



ESPAÑA

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

**PATENTE DE INVENCION**

471.423

(10) ES	(11) NUMERO	(12) A1
(21)	-4 JUL. 1978	
(22)	FECHA DE PRESENTACION	
	4	

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
P 77 20552	5.07.77	FRANCESA

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C22B / C01B	

(64) TITULO DE LA INVENCION

"PROCEDIMIENTO DE EXTRACCION DE URANIO A PARTIR DE ACIDO FOSFORICO DE VIA HUMEDA"

(71) SOLICITANTE (ES)

COMPAGNE GENERALE DES MATIERES NUCLEAIRES( COGEMA), S.A.  
APC-AZOTE ET PRODUITS CHIMIQUES, S.A.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

31-33, rue DE LA FEDERATION- 75015- PARIS( FRANCE)  
143, Route d'Espagne.-31053 TOULOUSE (FRANCIA), respectivamente.

(72) INVENTOR (ES)

D. ALAIN FRANCOIS Y D. ANGELO SIALINO, que han cedido sus derechos a la firma solicitante.-

(73) TITULAR (ES)

COMPAGNE GENERALE DES MATIERES NUCLEAIRES(COGEMA), S.A  
APC- AZOTE ET PRODUITS CHIMIQUES, S.A.

(74) REPRESENTANTE

D. JAIME ISERN CUYÁS, Abogado-Agente Oficial de Propiedad Industrial

## MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención tiene por objeto un procedimiento de extracción del uranio a partir de ácido fosfórico de vía húmeda.

5. El ácido fosfórico de vía húmeda es el ácido obtenido por ataque de los fosfatos naturales con ácido sulfúrico y más tarde separación del sulfato cálcico precipitado.

10. Los fosfatos naturales contienen por lo general cantidades de uranio del orden del 0,01 al 0,02% en peso. En el ataque con ácido sulfúrico, la mayor parte del uranio se disuelve y queda en el ácido fosfórico. Aunque la proporción del uranio en el ácido sea pequeña, los tonelajes de ácido fosfórico que se preparan en el mundo son elevados y es interesante recuperar el uranio.

15. Se conoce ya la extracción del uranio del ácido fosfórico con ayuda de un disolvente orgánico. En la patente de los EE.UU. No. 2 859 094 se describe el empleo de una mezcla de ácido dialquilfosfórico, en particular de ácido di(2-etil-exil)fosfórico, con un óxido de trialquilfosfina, en particular el óxido de tri-n-octil-fosfina, en solución en un disolvente orgánico no miscible con agua y no reactivo tal como el benceno, el n-heptano, el n-octano, y más especialmente una mezcla de hidrocarburos tal como el quereseno.

20. Para extraer el uranio del ácido fosfórico, se somete este último a una oxidación previa con el fin de llevar a la totalidad del uranio a su forma U VI. Acto seguido se pone el ácido fosfórico en contacto con el disolvente a fin de obtener una fase acuosa constituida por el ácido fosfórico desuranado y una fase orgánica constituida por el disolvente que contiene la mayor parte del uranio. La fase orgánica a continuación se lava casi siempre pues se trata para separar el

25.

30.

uranio.

5. En el informe ORNL-TM2522 de abril 1969 de F.J.Hurst publicado por Oak Ridge National Laboratory, se describe un procedimiento de extracción en el que se trata el disolvente orgánico cargado de uranio con una solución de amoníaco y una solución de carbonato de amonio. La solución de amoníaco se introduce preferentemente, en su mayor parte, en la primera etapa de reextracción y la solución de carbonato de amonio en la última etapa de un sistema de reextracción a contra-corriente. De esta forma se transfiere el uranio en forma de solución de uranilo tricarbonato de amonio en la fase acuosa y posteriormente el hierro extraído con el disolvente al mismo tiempo que el uranio, se separa en forma de un precipitado de hidróxido férrico en la fase acuosa.

10. El procedimiento descrito en el informe ORNL-TM - 2522 de abril 1969 de F.J. Hurst presenta numerosos inconvenientes. El disolvente amoniado contiene, en equilibrio con la fase acuosa, una cantidad de agua superior a la que contiene el disolvente no amoniado. En consecuencia, cuando se vuelve a tratar el disolvente amoniado en la etapa de extracción del uranio, el ácido fosfórico desuraniado obtenido queda contaminado por una cantidad importante de iones de amonio, lo que, salvo casos particulares, es un inconveniente para los empleos ulteriores del ácido fosfórico. Por otra parte, en presencia de ácido fosfórico, el disolvente cede su agua y al ácido desuraniado obtenido se diluye y por consiguiente debe concentrarse de nuevo.

25. Por otro lado, el procedimiento descrito no permite obtener más que un rendimiento del uranio que no es superior al 88%.

30. La presente invención se refiere a un perfecciona-

miento del procedimiento descrito en el informe del Oak R. National Laboratory que permite evitar la dilución del ácido fosfórico y su contaminación por los iones de amonio y que permite mejorar el rendimiento de uranio y ravalorizar los iones de amonio en forma de fosfatos comercializables.

5.

La presente invención se refiere a un procedimiento de extracción del uranio a partir de ácido fosfórico de vía húmeda, según el cual se trata el ácido, previamente oxidado con un disolvente orgánico constituido por una mezcla de ácido dialquil fosfórico, en particular el ácido di(2-etil - hexil)-fosfórico y de óxido de triaquilfosfina, en particular el óxido de tri-n-octilfosfina, en solución en un disolvente inerte no reactivo, con el fin de obtener el ácido fosfórico desuraniado y un extracto orgánico constituido por el disolvente conteniendo la mayor parte del uranio, más tarde se para el uranio del extracto en forma de uranil tricarbonato de amonio por reacción con el amoníaco y carbonato de amonio y se vuelve a tratar el extracto desuraniado en la etapa de extracción caracterizado por el hecho de que se trata el extracto en un aparato de reextracción que incluye al menos 2 etapas, preferentemente 3 etapas, que se introduce el extracto que hay que tratar al principio de la primera etapa, que al final de la primera etapa se introduce a contra-corriente amoníaco, en forma de gas o en solución acuosa, controlando el pH de la primera etapa con el fin de mantenerlo en un valor de 8,0 a 8,5, que se inyecta al final de la última etapa una solución acuosa de carbonato de amonio en cantidad - que representa el 50 al 80% de la cantidad estequiométrica necesaria para neutralizar el ácido dialquifosfórico contenido en el disolvente y transformar el uranio en uranil - tricarbonato de amonio, y por último se regenera el disolvente amoniado obtenido después de reextracción por tratamiento con

10.

15

20.

25.

30.

un ácido antes de pasarlo de nuevo a la etapa de extracción.

5. Se ha comprobado que actuando en las condiciones definidas anteriormente, se recuperan al menos un 95% del uranio contenido en el ácido fosfórico y se obtiene un ácido fosfórico desuraniado que no está ni diluido ni contaminado por iones de amonio.

10. Según la invención, la reextracción del uranio a partir del extracto orgánico se efectúa en paratos que incluyen al menos 2 etapas. En efecto, la presencia de al menos 2 etapas es necesaria para introducir separadamente la solución acuosa de amoníaco y la solución de carbonato de amonio. En efecto, algunas pruebas han mostrado que la adición simultánea de dos reactivos no permite una buena separación del hierro que se encuentra en el uranio o en el disolvente.

15. Prefentemente se utilizan tres etapas para obtener una buena regulación del conjunto, en particular de los caudales. En la primera etapa se introduce por una parte, la fase orgánica que hay que tratar, y el amoniaco en forma de gas o de solución acuosa y se extrae la fase acuosa enriquecida con uranico.

20. En esta etapa, el hidróxico férrico precipitado se separa por decantación. Finalmente se puede extraer en discontinuo o en continuo. En este último caso, se filtra el precipitado de hidroxido férrico y se vuelve a tratar la solución acuosa obtenida después de filtración en esta primera etapa del aparato de reextracción. En la tercera etapa se introduce el carbonato de amonio y se extrae la fase orgánica empobrecida de uranio. Si se utiliza un aparato de reextracción que incluye

25. de 3 etapas, se hace, se hace más difícil separar el hidróxido férrico precipitada de la fase acuosa que contiene el uranile tricarbonato de amonio.

30.

En la primera etapa se introduce el amoníaco o el amo-

niaco gaseoso a fin de mantener el pH a un valor comprendido entre 8,0 y 8,5. En efecto, se ha comprobado que con pH inferiores a 8,0 disminuye el índice de reextracción de uranio.

5. Se ha comprobado también que, en este caso, se desequilibra el circuito de reextracción, el uranio se concentra en la fase acuosa de la segunda etapa, lo que supone un empobrecimiento de la fase acuosa en la salida de la primera etapa. Así, por ejemplo, si se inyecta amoníaco en cantidad tal
10. que el pH sea igual a 7,5 en un aparato de reextracción para tratar un extracto orgánico que contiene 0,24g/l de uranio se obtiene una concentración de uranio de la fase acuosa de la segunda etapa de aproximadamente 500 veces superior a la de la fase acuosa de la primera etapa, que sólo alcanza 0,014g/l en lugar de unos 3,2g/l. Para pH superiores a 8,5 la cantidad de amoníaco utilizado aumenta sin que se observe ninguna
15. mejoría en el nivel de reextracción de uranio. En este caso se observa igualmente la formación de emulsiones, lo que hace difícil, y hasta imposible, la separación de las fases. Las soluciones de amoníaco utilizadas tienen una concentración molar de 6,5M a 7,5M.
- 20.

- El carbonato de amonio en forma de solución acuosa se introduce en la tercera etapa del aparato de reextracción. La cantidad de carbonato de amonio añadida se calcula de forma que la cantidad total de iones de amonio introducidos en
25. forma de carbonato represente del 50 al 80% de la cantidad estequiométrica necesaria para neutralizar el ácido dialquifosfórico contenido en el disolvente y transformar el uranio en uraniltricarbonato de amonio. El empleo de una cantidad de
30. carbonato de amonio superior al 80% de la cantidad estequio-

métrica conduce a una alcalinidad demasiado elevada en el aparato de reextracción, lo que provoca las perturbaciones anteriormente descritas para pH superiores a 8,5. La utilización de -- carbonato de amonio en cantidad inferior al 50% de la cantidad estequiométrica conduce igualmente a perturbaciones en el sistema que provocan un desequilibrio en el circuito que supone un empobrecimiento de uranio en la fase acuosa de la primera-  
5. etapa.

Según una característica importante del procedimiento, el disolvente amoniado que sale del aparato de reextracción se regenera por acidificación. El ácido utilizado puede ser el ácido sulfúrico o el ácido clorhídrico, pero se utiliza preferentemente una fracción del ácido fosfórico desuraniado que sale de la etapa de extracción. En el último caso, la regeneración se realiza añadiendo del 1 al 10% en volumen de ácido fosfórico desuraniado en el disolvente amoniado. Después de este tratamiento se obtiene, de una parte, una fase orgánica constituida por un disolvente que no contiene ya iones de amonio y que ha recuperado su contenido inicial de agua y, por otra parte, una fase acuosa que contiene una sal de amonio.  
10.  
15.  
20.

La invención se comprenderá mejor por la descripción que sigue del procedimiento según la invención esquematizada - en la figura 1 adjunta.

Preferentemente, el ácido fosfórico, tal como sale de la unidad de fabricación, es decir, un ácido que tiene una concentración igual o inferior al 35% y carente de materias sólidas en suspensión, se envía a una cubeta de almacenamiento(1). Este ácido contiene por lo general de 0,05 al 0,20 g/1 de uranio, de 2,0 a 5,6 g/1 de hierro y un máximo de 2g/1 de calcio.  
25.

El ácido se transfiere acto seguido a una cubeta (2) donde-  
30.

- se oxida a fin de poner la totalidad del uranio en la forma hexavalente (ion uranilo). Al mismo tiempo, el hierro pasa al estado trivalente (hierro férrico). Esta oxidación puede realizarse por cualquier método conocido, como por ejemplo por borboteo de aire o por adición de clorato o de agua oxigenada. Se utiliza preferentemente agua oxigenada porque su empleo permite una reacción rápida para un mínimo de reactivo. Por ejemplo, se emplea alrededor de 1,8 a 1,9 litros de agua oxigenada a 160 volúmenes por m<sup>3</sup> de ácido fosfórico.
- 5.
10. El ácido fosfórico oxidado se envía al extractor (3) donde es puesto en contacto, a contra-corriente, con un disolvente orgánico. Este último está constituido por una mezcla de ácido dialquifosfórico, en particular de ácido di(2-etilhexil) fosfórico con un óxido de trialkilfosfina, en particular tri-n-octilfosfina en solución en un disolvente no miscible en agua y no reactivo tal como el benceno, n-heptano, n-octano y, en particular, una mezcla de hidrocarburos tales como el quereseno. La relación en volumen del ácido fosfórico y el disolvente orgánico está comprendida preferentemente entre 1 y 10.
- 15.
20. La concentración de ácido di (2-etilhexil) fosfórico es casi siempre de 0,1 a 1 mol por litro de disolvente y la concentración de óxido de tri-n-octilfosfina de 0,025 a 0,25 mol por litro de disolvente.
25. La extracción se realiza a contra-corriente en cualquier aparato de tipo común, como un mezclador-decantador a una temperatura comprendida entre 25° y 65°C, preferentemente cerca de los 40°C. Esta temperatura corresponde a un mínimo de enfriamiento del ácido fosfórico que sale de las unidades de fabricación a una temperatura de unos 65°C. El ácido fosfórico desuraniado sale del exterior (3) por el conducto (3a).
- 30.

La mayor parte se envía al almacenamiento y una fracción se envía a una cubeta de adificación (6). El disolvente cargado de uranio y contaminado por iones metálicos, en particular por los iones férricos, se envía a una unidad de lavado (4) donde se elimina fundamentalmente. El agua de lavado entra a la unidad de lavado por el conducto (4b). El disolvente cargado de uranio y lavado pasa acto seguido a la unidad de extracción.

Según la invención, la unidad de reextracción (5) incluyendo preferentemente tres etapas. Esta unidad se esquematiza en la figura II adjunta. El disolvente cargado de uranio se introduce en la primera etapa de la unidad de reextracción por el conducto (5a) y circula acto seguido por gravedad. Igualmente se introduce en la primera etapa una solución de amoníaco o de amoníaco o de amoníaco gaseoso. El caudal de amoníaco o de amoníaco gaseoso se regula, por ejemplo, con la ayuda de una válvula de compuerta accionada por un medidor de pH, a fin de mantener el pH en un valor comprendido entre 8,0 y 8,5. En la última etapa del aparato de reextracción se inyecta una solución de carbonato de amonio o una mezcla de gas carbónica y de amoníaco gaseoso previamente disuelto en agua en cantidad aproximada de 50 al 80% de estequiometría tal como se ha definida anteriormente.

Cuando funciona la unidad de reextracción, el disolvente cargado de uranio y de hierro que se pone primeramente en contacto en el amoníaco se transforma poco a poco en una sal de amonio hidratada. La fase acuosa que se desplaza corriente se enriquece en uranio y en hierro formando el carbonato de amonio con el uranio el uranilo tricarbonato de amonio que queda en solución y precipitándose el hierro en forma de hidróxido. Este último se recoge en -

5. el aparato de reextracción, donde se separa por decantación de la fase acuosa. Se extrae en continuo o en discontinuo, se filtra y se vuelve a tratar la solución obtenida en la unidad de reextracción. La fase acuosa que contiene el uranilo tricarbonato de amonio sale de la unidad de reextracción por el conducto (5a).

10. El dibujo adjunto I permite seguir las fases finales del procedimiento objeto de la invención. El agente de extracción desuraniado que sale de la reextracción en forma de sal de amonio, es enviado por el conducto (5c) a una cubeta de acidificación (6) donde se introduce igualmente una fracción del ácido fosfórico procedente del extractor (3). El agente de extracción purificado que sale de la cubeta de acidificación (6) por el conducto (3c) se vuelve a enviar a la unidad de extracción. La descomposición de la sal de amonio del agente de extracción con la ayuda del ácido fosfórico lleva a la formación de fosfato de amonio comercializable. Este último puede separarse por cristalización, volviéndose a tratar las aguas madres obtenidas, preferentemente en la cubeta de acidificación (6),

20. La fase acuosa que contiene el uranilo tricarbonato de amonio en forma disuelta sale del reextractor (5) por el conducto (5d). El uranio se recupera de manera conocida bien en forma de óxido, bien en forma de uranato de sodio, según el tratamiento que se aplique a la solución de uranilo tricarbonato de amonio. Se obtiene, por ejemplo, el trióxido de uranio ( $UO_3$ ) sometiendo la solución de uranilo tricarbonato de amonio en un reactor a un barboteo de aire a temperatura comprendida entre 90-100°C durante unas seis horas.

25. Después de filtración, lavado con agua, secado a unos 120°C

30.

y calcinado a 400°C se obtiene el trióxido de uranio.

5. El uranato de sodio se obtiene por neutralización con sosa, a unos 80°C, de una solución de uranilo tricarbonato de amonio previamente desgasificado por barboteo de aire - hacia los 90°C para eliminar el gas carbónico y el amoníaco gaseoso. Se precipita el uranio por adición de hidróxido de sodio a la solución, actuando a 80°C durante 1 hora. Después de filtración y lavado con agua a 50°C se recoge el uranato sódico que más tarde se puede transformar en diuranato de amonio o en trióxido de uranio.
- 10.

#### EJEMPLO

15. 2,5 m<sup>3</sup> de una solución de ácido fosfórico procedente de un ataque sulfúrico de fosfatos y con una temperatura de 60°C se almacenan en la cubeta (1). Esta solución tiene una concentración de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 345 g/l, su contenido de uranio es de 0,06 g/l, y su contenido de hierro es de 1,91 g/l.

20. Los 2,5 m<sup>3</sup> de solución de ácido fosfórico están en la cubeta (2) a la temperatura de 40°C y se oxidan con ayuda de 4,5 litros de agua oxigenada a 160 volúmenes, de manera que todo el uranio pase al grado de oxidación +6, oxidándose en hierro férrico. La oxidación se termina con una agitación - en de la solución durante 6 horas.

El licor ácido así obtenido se transfiere a una temperatura de 40°C al extractor (3) a razón de 25,6 l/h.

25. El agente orgánico de extracción que circula en el conducto (3c) entra en el extractor a razón de 7,05 l/h. El agente orgánico es quereseno que contiene 0,5M de ácido di-(2-etilhexil) fosfórico y 0,125M de óxido de tri-n-octilfosfina. El extractor (3) está constituido por 5 etapas de mezcladores-decantadores.

30. El licor acuoso sale del extractor por el conducto(3a) con un caudal de 25,6 l/h, y 0,8 l/h se envían a una

cubeta de adificación (6) para regenerar el agente orgánico de extracción al término del ciclo de extracción. El agente orgánico de extracción que sale del extractor(3) por el conducto (3b) pasa a una unidad de lavado (4) de 2 etapas de mezcladores-decantadores, donde se eliminan ciertas impurezas, en particular los iones fosfóricos. El lavado se realiza a contra-corriente a una temperatura de 40°C, el caudal de las aguas de lavado será de 1,3 l/h, las aguas usadas salen de la unidad de lavado por la canalización (4b). El agente de extracción depurado y cargado con iones de uranio y férrico pasa al extractor (5) por el conducto (5a): este agente contiene 0,27 g/l de uranio y 0,350 g/l de hierro.

El reextractor (5) está constituido por 3 etapas de mezcladores-decantadores que funcionan a contra-corriente. El esquema adjunto II muestra el funcionamiento de esta unidad. La reextracción se realiza a una temperatura de 40°C. En el mezclador de la primera etapa, en el que entra el agente de extracción cargado a un caudal de 7,05 l/h, se introduce por el conducto (5b) una solución de amoníaco en cantidad tal que el pH sea igual a 8,5 en la primera etapa del reextractor: con este objetivo se utiliza una solución de amoníaco (7M) a un caudal de 0,22 l/h. Al mezclador de la tercera etapa del reextractor se envía por el conducto (5e) una solución de carbonato de amonio que tenga una concentración de 140 g/l a caudal de 0,9 l/h, lo que corresponde al 74% de la cantidad estequiométrica, tal como se ha definido más arriba. El agente de extracción desuraniado sale del reextractor (5) a un caudal de 7,60 l/h, siendo su concentración de uranio de 0,002 g/l. Este agente se introduce.

5. Este agente se introduce en el mezclador de adificación(6) por el conducto (5c) a fin de ser regenerado, entra en este mezclador a un caudal de 7,60 l/h y es tratado por una fracción de licor ácido procedente del extractor (3) por el conducto (3) por el conducto (3a), a un caudal de 0,80 l/h. El solvente regenerado sales del decantador de la etapa de acidificación (6) por el conducto (3c) a un caudal de 7,05 l/h.

10. En todas las etapas del reextractor y en particular en la primera etapa, se forma un precipitado de hidróxido de hierro (2,9 kg de precipitado húmedo para los 2,5 m<sup>3</sup> de ácido tratado).

15. Del reextractor (5), a través del conducto (5a), se extraen 0,55 l/h de fase acuosa conteniendo el uranilo-tricarbonato de amonio a razón de 3,55 g/l de uranio y el hierro decantado se extrae a intervalos regulares o en continuo, se filtra, y después la solución clara vuelve a pasar por la etapa.

20. Esta solución de uranilo-tricarbonato de amonio previamente clarificada y mantenida a 95°C en un reactor — bajo barboteo de aire durante 6 horas permite obtener, — después de filtración, lavado con agua, secado a 120°C y cocción a 400°C, un concentrado uranífero constituido por trióxido de uranio que contiene 142 g de uranio. —

25. Este concentrado no contiene más que 0,25% de hierro con relación al uranio.

30. El rendimiento global de uranio es del 95%.

N O T A

Hecha la descripción del presente invento se hace constar que esta solicitud que acoge a la prioridad de la solicitud francesa Nº 77 20552, depositada en 5 de julio de 1977, y - que se declaran como nuevas y de propia invención las reivindicaciones siguientes:

5.

1.- Procedimiento de extracción de uranio a partir de ácido fosfórico de vía húmeda, según el cual se trata el ácido - previamente oxidado con un disolvente orgánico constituido por una mezcla de ácido dialquilo fosfórico, en particular, el ácido di(2-etilhexil) fosfórico y de óxido de trialkilfosfina en particular el óxido de tri-n-octilfosfina, en solución en

10.

un disolvente inerte no reactivo a fin de obtener ácido fosfórico desuraniado y un extracto orgánico constituido por el disolvente que contiene la mayor parte del uranio, después se separa el uranio del extracto en forma de uranilo tricarbonato de amonio por reacción con el amoníaco y el carbonato de amonio, y se vuelve a tratar el extracto desuraniado en la etapa de extracción caracterizado por el hecho de que se trata el - extracto en un aparato de reextracción que incluye al menos -

15.

2 etapas, preferentemente 3 etapas, se introduce el extracto que hay que tratar al principio de la primera etapa, se introduce al final de la primera etapa a contra-corriente, amoníaco en forma de gas o en solución acuosa, controlando el pH de la primera etapa a fin de mantenerlo en un valor de 8,0 a 8,5, se inyecta al final de la primera etapa una solución acuosa de car-

25.

bonato de amonio en cantidad que represente del 50 al 80% de - la cantidad estequiométrica necesaria para neutralizar el ácido dialquilo fosfórico contenido en el disolvente y transformar el uranio en uranilo tricarbonato de amonio y se regenera el disolvente amoniado obtenido después de reextracción por

30.

tratamiento con ácido antes de devolver a tratar en la etapa de extracción.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se regenera el disolvente amoniado obtenido después de extracción por tratamiento con el ácido sulfúrico, clorhídrico o fosfórico.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el ácido fosfórico utilizado es una fracción del ácido fosfórico desuraniado que sale de la etapa de extracción.

4.- Procedimiento de extracción de uranio a partir de ácido fosfórico de vía húmeda.

Según se describe y reivindica en la presente Memoria que consta de 15 hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara y de 2 láminas de dibujos.

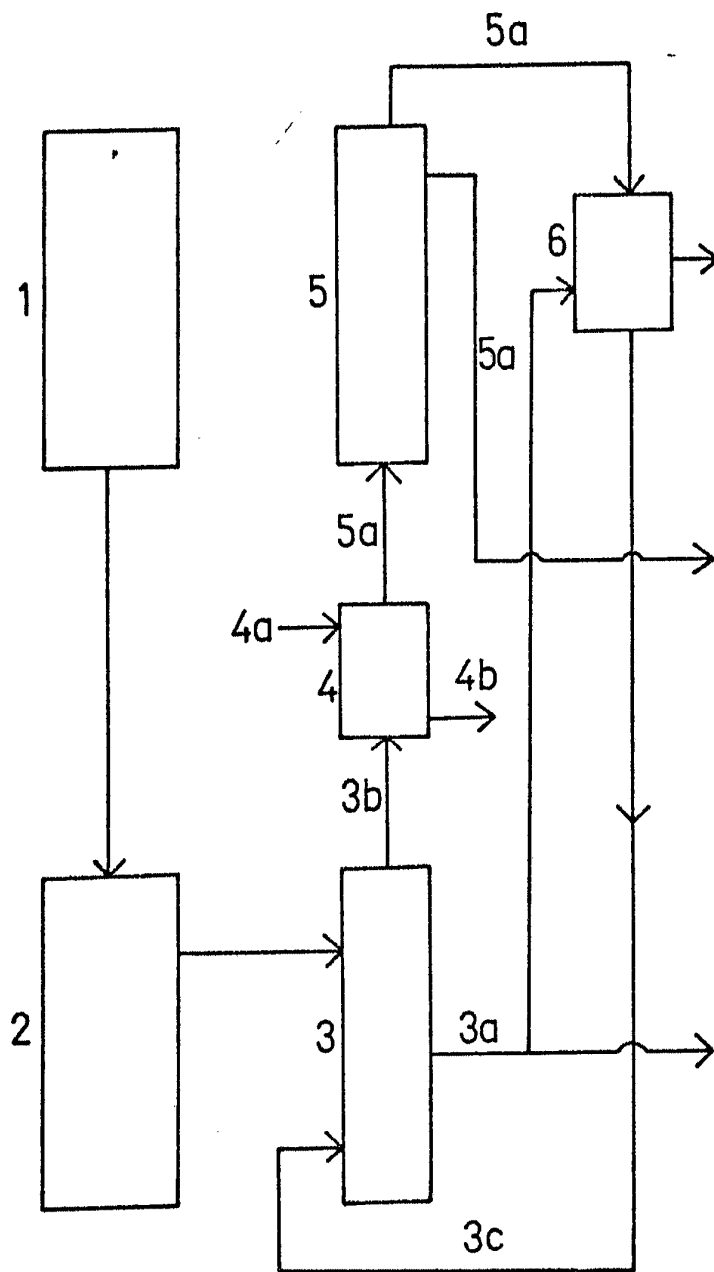
Madrid. a 4 Julio de 1.978

COMPAGNE GENERALE DES MATIERES NUCLEAIRES(COGEMA, S.A.  
APC-AZOTE ET PRODUITS CHIMIQUES, S.A.

p.a.

JAIMÉ ISERN  
p. p.

Firmado por JOSE F. NIETO



Madrid - 4 JUL. 1978  
FIG-1 JAIME ISERN  
p.p.

Firmado: JOSE F. NIETO

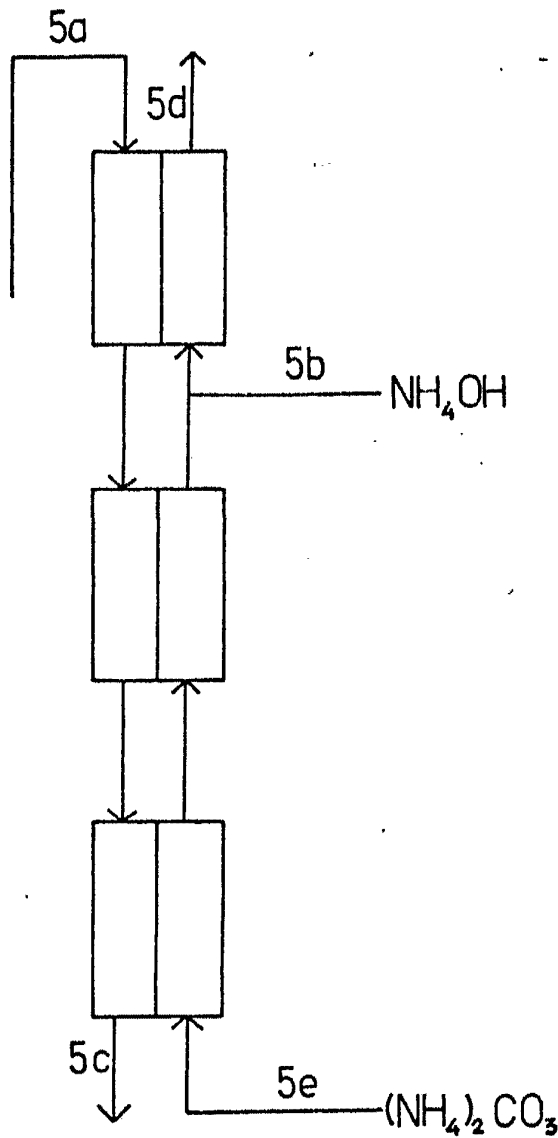


FIG: 2 Madrid - 4 JUL. 1978

JAME ISERN

p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO