de esta invención, proporcionar una solución de los problemas asociados con la formación de impurezas durante la extracción con disolvente del ácido fosfórico del proceso por vía húmeda.

20 En particular, un objeto de esta invención es proporcionar un método para resolver los problemas de la formación de impurezas durante la extracción con disolvente de uranio y tierras raras del ácido fosfórico del proceso por vía húmeda.

25 Un objeto incluso más particular de esta invención es proporcionar un método para tratar los problemas de formación de impurezas de un proceso de extracción con disolvente para la recuperación de los valores de uranio del ácido fosfórico del proceso por vía húmeda, mediante la técnica de separación reductiva, cuyo método resuelve dichos problemas sin necesidad de un tratamiento químico antes de las etapas de
extracción.

30 Estos y otros objetos relacionados de la invención serán evidentes para los expertos en la materia, a partir

de la siguiente descripción.

La figura adjunta muestra un diagrama esquemático de un circuito para el tratamiento de impurezas según la presente invención, en combinación con la extracción con disolvente de ácido fosfórico del proceso por vía húmeda para la recuperación de uranio.

La modalidad preferida de la invención se ilustra en la figura y comprende la aplicación del presente método a la extracción con disolvente del ácido fosfórico del proceso por vía húmeda, para la recuperación de los valores de uranio por medio de mezclas sinérgicas de ácidos dialquilfosfóricos y óxidos de trialquilfosfinas disueltos en diluyentes inertes. Más específicamente, la modalidad preferida comprende la recuperación de uranio por extracción con disolvente del ácido fosfórico, mediante la denominada "técnica de separación reductiva", de la cual se describe a continuación una modalidad típica.

Con referencia a la figura, se alimenta ácido fosfórico diluido 1 (aproximadamente 30% en peso de P_2O_5), fabricado por el proceso por vía húmeda, al tanque de almacenamiento de ácido 2, en donde se une con ácido de reciclaje opcional 3 procedente de otras etapas del proceso. Desde el tanque de almacenamiento de ácido 2, la corriente de ácido 5 se introduce en las etapas de preparación de ácido 4, en donde se prepara para las siguientes etapas de extracción con disolvente. Las etapas de preparación del ácido incluyen una o más etapas de oxidación y una o más etapas de separación de sólidos. La corriente de ácido oxidada 7 que sale de las etapas de preparación de ácido 4, tiene su contenido en uranio oxidado desde el estado U^{+4} al objeto de prepararlo para la siguiente

operación de extracción, tal y como se explica más detalladamente en ORNL-TM-2522, "Solvent Extraction of Uranium from Wet-Process Phosphoric Acid", por F. J. Hurst et al., una publicación de la U.S. Atomic Energy Commission (ERDA), cuya descripción se incorpora aquí con fines de referencia.

Desde las etapas de preparación de ácido 4, la corriente acuosa oxidada 7 entra en contacto con las corrientes de reciclo 55, procedentes de las etapas de separación de ácido 24 y 59, del circuito secundario del proceso (no mostrado), para completar la corriente 25, la cual es un ácido con 30% de P_2O_5 , conteniendo aproximadamente 100-300 ppm, preferiblemente unos 150 ppm, de uranio, expresado como U_3O_8 . La corriente 25 se alimenta a las operaciones de extracción primaria en etapas múltiples 14 en donde se pone en contacto con una mezcla orgánica sinérgica 27 de ácido di(2-etilhexil)fosfórico (D2EHPA) y óxido de trioctilfosfina (TOPO), disuelta en un diluyente de tipo queroseno que fluye en contracorriente con la corriente oxidada de ácido. En las etapas de extracción primaria, la mezcla D2EHPA-TOPO extrae el uranio del ácido fosfórico, dejando por detrás la fase acuosa que contiene P_2O_5 (ácido extractado). La totalidad del ácido extractado 29 puede enviarse al ulterior procesado en otras etapas del proceso por vía húmeda, por ejemplo a los evaporadores de ácido, al objeto de su concentración, purificación y transporte a los consumidores, o bien el ácido extractado se puede dividir en una porción principal 31 que se envía al ulterior procesado, como antes se ha dicho, y una porción menor 33 que se utiliza para preparar el agente de separación para la técnica de separación reductiva. De este modo, y según una modalidad preferida, la corriente 33 se utiliza para separar el extractante

orgánico cargado de uranio 35 mediante su paso en primer lugar a través de una etapa de reducción 16 en donde se inyecta hierro divalente 37 para preparar la solución de separación reductiva 39. Como más abajo se explica, la corriente 41, que sale de la operación de extracción primaria en etapas múltiples 14, comprende frecuentemente no solo extractante orgánico cargado de uranio, sino también las impurezas formadas en las diversas etapas de la operación. Esta corriente se alimenta a la etapa de clarificación 22, en donde se separa, de la masa de impurezas, un extractante orgánico cargado de uranio, libre de impurezas, 35. El extractante orgánico 35 libre de impurezas se separa de sus valores de uranio mediante la técnica de separación reductiva en la operación de separación primaria de etapas múltiples 18, y el extractante orgánico separado 43, que sale de la operación de separación primaria, se mezcla con el extractante orgánico regenerado 45, cuya fuente se describe a continuación, para preparar la corriente orgánico 27, la cual se recicla entonces a la entrada de extracto, ácido conteniendo uranio 25, en las etapas de extracción primaria. La combinación de la extracción primaria de etapas múltiples con la operación de separación reductiva en etapas múltiples, en donde el ácido se extrae y separa en primer lugar, se denomina convenientemente circuito primario del proceso. El circuito secundario del proceso (no mostrado) implica la re-extracción del ácido fosfórico rico en uranio, preparado en el circuito primario, y la separación del nuevo extractante orgánico cargado con un agente de separación adecuado, normalmente una solución de carbonato amónico. De este modo, una corriente acuosa 47, de la operación de separación primaria 18, que comprende un ácido fosfórico cargado de uranio

que tiene un contenido en P_2O_5 próximo a 30% en peso, y un contenido en uranio de aproximadamente 7.000 ppm de U_3O_8 , se oxida con el oxidante 49 en la etapa de oxidación secundaria 20. El ácido oxidado, rico en uranio, 51, se re-extracta ulteriormente y el extractante se re-separa con el fin de recuperar el uranio. Una descripción detallada de la técnica de separación reductiva, incluyendo una descripción de la forma de funcionamiento del circuito primario y del circuito secundario, aparece en la Patente USA No. 3.737.513, titulada "recuperación de uranio a partir de un extractante orgánico mediante retro-extracción con H_3PO_4 ó HF", la cual cubre la técnica de separación reductiva.

El flujo de fondo 53 procedente de la etapa de clarificación se procesa, de acuerdo con el método de esta invención, en tres operaciones sucesivas: una etapa de separación de ácido, un lavado con agua y un tratamiento cáustico.

La etapa de separación de ácido 24 se efectúa sometiendo el flujo de fondo 53 a decantación. Para esta operación se puede utilizar cualquier instalación adecuada de decantación. Los decantadores convencionales resultan adecuados y pueden utilizarse una o más de estas unidades, si bien solamente es necesaria una de ellas. Igualmente, se ha encontrado que el flujo de fondo 55 obtenido de la operación de decantación es un ácido fosfórico diluído rico en valores de uranio, que se puede reciclar convenientemente a las etapas de extracción primaria para ser re-extractado. La operación de decantación separa y elimina ácido valioso que transporta (en forma de P_2O_5 acuoso libre) disolvente orgánico y materias extrañas o impurezas procedentes de las etapas de extracción primaria. La etapa de separación de ácido recupera la mayor

parte del P_2O_5 presente en la corriente 53.

5 El flujo superior o rebose 57 de la etapa de separación de ácido es una corriente constituida por extractante orgánico, impurezas y ácido y contiene aproximadamente 10-50% en volumen de disolvente, 10-70% en volumen de ácido y 10-30% en volumen de sólidos de impurezas. Esta corriente se lava ahora con agua 61 en dos etapas consecutivas 26 y 28 para separar y recuperar P_2O_5 que había permanecido incluido con las impurezas después de la etapa de separación de ácido.

10 Normalmente, el contenido en P_2O_5 de la corriente 57 es próximo al 10-20% en peso, mientras que el contenido de las impurezas lavadas 63 es inferior al 1% en peso. El P_2O_5 separado, en forma de la corriente de ácido diluido 67, se envía desde la operación de lavado con agua a otras etapas del proceso por

15 vía húmeda, por ejemplo a los evaporadores de ácido (no mostrados) para su ulterior procesado.

Desde la operación de lavado con agua, las impurezas lavadas 63 se conducen al tratamiento cáustico 30, en donde entran en contacto con una solución acuosa 69 de hidróxido sódico y carbonato sódico. La cantidad y concentración de cáustico utilizado en el tratamiento cáustico depende del

20 tipo de impurezas tratadas y del contenido en P_2O_5 de las impurezas. Si las impurezas tienen menos de 1 % en peso de P_2O_5 , se obtiene normalmente un tratamiento eficaz empleando una solución acuosa de 0,5 % de hidróxido sódico y 1 % de carbonato sódico en peso, con una relación de flujo volumétrico acuoso a orgánico (A/O) de 2,5/1 aproximadamente. Para lograr un tratamiento eficaz, la mezcla de impurezas y cáustico debe tener un pH final comprendido entre 4,5 y 11 aproximadamente,

25 con preferencia entre 6 y 9 aproximadamente. El tratamiento

30

5 cáustico tiene el efecto de separar los componentes sólidos de impurezas de la masa de impurezas y regenerar el disolvente orgánico. Los componentes sólidos de impureza separados se purgan del sistema como la corriente residual 71, mientras que el disolvente orgánico regenerado se recicla a las etapas de extracción primaria como la corriente 45.

10 Si bien el método de ésta invención está particularmente adecuado para la extracción con disolvente de uranio del ácido fosfórico del proceso por vía húmeda, mediante la técnica de separación reductiva y si bien, por conveniencia, la invención se ha descrito aquí en términos de su aplicación a un proceso de separación reductiva, debe entenderse que el método es aplicable igualmente a cualquier proceso de extracción con disolvente de ácido fosfórico del proceso por vía húmeda en donde se forman impurezas en la región de interfases existente entre el extracto y el refinato y que, en consecuencia, experimenta los problemas de un pobre desacoplamiento de fases, altas pérdidas de extractante orgánico, bloqueo de la instalación de extracción y cualquier otra desventaja asociada con la formación de impurezas en éstos sistemas. Ejemplos de otros procesos en los cuales se puede emplear el método de ésta invención, incluyen los descritos en las patentes USA Nos. 3.700.415, 3.437.454, 3.458.282 y 3.694.153.

25 La invención se describirá ahora más detalladamente con referencia a su aplicación a un proceso de extracción con disolvente para la recuperación de uranio de ácido fosfórico del proceso por vía húmeda mediante la técnica de separación reductiva. Los números asignados a las diversas operaciones y corrientes, son los ilustrados en el dibujo ad-
30 junto.

La primera etapa del método de la invención es la operación de las fases de extracción del disolvente de un modo que permita la formación de la masa de impurezas en éstas fases. Esto se lleva a cabo empleando simplemente un extractante disolvente, del tipo que tiende a formar impurezas, para 5
extraer el ácido y proporcionando un tiempo de retención suficientemente largo en los decantadores usados para desacoplar la fase orgánica de la fase acuosa de ácido fosfórico, al objeto de permitir que los componentes sólidos de impurezas 10
liguen un volumen significativo de disolvente. En la práctica, la formación de una masa de impurezas se presentará siempre que se utilice una operación convencional de extracción con disolvente en etapas múltiples para extraer con disolvente ácido con extractantes del tipo D2EHPA-TOPO, debido a que los 15
tiempos de retención en los decantadores empleados son siempre lo suficientemente largos (aproximadamente 20-30 minutos) para causar que los componentes sólidos de impurezas sean atrapados por el extractante, si bien los tiempos de retención más cortos en los decantadores, por ejemplo de 5-10 minutos, 20
se traducirán también en la formación de una masa de impurezas. En la operación de extracción primaria 14 de etapas múltiples de la figura, el ácido fosfórico que contiene uranio 25
se extrae en varias etapas de un contracorriente. Normalmente, se utilizan entre 3 y 6 etapas, pero podrían utilizarse más o menos etapas. Cada etapa consiste en un mezclador y un decantador y en cada etapa la fase acuosa de ácido llega a agotarse más en relación a su contenido en uranio mientras que la fase orgánica disolvente, que fluye en dirección opuesta, se enriquece más en uranio. A medida que se forman las 30
impurezas en la interfase de cada decantador, comienza a acu-

mularse, proporcionándose medios para separarlas del recipiente periódicamente.

La segunda etapa del método consiste en la separación de por lo menos una porción de la masa acumulada de impurezas, junto con disolvente, de las etapas de extracción. Es preferible separar las impurezas formadas periódicamente, después de permitir cierta acumulación, y por medio del método y aparato descritos en la solicitud de patente USA No. de serie 785.946, copendiente, titulada "Método y aparato para el tratamiento de impurezas de la extracción con disolvente", presentada en la misma fecha que la presente. Mediante dicho método, y con ayuda del aparato, las impurezas acumulada en cada decantador se hacen avanzar periódicamente de una etapa de extracción a la siguiente en una dirección concurrente con el flujo de la fase orgánica disolvente. Las porciones del disolvente se añaden junto con las impurezas cada vez que se lleva a cabo un ciclo de separación de impurezas. La descripción de éste método y aparato se incorpora aquí con fines de referencia. Empleando el método y aparato de la solicitud antes mencionada, se separan la masa de impurezas y el disolvente orgánico, abandonando la extracción primaria 14 de etapas múltiples por vía de la corriente 41. La composición de la corriente 41 variará, en función de la frecuencia y método de separación de impurezas empleado en las etapas de extracción. Justo después de haber realizado un ciclo de separación de impurezas, el contenido en impurezas de la corriente 41 podría ser tan elevado como de 40-50 % en volumen aproximadamente, siendo el resto disolvente orgánico rico en uranio (aproximadamente 40-60 % en volumen) y fase acuosa transportada (menos de 10 % en volumen). Por otro lado, y entre ciclos, la

corriente 41 estará constituida en su mayor parte de disolvente orgánico con una pequeña fracción de fase acuosa transportada. Ilustrativamente, la corriente 41 tiene un contenido en uranio de 200 ppm de U_3O_8 y un contenido en P_2O_5 inferior a 0,5 % en peso.

5

La tercera etapa del método comprende la separación entre sí del disolvente y masa de impurezas, por medio de clarificación. En consecuencia, la corriente 41 se alimenta a un clarificador grande o "espesador de impurezas", en la operación indicada por el número 22 de la figura adjunta. Entre ciclos, el rebose 35 de clarificador grande, presenta más del 95 % de la corriente 41; de hecho, y según una modalidad preferida, el rebose 53 de la operación de clarificación se ajusta a menos de 1 % del volumen de la corriente 41. En la etapa de clarificación, la fase acuosa transportada y la masa de impurezas se separan del resto del disolvente rico en uranio. De éste modo, y en función de si el proceso opera o no entre ciclos o durante un ciclo, el rebose 53 está constituido en su totalidad de ácido libre, totalmente de masa de impurezas o de cierta combinación de ácido libre de impurezas. Una composición típica de ésta corriente es la de 25 % en peso de P_2O_5 , 1 % en peso de sólidos de impurezas y 16 % en peso de disolvente, siendo el resto agua. Como ya se ha establecido, el rebose 35 se procesa mediante la técnica de separación reductiva en la operación de separación primaria en etapas múltiples 18.

10

15

20

25

Desde la etapa de clarificación, el rebose 53 avanza hacia la cuarta y última etapa del método de ésta invención, en donde se somete a tres operaciones consecutivas: una etapa de separación de ácido, un lavado con agua y un tra-

30

tamiento cáustico.

En la etapa de separación de ácido 24, el rebose 53 se deja simplemente decantar en un recipiente de decantación adecuado. Una vez realizada esta decantación, la fase acuosa de transporte, que contiene ácido fosfórico rico en uranio, se separa de la mezcla de impurezas/disolvente por gravedad y se extrae convenientemente de dicha operación como el flujo de fondo 55, el cual se devuelve a las etapas de extracción primaria para la recuperación del P_2O_5 y del uranio contenido en el mismo. El flujo de fondo 55 tiene normalmente un contenido en P_2O_5 próximo al 30 % en peso y un contenido en uranio de aproximadamente 100 ppm de U_3O_8 . El P_2O_5 separado de la corriente 53 en la etapa de separación de ácido 24, ha de ser aquél P_2O_5 que había sido transportado con la fase orgánica en forma de P_2O_5 acuoso libre, es decir el P_2O_5 que se presenta como ácido fosfórico acuoso. Una buena porción del P_2O_5 transportada no se encuentra en forma de ácido acuoso libre, sino que se arrastra con los componentes de impurezas de un modo que evita su separación de la corriente 53 por medio de una operación de decantación. La mayoría de éste P_2O_5 arrastrado se puede separar del material de impurezas por medio de una operación de lavado con agua que comprende al menos una etapa de mezclado y una etapa de decantación. La operación de lavado con agua libera y separa eficazmente el P_2O_5 de las impurezas y de éste modo permite la recuperación del P_2O_5 valioso y, al mismo tiempo, evita cualquier neutralidad sustancial del cáustico usado en el ulterior tratamiento cáustico. Así, desde la etapa de separación de ácido 24, la corriente 57 avanza hacia las dos etapas de lavado con agua 26 y 28 en donde se lava con agua 61.

Se utilizan dos etapas, empleándose el flujo de fondo 65 de la segunda etapa como medio de lavado para la primera etapa, tal y como se indica en la figura. La relación de flujos volumétricos acuosos a orgánicos (A/O) empleada en la operación
5 fr lavado, es con preferencia de 3/1 aproximadamente. Dicha relación no debe ser superior a 4/1 aproximadamente ni inferior a 1/1. El contenido en P_2O_5 del flujo de fondo 67 de la primera etapa 26 es de 4-7 % aproximadamente y el del rebose 73 de la etapa 26 es del 1 % aproximadamente.

10 Desde la segunda etapa de lavado 28, las impurezas lavadas 63, que tienen menos de 1 % en peso de P_2O_5 y con preferencia menos de 0,8 %, fluyen hacia el tratamiento cáustico 30. En el tratamiento cáustico 30, las impurezas lavadas se tratan con una solución acuosa de 0,5 % de hidróxido
15 sódico y 1 % de carbonato sódico, empleando una relación A/O de 2,5/1 aproximadamente. Tanto la relación A/O como la concentración de la solución cáustica pueden variarse en función del tipo de impurezas y su contenido en P_2O_5 . La concentración del hidróxido sódico en la solución cáustica acuosa deberá
20 ser de 0,2 a 2 % en peso, con preferencia de 0,5 aproximadamente, y la de carbonato sódico deberá ser de 0 a 3 % en peso, con preferencia del 1 % aproximadamente. Si no se utiliza carbonato sódico en la preparación de la solución cáustica, la
25 concentración de hidróxido sódico deberá ser del 1 % en peso aproximadamente o mayor. La relación A/O deberá ser superior a 1/1. Preferiblemente, debe emplearse una relación A/O del orden de 2/1 a 4/1 y más preferiblemente de 2,5/1. Para lograr un tratamiento eficaz, la mezcla de impurezas y cáustico
30 en el tratamiento cáustico 30, deberá tener un pH final comprendido entre 4,5 y 11 aproximadamente, con preferencia en-

tre 6 y 9 aproximadamente. El tratamiento cáustico se puede realizar en una sola etapa consistente en un mezclador y un decantador, o bien puede realizarse en dos o más etapas, consistiendo cada una de ellas en un mezclador y un decantador. Para regenerar eficazmente el disolvente solo es necesario una etapa, consistente en un mezclador y un decantador. El disolvente regenerado 45 se envía a las etapas de extracción del proceso, preferiblemente por vía de la corriente 27, que está constituida de disolvente regenerado 45 y disolvente separado 43 de las operaciones de separación primaria. El flujo de fondo 71 del tratamiento cáustico representa la fase acuosa que transporta los componentes de impurezas junto con la solución cáustica.

El mecanismo por el cual la solución cáustica regenera al disolvente no es del todo comprendido. No todas las bases fuertes regeneran al disolvente en el método de esta invención y las soluciones cáusticas que tienen más de 5 % aproximadamente en peso de hidróxido sódico no son todas eficaces en la regeneración del disolvente. Similarmente, las soluciones que tienen un contenido en sodio inferior al 0,8 %, expresado como Na_2O , no son todas eficaces para la regeneración. Si la solución cáustica contiene menos de 0,8 % de Na_2O en peso, el disolvente no puede ser regenerado. Entre otras cosas, una solución con un contenido en Na_2O inferior a 0,8 % causa aparentemente la disolución de ingrediente activo del extractante (disolvente) por el cáustico y, en función de la relación A/O y de concentración del disolvente orgánico, se pierden entonces grandes cantidades de disolvente valioso con la corriente residual 71, la cual saca a los componentes de impurezas fuera del sistema del tratamiento cáustico 30. Igual-

5 mente las soluciones cáusticas con concentraciones de hidróxi-
do sódico sustancialmente superiores al 5 % en peso aproxima-
damente, es decir 10-20 %, y las soluciones cáusticas con con-
centraciones de carbonato sódico sustancialmente superiores al
10 5 % en peso aproximadamente, es decir 10-20 %, no serán útiles
para la regeneración. Tampoco serán adecuadas para la regene-
ración las condiciones altamente básicas, es decir, un pH su-
perior a 11 aproximadamente, después de mezclar las impurezas
en el cáustico; las condiciones ligeramente ácidas serán úti-
les para la regeneración, pero ésta última no se presenta en
el caso de que el pH sea inferior a 4,5 aproximadamente.

15 La siguiente Tabla proporciona valores numéricos
típicos obtenidos en un proceso de separación reductiva al
cual se aplica el método de ésta invención. Los números de las
corrientes son los de las corrientes representadas en la figura.

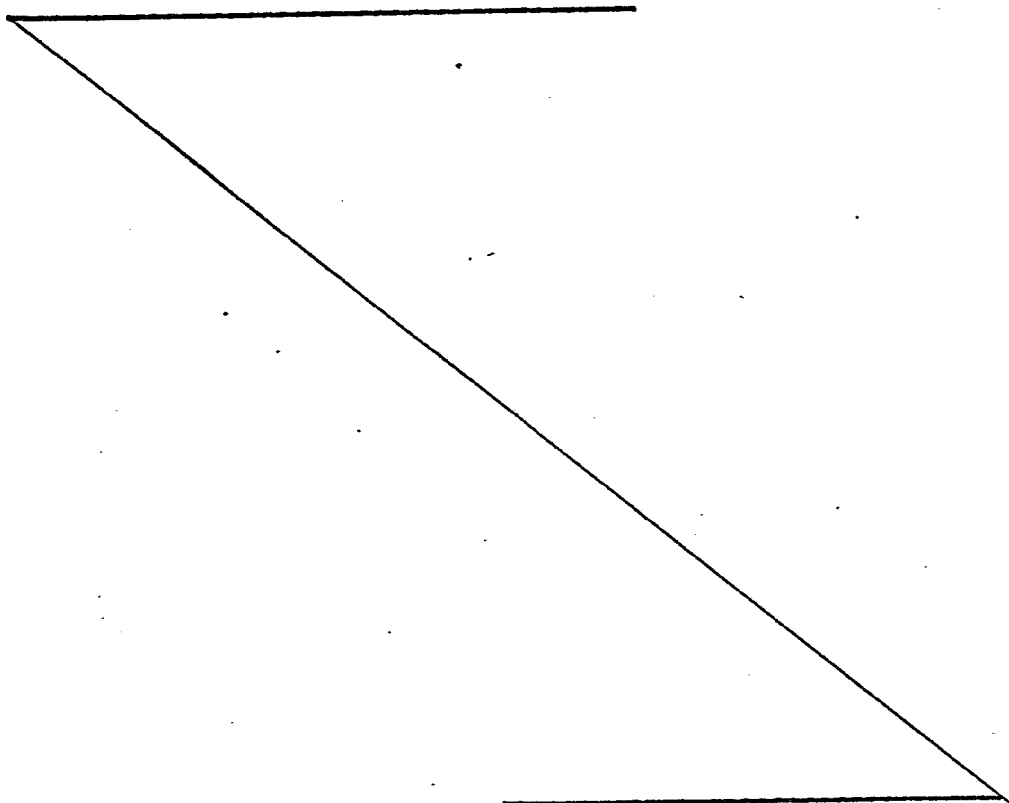


TABLA I

Corriente No.	Fase	Kg/min.	litros/ /min.	% P ₂ O ₅	ppm U ₃ O ₈	Temp. °C
25	A	5.741,1	4.347	29	148	58,9
27	O	4.112,5	4.895,1	nada	9	55,6
29	A	5.712,3	4.320,5	29	15	56,7
31	A	5,606,1	4.241,1	29	15	56,7
33	A	106,2	79,38	29	15	56,7
35	O	4.108,5	4.891,3	nada	194	58,9
39	A	107,5	80,5	28,6	15	58,9
41	O	4.140,9	4.929,1	0,2	193	58,9
43	O	4.108,0	4.891,3	nada	9	56,1
45	O	4,05	4,64	nada	9	40,6
47	A	108,4	80,5	28,2	7.000	57,2
53	Impurezas	32,4	26,46	25	95	58,9
55	A	18,0	13,41	29	105	57,8
57	Impurezas	14,4	12,81	19,8	105	57,8
61	A	42,03	42,33	0	0	30,6
63	Impurezas	12,19	12,81	0,6	23	43,3
65	A	42,3	42,33	1,0	1	42,8
67	A	44,5	41,95	6,3	5	42,8
69	A	32,4	32,13	0	0	30,6
71	A	40,5	41,58	0,18	6	42,2

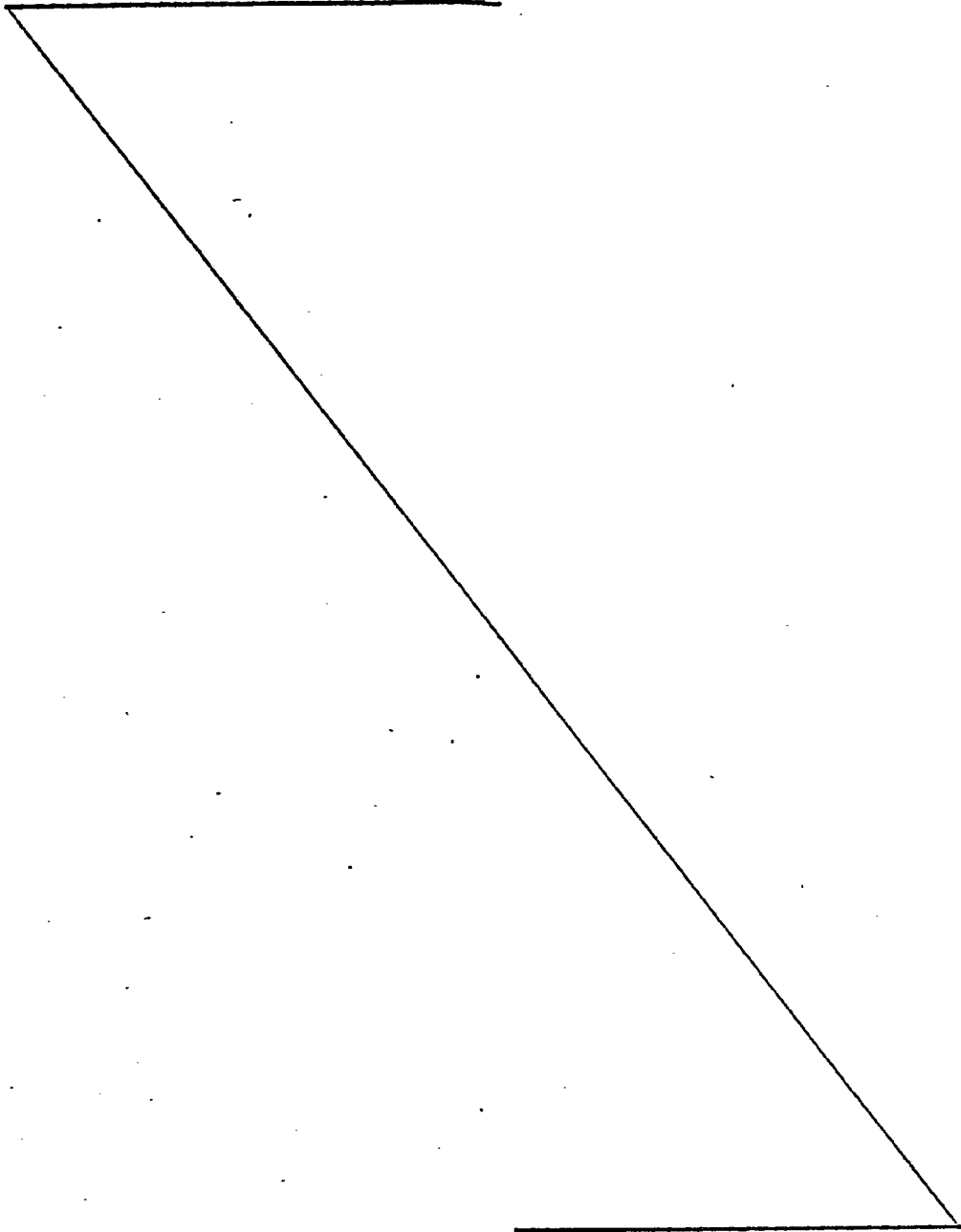
$$A/O \text{ en el lavado} = \frac{11,2}{3,39} = 3,3$$

$$A/O \text{ en el tratamiento cáustico} = \frac{8,5}{3,39} = 2,5$$

Concentración de cáustico: 0,5 % NaOH; 1 % Na₂CO₃.

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.

5



REIVINDICACIONES

5 1.- Procedimiento para la extracción con disolvente del ácido fosfórico del proceso por vía húmeda, que comprende tratar material formador de impurezas, semiflotable, caracterizado porque comprende las etapas de:

a) llevar a cabo las etapas de extracción con disolvente del procedimiento para permitir la formación del material de impurezas semiflotable;

10 b) separar al menos una porción del material semiflotable de impurezas, junto con una porción del disolvente, de dichas etapas; y

c) separar el disolvente eliminado del material semiflotable de impurezas.

15 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende además la etapa de reciclar el disolvente separado del material semiflotable de impurezas al proceso de extracción.

20 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la separación del disolvente del material semiflotable de impurezas comprende las etapas de:

a) clarificar el disolvente separado y el material semiflotable de impurezas, para separar de los mismos el material orgánico;

b) someter el flujo de fondo de la etapa de clarificación, a un proceso de decantación para separar ácido del mismo;

25 c) lavar el disolvente y el material de impurezas semiflotable para separar adicionalmente ácido de los mismos; y

d) someter el disolvente y el material de impurezas semiflotable a un tratamiento cáustico para separar el disolvente del material de impurezas semiflotable y regenerar dicho disolvente.

30

4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque comprende además la etapa de reciclar el disolvente separado y regenerado de nuevo a la extracción con disolvente del ácido fosfórico del proceso por vía húmeda.

5
5.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque la operación de lavado se efectúa en dos etapas.

10
6.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque el tratamiento cáustico comprende mezclar el disolvente y el material de impurezas semiflotable con una solución cáustica acuosa que contiene entre 0,2 y 2 % en peso de hidróxido sódico y entre 0 y 3 % en peso de carbonato sódico.

15
7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la solución cáustica acuosa contiene 0,5% en peso de hidróxido sódico y 1 % en peso de carbonato sódico.

8.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la relación de flujo volumétrico de la fase acuosa a la fase disolvente/impurezas es de 2/1 a 4/1.

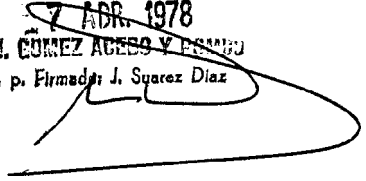
20
9.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la relación de flujo volumétrico de la fase acuosa a la fase disolvente/impurezas es de 2,5/1 aproximadamente.

25
10.- Procedimiento para la extracción con disolvente del ácido fosfórico del proceso por vía húmeda, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, e ilus-

trado en el dibujo adjunto.

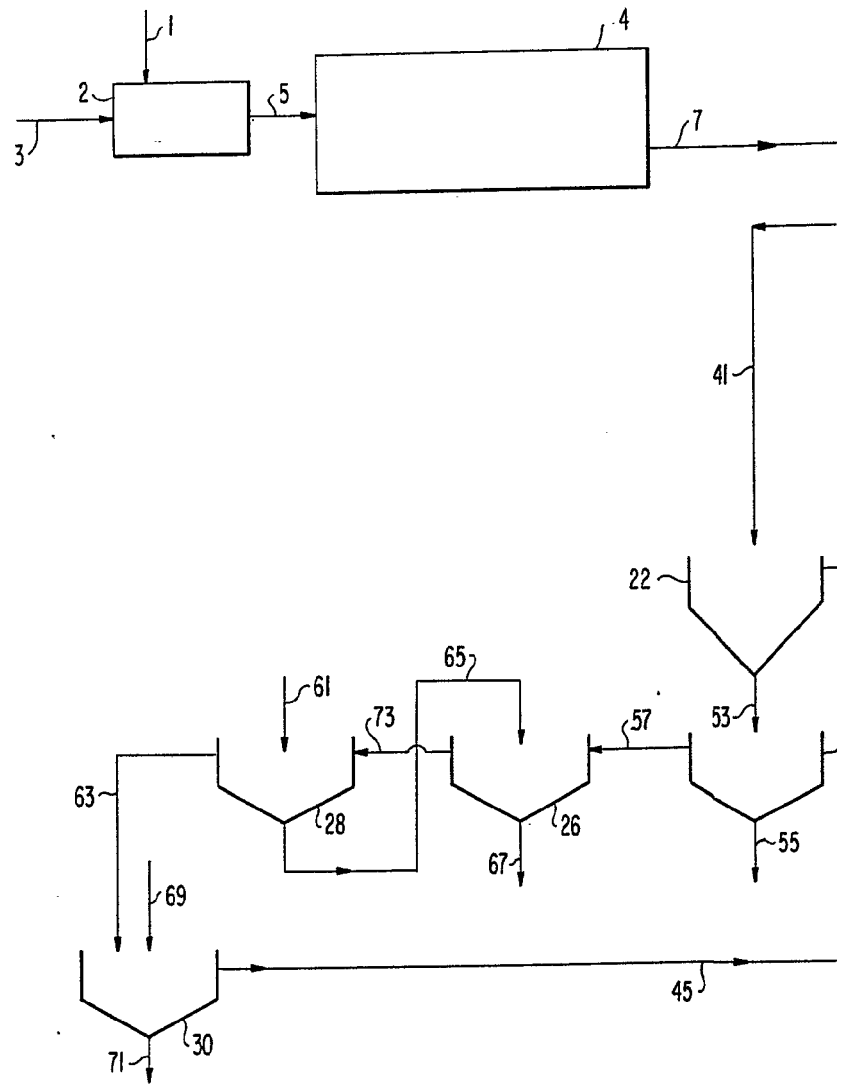
Esta Memoria consta de 22 hojas escritas a máquina por una sola cara.

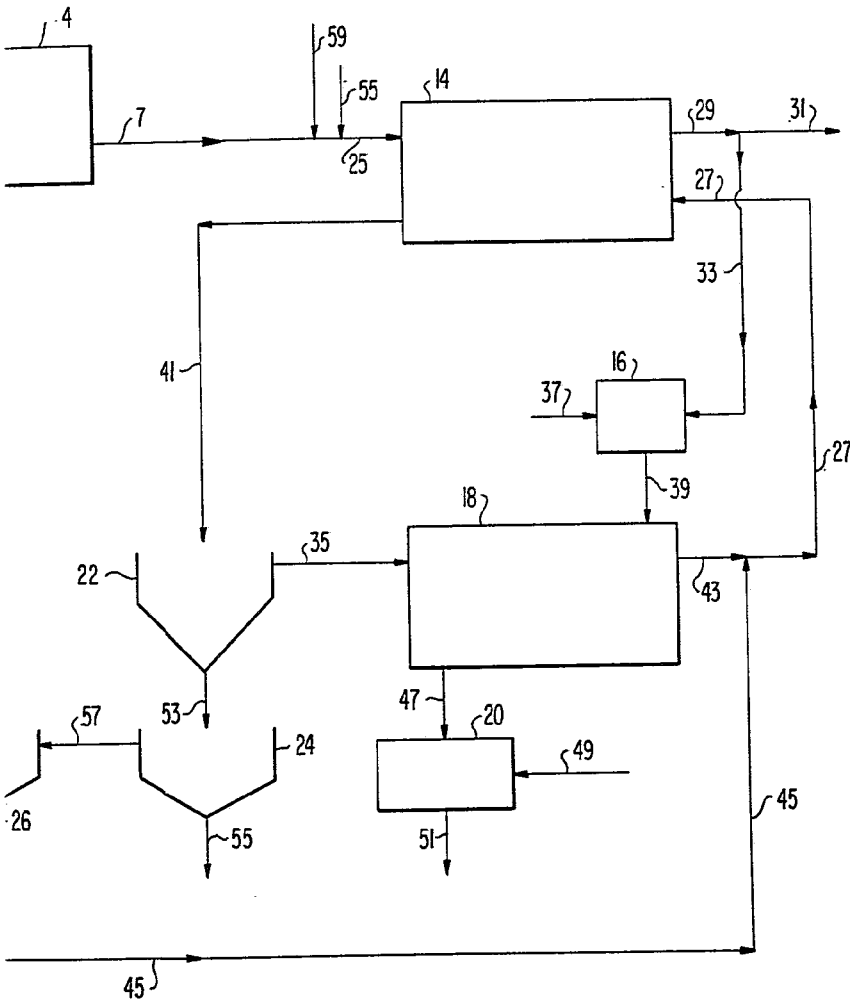
Madrid, 7 ABR. 1978
J. M. GÓMEZ AGUDO Y PRADO
p. p. Firmado: J. Suarez Diaz



5

FREEPORT MINERALS COMPANY





**ESPECIA
VARIABLE**
~~MAR 1978~~ 7 ABR 1978
D. DE LA INDUSTRIA QUIMICA
por el Firmado: I. Suarez, Director