



ESPAÑA

Concedida el día 19 de Diciembre de 1978 de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

ES	11	NUMERO	AT
	21	<b>487031</b>	
	23	FECHA DE PRESENTACION	

**PATENTE DE INVENCION**

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31	NUMERO			
		<b>80.676</b>	<b>19-Diciembre-1978</b>		<b>Luxemburgo</b>

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	63	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			<b>C22B 60/02</b>		

64	TITULO DE LA INVENCION
	<b>"PROCEDIMIENTO DE EXTRACCION DE URANIO DE ACIDO FOSFORICO".</b>

71	SOLICITANTE (S)	<b>Las Compañías Belgas:</b> <b>1.- METALLURGIE HOBOKEN-OVERPELT</b> <b>2.- SOCIETE DE PRAYON</b>
----	-----------------	---

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	<b>1.- 8, rue Montagne du Parc - BRUSSELS (Bélgica)</b> <b>2.- 16, Grad-Rue - FORET-TROOZ (Bélgica)</b>

72	INVENTOR (ES)	<b>1.- Achille DE SCHEPPER</b> <b>2.- Antoine VAN PETERSEM</b> <b>3.- Georges BELFAIRE</b> } <b>belgas.</b>
----	---------------	---

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE	<b>D. FRANCISCO GARCIA CABRERIZO</b> <b>Ref.: O.G. 36.114/EP</b>
----	---------------	--

La presente invención es relativa a un procedimiento de extracción de uranio de ácido fosfórico proveniente del ataque con el ácido sulfúrico de rocas fosfatadas uraníferas que comprende las fases de tratamiento siguientes:

5. - la puesta en contacto del ácido fosfórico con una materia adsorbente,
- la separación de las materias sólidas del ácido, y, como fase final,
- la puesta en contacto del ácido con un disolvente orgánico con vistas a la extracción del uranio.

Un procedimiento de extracción de uranio de este tipo es ya conocido por la "United States Defensive Publication T 971.006".

15. Según este procedimiento conocido la puesta en contacto del ácido con una materia adsorbente, por ejemplo tierra de batán o sílice, retira el ácido de los agentes ensuciadores. Estos agentes son materias carbonadas, que se encuentran en suspensión o en solución en el ácido fosfórico.
20. Proviene de impurezas orgánicas presentes en la roca fosfatada o de aditivos orgánicos utilizados en el curso de la elaboración de la roca fosfatada. Cuando se somete un ácido fosfórico, del que no se ha retirado estos agentes ensuciadores, a un proceso de extracción líquido-líquido para extraer del mismo el uranio, se forma entre la fase acuosa y la fase orgánica una capa interfacial, que los técnicos en la materia llaman "crud" y que da lugar a una difícil separación de las fases y a un rápido ensuciamiento de la instalación de extracción.
30. En tal procedimiento de extracción de uranio, im--

- porta además desaturar el ácido fosfórico antes de extraer -  
del mismo el uranio. En efecto, el ácido fosfórico proveniente  
te del ataque con el ácido sulfúrico de roca fosfatada está  
sobresaturado de compuestos inorgánicos, principalmente de -
5.  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (yeso) que normalmente se precipitan muy lentamente. Ahora bien, cuando se somete un ácido fosfórico, que no  
está desaturado, es decir un ácido en el que la precipitación  
de compuestos inorgánicos no ha cesado todavía, a una opera-  
ción de extracción líquido-líquido, la instalación de extrac-  
10. ción será manchada rápidamente de materias sólidas.

Según el procedimiento conocido antes citado se ob-  
tiene a la vez la retirada de los agentes ensuciadores del -  
ácido y su desaturación, antes de la extracción del uranio,  
agitando vigorosamente el ácido con tierra de batán o con sí-  
lice y dejando decantar seguidamente las materias sólidas. -

15. Según el ejemplo VI, dado en el expediente que es origen de  
la publicación antes citada, se obtiene utilizando tierra de  
batán después de 121 horas de decantación un ácido práctica-  
mente estable, es decir un ácido en el que la precipitación  
20. de sólidos prácticamente ha cesado. Este procedimiento de la  
técnica anterior presenta el inconveniente de exigir un tra-  
tamiento de larga duración del ácido fosfórico, antes de que  
este último pueda ser puesto en contacto con un disolvente -  
orgánico con vistas a la extracción del uranio.

25. El objetivo principal de la presente invención es  
proporcionar un procedimiento de extracción de uranio de - -  
ácido fosfórico del tipo antes citado, que evite el inconveniente  
antes mencionado del procedimiento de la técnica ante-  
rior.

30. A tal efecto, según la invención, se añade yeso al

ácido y se mantiene el ácido que contiene este yeso en movimiento durante al menos 15 horas aproximadamente antes de la puesta en contacto del ácido con la materia adsorbente, se trata el ácido por un floculante antes de separar del mismo las materias sólidas, y se aumenta la estabilidad del ácido, del que se ha separado las materias sólidas, ya sea calentándolo o bien diluyéndolo.

La adición de yeso al ácido y el mantenimiento en movimiento del ácido, conteniendo este yeso, durante al menos aproximadamente 15 horas así como el aumento de la estabilidad del ácido, del que se ha separado las materias sólidas, por calentamiento o por dilución son necesarios para que el contacto ulterior del ácido con el disolvente orgánico no provoque la formación de un molesto precipitado de compuestos inorgánicos finamente divididos.

El tratamiento del ácido por un floculante es necesario para que el contacto ulterior del ácido con el disolvente orgánico no provoque la formación de "crud".

La adición de floculante es igualmente necesaria para asegurar la separación rápida entre las materias sólidas y el ácido, lo que permite limitar los gastos de equipo. Esta separación puede ser efectuada en todo caso por filtración o centrifugación, pero, cuando hay que habérselas con un ácido, en el que los sólidos se decantan fácilmente, la separación puede ser efectuada por decantación.

En una forma de realización ventajosa de la invención, se efectúa la puesta en contacto del ácido con la materia adsorbente bajo agitación, antes del tratamiento del ácido por el floculante. El conjunto de las materias sólidas es entonces separado del ácido después del tratamiento del áci-

do por el floculante.

Según otra forma de realización ventajosa de la invención se efectúa la puesta en contacto del ácido con la materia adsorbente haciendo pasar al ácido, después de haber --  
 5. separado del mismo las materias sólidas, a través de un lecho de materia adsorbente.

Esta forma de realización es parcialmente útil cuando se utiliza una materia adsorbente costosa tal como el carbón activo, que es preciso regenerar con vistas a su reutili-  
 10. cación.

Hay que resaltar que es ya conocido por la solicitud de patente francesa nº 76 05359 un procedimiento para retirar materias orgánicas y el flúor del ácido fosfórico con vistas a la utilización del ácido purificado para la fabrica-  
 15. ción de tripolifosfatos alcalinos, fosfato bicálcico o abonos para alimentación. En este procedimiento, se mezcla con el ácido fosfórico a tratar una tierra de batán, se agita la mezcla durante un tiempo suficiente para permitir, de una --  
 parte la reacción del flúor con la tierra de batán y de otra  
 20. parte, la adsorción de las materias orgánicas del ácido sobre la tierra de batán, y se separa el ácido desfluorado al-  
 rificado de la tierra de batán utilizada ya sea por filtra-  
 ción o bien por decantación. A diferencia del procedimiento  
 de la presente invención, este procedimiento conocido no pre-  
 25. vé ni la saturación del ácido antes de añadir al ácido la materia adsorbente, ni el tratamiento del ácido por un flocu-  
 lante. Ahora bien, estas dos medidas son necesarias para pro-  
 ducir un ácido, del que puede ser extraído el uranio sin dificultades, es decir sin que haya formación de un precipita-  
 30. do y de "crud".

Hay que resaltar igualmente que es ya conocido por la patente francesa nº 1.294.872 el someter ácido fosfórico caliente, procedente del ataque con el ácido sulfúrico de roca fosfatada, a un tratamiento de desaturación y retirar al mismo tiempo las materias orgánicas de este ácido con vistas a la utilización del ácido purificado para la fabricación de orto-, piro- u otros fosfatos alcalinos. En este procedimiento, se añade yeso al ácido a tratar que se mantiene en movimiento durante dos horas a la vez que se enfría, y se añade tierra de batán al ácido en el curso de esta operación; la separación de las materias del ácido tratado se hace bien sea por decantación, o bien por filtración. A diferencia del procedimiento de la presente invención, este procedimiento conocido no prevé ni el mantenimiento en movimiento del ácido, que contiene yeso, durante por lo menos aproximadamente 15 horas, ni el tratamiento del ácido por un floculante. Ahora bien, estas dos medidas son necesarias para producir un ácido del que pueda ser extraído el uranio sin dificultades.

Por la solicitud de patente francesa nº 74 36218 es ya conocido el modo de retirar los agentes ensuciadores del ácido fosfórico obtenido por acidificación de un fosfato natural no calcinado, concentrar seguidamente por evaporación el ácido depurado y recuperar finalmente el ácido detergente a partir del ácido concentrado por extracción líquido-líquido del ácido.

En este procedimiento conocido se retira los mencionados agentes del ácido fosfórico tratando el ácido por medio de la sílice activada y un floculante y dejando decantar la mezcla obtenida, habitualmente durante aproximadamente 30. te 16 horas. A diferencia del procedimiento de la presente -

invención, este procedimiento conocido no prevé ni la adición de yeso al ácido ni el mantenimiento en movimiento del ácido durante al menos aproximadamente 15 horas antes de la puesta en contacto del ácido con la materia adsorbente.

5. Por la patente francesa nº 1.336.816, es ya conocido el clarificar y decolorar el ácido fosfórico obtenido por vía húmeda con vistas a la utilización del ácido depurado para la fabricación de fosfatos alcalinos sólidos. En este procedimiento conocido se trata el ácido a la vez por un agente
10. decolorante y por el yeso, estando constituido el agente decolorante por un reductor y/o por una materia adsorbente, --- y/o por un floculante. Según los ejemplos de esta patente, --- la presencia de un reductor, de un adsorbente, de un flocu-
15. lante y de yeso es necesaria para obtener una decoloración --- aceptable. Según estos mismos ejemplos, el tratamiento consiste en agitar el ácido con los aditivos antes mencionados durante aproximadamente 0,5 horas y en dejar decantar seguidamente los sólidos. A diferencia del procedimiento de la --- presente invención, este procedimiento conocido no prevé el
20. mantenimiento en movimiento del ácido, conteniendo yeso, durante al menos aproximadamente 15 horas. Además, este procedimiento conocido recomienda con insistencia poner en práctica un reductor. Ahora bien, la puesta en práctica de un re-
25. ductor en el procedimiento de la presente invención complica ría seriamente la extracción ulterior del uranio.

- Por la patente francesa nº 1.334.532 es ya conocido purificar el ácido fosfórico obtenido por vía húmeda con vistas a su utilización para fabricaciones ulteriores, tales como las de los fosfatos alcalinos o de abonos de altas gra-
30. duaciones. Este procedimiento conocido comporta en combina---

ción el enfriamiento y el mantenimiento en movimiento durante al menos dos horas del ácido resultante de la filtración de la papilla de ataque, combinados eventualmente con una adición de floculante y/o de una materia adsorbente y seguidos de una filtración. Según los ejemplos de esta patente, se mantiene el ácido en movimiento durante como máximo 6 horas. A diferencia del procedimiento de la presente invención, este procedimiento conocido no prevé ni la adición de yeso al ácido a tratar ni el mantenimiento en movimiento del ácido durante al menos 15 horas aproximadamente.

Finalmente es conocido por la solicitud de patente francesa nº 74 36062 desaturar y desfluorar el ácido fosfórico obtenido por vía húmeda concentrando el ácido, haciendo reaccionar al ácido concentrado con un oxidante orgánico y con sílice durante un período comprendido habitualmente entre 25 y 40 horas y a una temperatura que va con preferencia de 65 a 95°C, y enfriando seguidamente el ácido a la vez que se le mantiene en movimiento durante un período que va habitualmente de 25 a 50 horas. A diferencia del procedimiento de la presente invención, este procedimiento conocido no prevé ni la adición de yeso al ácido, ni la puesta en práctica de un floculante; por el contrario, exige una concentración previa del ácido y la puesta en práctica de cantidades sustanciales de oxidante.

La descripción que sigue de un modo de realización preferido del procedimiento de la invención, ilustrado por el esquema adjunto, permitirá comprender mejor la invención y sus peculiaridades. En dicho esquema las referencias numéricas corresponden a las siguientes leyendas:

- 1.- Papilla de ataque.
- 2.- Filtración.
- 3.- Torta.
- 4.- Filtrado.
5. 5.- Adición de yeso.
- 6.- Enfriamiento.
- 7.- Desaturación.
- 8.- Tierra de batán.
- 9.- Adsorción de materias orgánicas.
10. 10.- Floculante.
- 11.- Floculación.
- 12.- Filtración.
- 13.- Torta.
- 14.- Filtrado.
15. 15.- Calentamiento.
- 16.- Conversión  $U^{4+} \rightarrow U^{6+}$
- 17.- Oxidante.
- 18.- Extracción de U
- 19.- Disolvente orgánico.
20. 20.- Disolvente orgánico uranífero.
- 21.- Ácido fosfórico desuraniado.

Se trata ácido fosfórico obtenido por filtración de una papilla resultante del ataque por el ácido sulfúrico de roca fosfatada, estando constituida esta papilla esencialmente por una mezcla de ácido fosfórico y de yeso.

El ácido a tratar contiene normalmente de 28 a 32% aproximadamente en peso de  $P_2O_5$  y su temperatura está comprendida normalmente entre 40 y 65°C.

Se añade al ácido filtrado papilla de ataque introduciendo así yeso sólido en el ácido. La cantidad de papilla

de ataque añadida es con preferencia tal que el ácido contenga aproximadamente de 5 a 100gr. de yeso sólido por litro.

Se refrigera ahora el ácido hasta una temperatura de aproximadamente 25 a 30°C.

5. Se mantiene este ácido enfriado en movimiento, por agitación, durante aproximadamente 20 a 40 horas desaturando así el ácido.

- Se añade a continuación al ácido desaturado, que se continúa manteniendo en movimiento, tierra de batán. Tierra de batán o tierra decolorante es el nombre colectivo para las materias arcillosas, que presentan la propiedad de extraer colorantes de grasas, aceites y ceras. Estas materias arcillosas están constituidas principalmente por minerales del grupo de la montmorillonita. Este grupo comprende la bentonita, la nontronita, la beidellita y la hectorita. La montmorillonita presenta en el caso ideal la composición - - - -  $Al_2(OH)_2[Si_4O_{10}] + nH_2O$ . La cantidad de tierra de batán a poner en práctica y la duración de contacto entre la tierra de batán y el ácido fosfórico dependen evidentemente de la naturaleza y del origen del ácido fosfórico a tratar y del poder adsorbente de la tierra de batán utilizada. Estos parámetros pueden ser determinados fácilmente por vía experimental.

- Se obtiene normalmente excelentes resultados con una cantidad de tierra de batán que va de aproximadamente 2 a 20 gr. por litro de ácido y con una duración de contacto que va de aproximadamente 10 a 60 minutos. Importa que la duración de contacto entre la tierra de batán y el ácido no rebase 1,5 horas; de lo contrario, las impurezas orgánicas que han sido adsorbidas en la tierra de batán comienzan a desor-

berse.

Como tierra de batán, se puede utilizar el producto comercializado bajo la marca BENTONIT BW 100 por la firma SUD-CHEMIE A.G. de Alemania, o los productos comercializado

5. bajo las marcas BENTONIT CLARSOL WY y BENTONIT CLARSOL FFP2 por la firma OCEA de Francia. Estos productos son tierras de batán llamadas "no activadas".

Es sin embargo más ventajoso utilizar una tierra de batán llamada "activada", es decir una tierra de batán --

10. que ha sufrido un tratamiento ácido, tal como el producto comercializado bajo la marca TONSIL LFF 80 por la firma SUD-CHEMIE A.G. En efecto, en este caso debe ponerse en práctica sensiblemente menos tierra, lo que facilita posteriormente --

15. la separación por filtración, entre la tierra cargada de agentes ensuciadores y el ácido tratado. Además, dado que la tierra de batán activada ha sufrido ya un tratamiento ácido en el curso de su activación, el riesgo de contaminación del --

ácido fosfórico por la tierra de batán queda prácticamente --

excluido.

20. Antes de separar por filtración la tierra de batán cargada de agentes ensuciadores y las sustancias cristalizadas del ácido fosfórico tratada, se añade al ácido un floculante. Se puede utilizar cualquier floculante tradicional estable en los ácidos minerales concentrados. Son ejemplos de

25. tales floculantes las resinas polímeras de peso molecular -- elevado tales como las poliacrilamidas y los poliacrilonitrilos. Así es como se puede utilizar a título de floculante el producto comercializado bajo la marca SEDIPUR TF FEST por la firma BASF de Alemania, el producto comercializado bajo la --

30. marca SEPARAN NP-45 por la firma DOW CHEMICAL de los Estados

Unidos de América o el producto comercializado bajo la marca MAGNAFLOC-155 por la firma Benelux Colloid Inc.

La cantidad de floculante a emplear puede ser determinada fácilmente por vía experimental.

5. Se efectuará la floculación en dos etapas. En la primera etapa, se añade el floculante al ácido y se dispersa el floculante en el ácido bajo una fuerte agitación de corta duración, estando comprendida esta duración entre aproximadamente 20 y 60 segundos. En la segunda etapa se mantiene el floculante en dispersión en el ácido bajo una agitación mitigada durante al menos aproximadamente 10 minutos y con profrecuencia durante 15 a 20 minutos aproximadamente. Actuando así, se obtiene, para una cantidad de floculante dada, una velocidad de filtración óptima. Por agitación mitigada se entiende una agitación que baste para mantener a las materias sólidas en suspensión en el ácido.

Después de la floculación, se separa los sólidos del ácido por filtración, por ejemplo sobre un filtro de banda bajo vacío.

20. Se calienta el filtrado de manera que suba su temperatura algunos grados, por ejemplo de 5 a 10°C, se convierte el uranio tetravalente presente en el filtrado en uranio hexavalente por adición de un oxidante, por ejemplo de perhidrol (solución acuosa al 30% en volumen de  $H_2O_2$ ) y se extrae el uranio del filtrado calentado y oxidado con la ayuda de un extractante orgánico en sí conocido, constituido esencialmente por una solución de un ácido dialquilfosfórico y de un óxido de trialkilfosfina en un disolvente orgánico inerte no miscible con el agua.

30. Es particularmente ventajoso efectuar la extracción

- del uranio a una temperatura que va de 30 a 35°C aproximadamente, por-que la separación de las fases es difícil cuando se opera por debajo de aproximadamente 30°C y el coeficiente de reparto del uranio entre la fase orgánica y la fase acuosa es bajo cuando se opera por encima de aproximadamente 35°C.

5. Cuando se utiliza como materia adsorbente carbón activo, es preferible no poner en práctica este carbón activo antes de la floculación, sino hacer pasar al ácido desaturado, después de la floculación de los sólidos en él contenidos y la filtración, a través de un lecho de carbón activo.

#### Ejemplo 1

- Este ejemplo se refiere a la recuperación del uranio de 2 m<sup>3</sup> de un ácido fosfórico obtenido por ataque con el ácido fosfórico de un mineral fosfatado de Khourimba (Marruecos).

El ácido obtenido por filtración de la papilla de ataque contiene 31% en peso de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> y 1,6% de CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O (yeso) en solución. Este ácido se encuentra a una temperatura de 47°C y su contenido de uranio es de 160 mg/l.

20. Se añade al ácido 200 litros de papilla de ataque produciendo así ácido que tiene 90 gr/l de yeso en suspensión.
- Se refrigera el ácido hasta una temperatura de 25°C y se agita lentamente el ácido durante 24 horas (velocidad del agitador: 50 v.p.m.), se añade seguidamente al ácido
25. 4 gr. de TONSIL LFF 80 y se continúa agitando durante 30 minutos. Se añade finalmente 20 litros de una solución acuosa de MAGNAPLOC-155 a 0,5 gr. de MAGNAPLOC por litro. Se dispersa este floculante en el ácido agitando vigorosamente (velocidad del agitador: 120 v.p.m.) durante 30 segundos, después
30. de lo cual se mantiene el ácido en movimiento bajo agitación

mitigada (velocidad del agitador: 45 v.p.m.) durante 15 minutos.

5. Se filtra sobre un filtro de banda de  $0,75 \text{ m}^2$  bajo un vacío de 450 mm Hg y se obtiene una velocidad de filtración de  $2507 \text{ l/h/m}^2$  para una alimentación de  $43,5 \text{ l/m}^2$ .

Se calienta el filtrado hasta una temperatura de  $350^\circ\text{C}$  y se le añaden 480 cc de perhidrol para convertir el uranio tetravalente presente en el filtrado en uranio hexavalente.

10. Finalmente se separa el uranio del filtrado con la ayuda de un extractante orgánico constituido por una solución de 0,5 M de ácido di-(2-otil-hexil)fosfórico ( $\text{D}_2\text{EHPA}$ ) y de 0,075 M de óxido de trioctilfosfina (TOPO) en un diluyente alifático inerte ("ESCAID-110" de la Sociedad Esso Chemical  
15. Cy).

Se efectúa la extracción en contra-corriente en una batería de cuatro mezcladores-decantadoras. El caudal de la fase acuosa, es decir del ácido fosfórico uranífero ( $160 \text{ mg/l}$ ) es de 5 l/h, el de la fase orgánica, es decir del extractante, que se encuentra a la misma temperatura que la fase acuosa, es de 3,5 l/h. La separación de las fases es óptima; no hay formación de "crud" ni formación de un precipitado cualquiera. Se obtiene ácido fosfórico empobrecido en uranio ( $11 \text{ mg/l}$  de U) y una fase orgánica uranífera ( $213 \text{ mg/l}$  de U).  
25.

La recuperación ulterior del uranio de esta fase orgánica no es objeto de la presente invención, pero los especialistas saben que una vía interesante para efectuar esta recuperación consiste en eluir el uranio en condiciones reductoras de la fase orgánica con la ayuda de una solución  
30.

- acuosa de ácido fosfórico produciendo así una solución acuosa con alto contenido de uranio (por ejemplo 10 gr/l de U), en extraer el uranio en condiciones oxidantes de esta solución acuosa concentrada con la ayuda de un extractante constituido por una solución de  $D_2$ BEPA y de TOPO en un diluyente alifático inerte, y en eluir el uranio de este extractante por una solución acuosa de  $(NH_4)_2CO_3$ .

#### Ejemplo 2

- Se opera de la misma forma que en el ejemplo 1, ---  
10. con la excepción de que no se añade yeso al ácido obtenido por filtración de la papilla de ataque.

- Se comprueba que los mezcladores-decantadores utilizados para la extracción del uranio son manchados rápidamente de materias sólidas constituidas esencialmente por yeso.  
15. so.

#### Ejemplo 3

- Se opera de la misma forma que en el Ejemplo 1, ---  
con la excepción de que se mantiene el ácido, al que se ha añadido yeso, en movimiento durante 12 horas solamente.

20. Como en el ejemplo 2, se comprueba que los mezcladores-decantadores son manchados rápidamente de materias sólidas.

#### Ejemplo 4

- Se opera de la misma forma que en el ejemplo 1, ---  
25. con la excepción de que no se añade floculante después del tratamiento del ácido por la tierra de batán.

- La velocidad de filtración desciende a  $396 \text{ l/h/m}^2$ . El filtrado es turbio y contiene materias orgánicas en suspensión; hay formación de "crud" durante la extracción del uranio.  
30. uranio.

Ejemplo 5

Se opera de la misma forma que en el ejemplo 1, -- con la excepción de que se efectúa la extracción del uranio a 25°C.

5. Se comprueba que los mezcladores-decantadores son manchados de materias sólidas, más particularmente de yeso. Se comprueba, además, que las fases se separan difícilmente -- en los decantadores; para remediar este inconveniente se está obligado a reducir un 12% el caudal de los líquidos en --
10. los mezcladores-decantadores.

Ejemplo 6

Este ejemplo pone de manifiesto la incidencia de -- las condiciones de floculación sobre la velocidad de filtración.

15. El ácido a filtrar es el que se obtiene en el ejemplo 1 después del tratamiento con TONSIL LFT 80. La cantidad de ácido a filtrar es de 43,5 l/m<sup>2</sup>. El floculante utilizado es una solución acuosa de MAGNAFLOC-155 con 0,5 gr. de MAGNA FLOC por litro.
20. Se ha efectuado una serie de ensayos comparativos de floculación y de filtración sobre una célula filtrante de 1,15 dm<sup>2</sup>, en el curso de la cual se hace variar la cantidad de floculante puesto en práctica así como la duración de agitación mitigada (velocidad del agitador: 80 v.p.m.) después
25. de la dispersión del floculante en el ácido, siendo realizada esta dispersión por una agitación vigorosa (velocidad del agitador: 240 v.p.m.) durante 30 segundos. En cada ensayo, -- la filtración ha comenzado media hora después de la adición del floculante. El espesor de la torta de filtración es de 5
30. mm.

Los resultados de estos ensayos son consignados en la Tabla que sigue:

Tabla

	<u>Cantidad de floculante, en litros - por m<sup>3</sup> de ácido</u>	<u>Duración de agitación mitigada en minutos</u>	<u>Velocidad de filtración en l/h/m<sup>2</sup></u>
5.	0	0	435
	5	15	1087
	10	15	2088
	20	15	2372
10.	20	15	2237
	30	15	1044
	40	15	874
	20	0	363
	20	5	749
15.	20	30	2409
	20	30	2270

De esta Tabla, se desprende claramente que no importa solamente poner en práctica una cantidad apropiada de floculante (20 l por m<sup>3</sup>) de ácido en el presente caso, sino igualmente prever una duración suficiente de agitación mitigada (al menos 15 minutos en el presente caso). Ni que decir tiene que si se tuviese que reemplazar la agitación mitigada por una agitación vigorosa, se destruiría los copos reduciendo así gravemente la velocidad de filtración.

25. Por lo que precede se habrá comprendido que la presente invención ofrece un procedimiento único para la recuperación de uranio de ácido fosfórico. Se habrá comprendido igualmente que este procedimiento pueda ser fácilmente realizado en continuo.

30. Debe entenderse que la invención no se limita en -

manera alguna a los ejemplos descritos ni al esquema anexo.  
 Por ejemplo, la edición de yeso al ácido a desaturar puede -  
 realizarse después del enfriamiento del ácido, mientras que  
 la conversión del uranio tetraivalente en uranio hexavalente  
 5. en el ácido depurado puede hacerse antes del calentamiento -  
 de este último.

N O T A

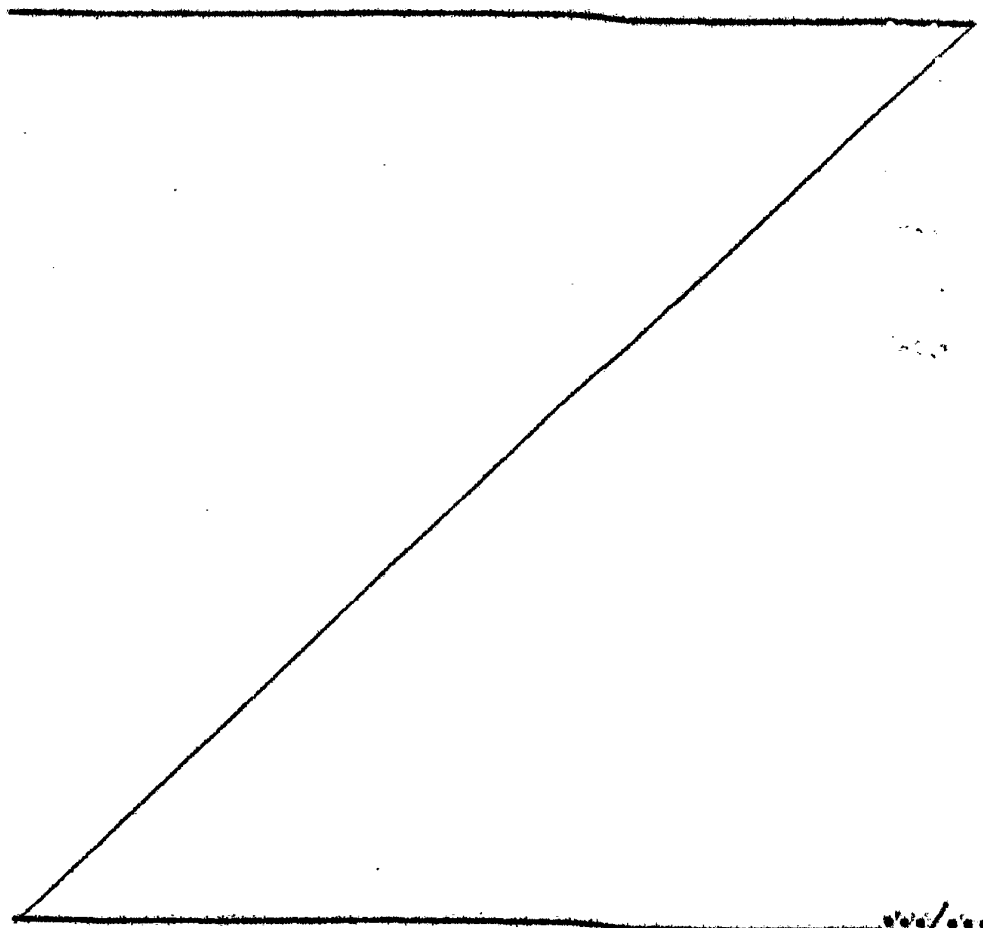
La Patente de Invención, que se solicita por vein-  
 te años para España, de acuerdo con la vigente Legislación,  
 10. deberá recaer sobre: "PROCEDIMIENTO DE EXTRACCION DE URANIO  
 DE ACIDO FOSFORICO", con Prioridad de la Solicitud de Paten-  
 te en Luxemburgo nº 80.676 de fecha 19 de Diciembre de 1978,  
 según las características esenciales de las siguientes:

15.

20.

25.

30.



REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento de extracción de uranio de ácido fosfórico, proveniente del ataque por el ácido sulfúrico de rocas fosfatadas uraníferas que comprende las fases siguientes de tratamiento:
5.     - la puesta en contacto del ácido fosfórico con una materia adsorbente,
- la separación de las materias sólidas del ácido, y, como fase final,
10.    - la puesta en contacto del ácido con un disolvente orgánico con vistas a la extracción del uranio, caracterizado porque se añade yeso al ácido y se mantiene el ácido que contiene este yeso en movimiento durante al menos 15 horas aproximadamente antes de la puesta en contacto del
15.    ácido con la materia adsorbente, se trata el ácido por un flocculante antes de separar del mismo las materias sólidas, y se aumenta la estabilidad del ácido, del que se ha separado las materias sólidas, bien sea calentándolo o bien diluyéndolo.
20.    2.- Procedimiento de extracción de uranio de ácido fosfórico, según la reivindicación 1, caracterizado porque se efectúa la puesta en contacto del ácido con la materia adsorbente bajo agitación, antes del tratamiento del ácido por el flocculante.
25.    3.- Procedimiento de extracción de uranio de ácido fosfórico, según la reivindicación 2, caracterizado porque se utiliza tierra de batán como materia adsorbente.
- 4.- Procedimiento de extracción de uranio de ácido fosfórico, según la reivindicación 3, caracterizado porque
30.    la duración de contacto entre la tierra de batán y el ácido

es inferior a 1,5 hora aproximadamente.

5. 5.- Procedimiento de extracción de uranio de ácido fosfórico, según la reivindicación 1, caracterizado porque se efectúa la puesta en contacto del ácido con la materia adsorbente haciendo pasar al ácido, después de haber separado de él las materias sólidas, a través de un lecho de materia adsorbente.

10. 6.- Procedimiento de extracción de uranio de ácido fosfórico, según la reivindicación 5, caracterizado porque se utiliza carbón activo como materia adsorbente.

15. 7.- Procedimiento de extracción de uranio de ácido fosfórico, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se añade de 5 a 100 gr. aproximadamente de yeso por litro de ácido.

8.- Procedimiento de extracción de uranio de ácido fosfórico, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se mantiene el ácido en movimiento durante 20 a 40 horas aproximadamente.

20. 9.- Procedimiento de extracción de uranio de ácido fosfórico, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se aumenta la estabilidad del ácido, del que se ha separado las materias sólidas, elevándolo a una temperatura que sea aproximadamente de 5 a 10°C más elevada que la temperatura a la que ha sido mantenido el ácido en movimiento.

30. 10.- Procedimiento de extracción de uranio de ácido fosfórico, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el tratamiento del ácido por un floculante consiste en dispersar el floculante en el ácido bajo una fuerte agitación de corta duración y en dejar --

obrar seguidamente al floculante durante al menos aproximadamente 10 minutos bajo una agitación mitigada.

5. 11.- Procedimiento de extracción de uranio de ácido fosfórico, según una cualquiera de las reivindicaciones -- precedentes, caracterizado porque se utiliza un disolvente -- orgánico constituido esencialmente por una solución de un -- ácido dialquifosfórico y de un óxido de trialquifosfina en un disolvente orgánico inerte no miscible con el agua.

10. 12.- Procedimiento de extracción de uranio de ácido fosfórico, según la reivindicación 9, caracterizado por -- que se efectúa la extracción del uranio a una temperatura -- comprendida entre 30 y 35°C aproximadamente.

13.- "PROCEDIMIENTO DE EXTRACCION DE URANIO DE ACI DO FOSFORICO".

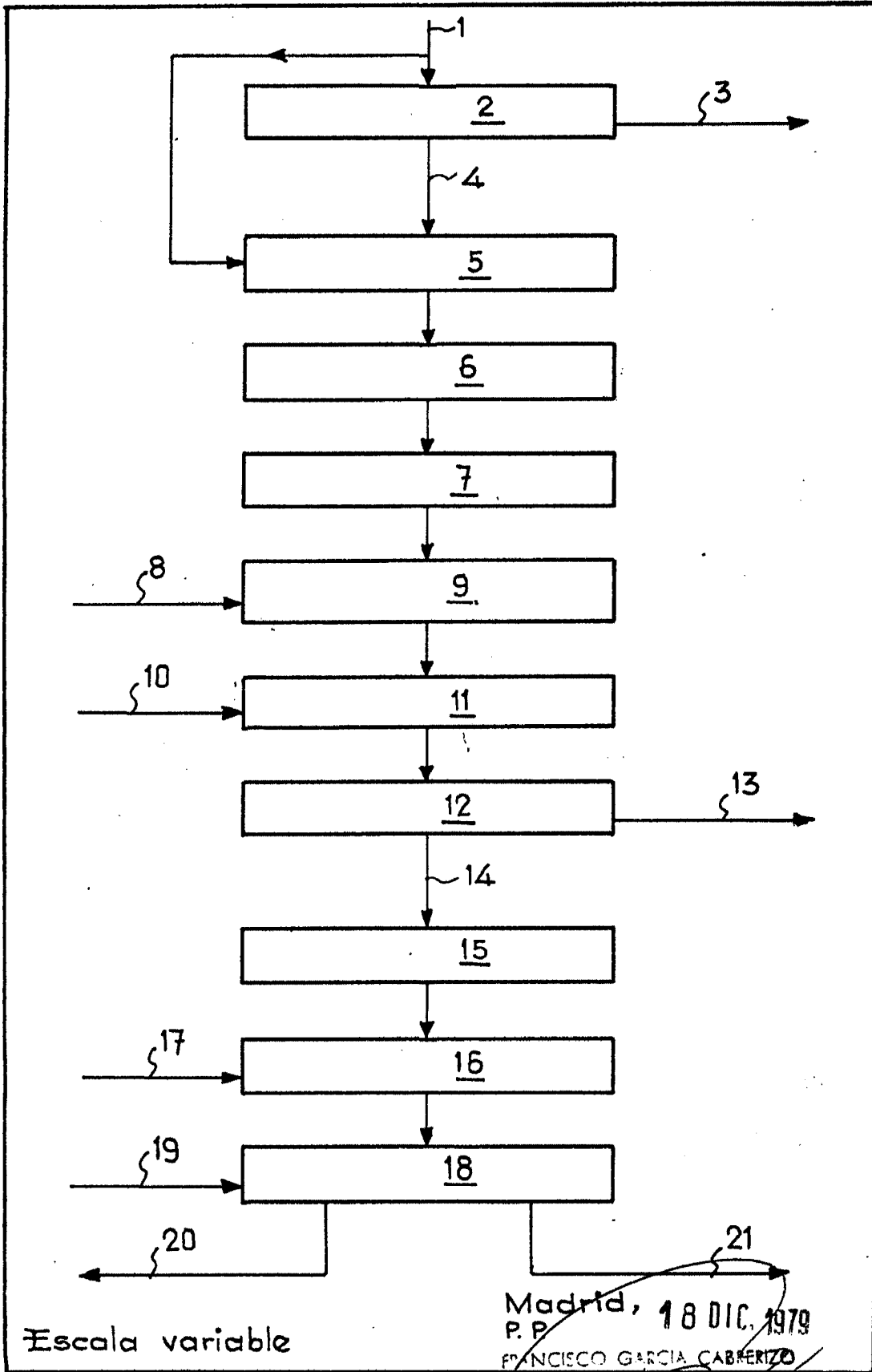
15. Según queda sustancialmente descrito en la presen- te Memoria que consta de veinte hojas, escritas a máquina -- por una sola cara y acompañada de dibujos.

Madrid, 18 DIC. 1979

1.- METALLURGIE HOBOKEN-OVERPELT  
2.- SOCIETE DE PRAYON

P.P. FRANCISCO GARCIA CABRERIZO  
P. P.

Firmado: M.ª Dolores Jerquera



Escala variable

Madrid, 18 DIC. 1979  
P. P.  
FRANCISCO GARCIA CABRERIZO  
P. P.

*[Handwritten signature]*  
Firmado: Mr. Dolores Jerquera