

(19) REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
Ministério da Indústria e do Comércio
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

PUBLICAÇÃO
PRIORITÁRIA

Int. Cl.³: CI. BR.:

(51) C 22 B 60/02
C 01 G 43/01

PUBLICAÇÃO DE PEDIDO DE PRIVILÉGIO

Número do depósito: Data do depósito:
(11)(21) PI 8004996 (22) 08/08/80
Data da publicação:
(43) 16/12/80 (RPI Nº 530)
Data da complementação da garantia de prioridade:

Prioridade unionista:
País: Número: Data

Título:

(54) Processo químico para recuperação dos valores de urânio contidos em lixívias fosfóricas.

Depositante:

(71) Empresas Nucleares Brasileiras S.A.-NUCLEBRAS.
(BR/RJ)

Procurador:

(74) Ayrton Sá Pinto de Paiva.

Desdobramento:

Inventor:

(72) Eugenio Lopes Henriques da Conceição, Mohammad Abdul Awwal e Solange Vaz Coelho.

- 1 -

Relatório Descritivo da Patente de Invenção de um "PROCESSO QUÍMICO PARA A RECUPERAÇÃO DOS VALORES DE URÂNIO CONTIDOS EM LIXÍVIAS MINERAIS FOSFÓRICAS".

5 A presente invenção relaciona-se a um processo de recuperação dos valores de urânio de lixívias minerais fosfóricas que permite obter concentrado de óxido de urânio ajustado às especificações de pureza exigidas pela comercialização deste produto.

10 A presença do urânio nos depósitos de rochas fosfáticas é um fato bastante conhecido. A proporção de urânio varia de depósito a depósito, mas geralmente ocorre na faixa de 40 a 200 ppm de U_3O_8 . Esta concentração é inferior aos teores utilizados nos complexos industriais de processamento convencional de minérios de urânio
15 porém, o enorme volume de rochas fosfáticas e a importância do urânio possibilitam o seu aproveitamento como sub-produto. Neste sentido, a recuperação do urânio contido em rochas fosfáticas e fertilizantes é alvo de intensivos estudos e desenvolveram-se diferentes processos objetivando a recuperação do urânio a partir do ácido fosfórico, superfosfato
20 simples, superfosfato triplo e fosfatos de amônio.

A presente invenção fornece um processo químico para obtenção e produção de concentrado de urânio de pureza comercial a partir de lixívias minerais
25 fosfóricas que apresentam aquele elemento em altas concentrações, utilizando a técnica de extração líquido-líquido com misturas sinérgicas de solventes fosfatados e envolvendo os seguintes estágios abaixo discriminados:

a) - ajuste do potencial de oxidação de tal maneira que a lixívia fosfórica apresente uma força eletromotriz final de + 100 a + 200 mV com relação a um eletrodo de Pt/Calomelano, a fim de assegurar que todo o urânio presente na lixívia esteja na forma reduzida.

b) - extração, devidamente controlada, dos valores de urânio, por meio de solução orgânica constituída de ácido octil-pirofosfórico (OPPA), de fosfato de tri-n-butila (TBP) e de um diluente orgânico inerte. A operação é efetuada em contra corrente, podendo-se utilizar um sistema contínuo de misturadores-decantadores.

c) - reextração oxidante dos valores de urânio com uma solução de ácido fosfórico com concentração igual ou superior à da lixívia inicial.

d) - diluição do reextrato, nos casos em que este não apresente uma concentração de P_2O_5 adequada a nova extração.

e) - extração, devidamente controlada, dos valores de urânio, por meio de mistura sinérgica composta de óxido de tri-octil-fosfina (TOPO) e ácido di-2-etil-hexil fosfórico (D2EHPA) em diluente orgânico inerte. A operação de extração é efetuada em contra corrente, podendo-se utilizar um sistema contínuo de misturadores-decantadores.

f) - lavagem da fase orgânica rica, visando a descontaminação de elementos indesejáveis como, por exemplo, o fósforo.

g) - reextração e precipitação do urânio sob a forma de tricarbonato de uranil e amônio, (TUA), utilizando-se como reextratante uma solução de carbonato de amônio.

h) - secagem e calcinação do precipitado obtido até a formação do concentrado final de óxido de urânio.

Como exemplo de aplicação do processo serão descritos, a seguir, resultados obtidos quando da recuperação do urânio a partir de lixívia mineral fosfórica proveniente da abertura química convencional de rochas fosfáticas com amostra do minério de Itataia, CE e de propriedade das Empresas Nucleares Brasileiras S.A. - NUCLEBRÁS.

A lixívia fosfórica foi inicialmente reduzida com ferro metálico até que a sua força eletromotriz (fem) atingisse valores compreendidos entre + 130 e + 180 mV medidos em relação a eletrodo de Pt/Calomelano.

A composição química da fase aquosa de trabalho é apresentada a seguir:

	P_2O_5	= 29%	CaO	= 0,16%
15	Fe_2O_3	= 1,2%	SO_4	= 1,48%
	Al_2O_3	= 1,3%	SiO_2	= 0,03%
	MgO	= 0,06%	U_3O_8	= 2,94 g/l

A fase orgânica para extração líquido-líquido do urânio era constituída de 10% OPPA, 10% TBP e 80% de querosene, volume a volume.

As condições operacionais para a extração foram as seguintes:

	Tempo de mistura	= 2 minutos
	Nº de estágios	= 6
25	Relação de vazões A/O	= 1,5/1
	Relação A/O no misturador	= 1/1

Ensaio contínuo, empregando a lixívia de composição química já relatada, forneceu uma fase orgânica contendo 4,4 g de U_3O_8 /l.

A reextração oxidante do urânio foi efetuada empregando-se ácido fosfórico a 45% P_2O_5 e como agente de oxidação uma solução a 30% de peróxido de hidrogênio.

As condições para a reextração foram as seguintes:

- Tempo de mistura = 5 minutos
- Nº de estágios = 4
- 5 Relação de vazões A/O = 1/5
- Relação A/O no misturador = 1/1

Como o reextrato aquoso apresenta um alto teor de P_2O_5 , tornou-se necessária a etapa de diluição para que a extração do 2º ciclo do processo fosse efetiva. Desta forma, efetuou-se a diluição do reextrato até se atingir o valor de 29% de P_2O_5 .

10 A extração do 2º ciclo foi realizada tendo como fase orgânica uma solução 0,5M de D2EHPA e 0,125M de TOPO em querosene, nas seguintes condições operacionais:

- Tempo de mistura = 5 minutos
- Nº de estágios = 3
- Relação de vazões A/O = 1/1
- Relação A/O no misturador = 1/1

20 A lavagem da fase orgânica carregada foi efetuada com água desmineralizada, nas seguintes condições:

- Tempo de mistura = 5 minutos
- Nº de estágios = 3
- 25 Relação de vazões A/O = 1/2
- Relação A/O no misturador = 1/1

A reextração e precipitação do urânio na forma de tricarbonato de uranil e amônio foi realizada utilizando-se uma solução 2M de carbonato de amônio, nas seguintes condições:

- Tempo de mistura = 5 minutos
- Nº de estágios = 2
- Relação de vazões A/O = 1/4
- Relação A/O no misturador = 1/1

- 5 -

O precipitado obtido foi fil
trado, secado por 2 horas a uma temperatura de 120°C e pos
teriormente calcinado a 500°C durante 3 horas, obtendo-se
um concentrado de óxido de urânio obedecendo as especifica
5 ções comerciais.

Um fluxograma resumido do pro
cesso, assim como o balanço de massas, encontram-se consoli
dados nas figuras 1 e 2.

- 1 -

REIVINDICAÇÕES

1) Processo químico para a recuperação dos valores de urânio contidos em lixívias minerais fosfóricas, caracterizado por permitir a produção de concentrado de urânio ajustado às especificações de pureza ditadas pela comercialização deste produto e compreendendo as seguintes etapas:

a) - ajuste do potencial de oxidação de tal maneira que a lixívia apresente uma fem final compreendida na faixa de + 100 a + 200 mV com relação a um eletrodo de Pt/Calomelano.

b) - extração devidamente controlada dos valores de urânio, utilizando-se de solução de éster do ácido octil pirofosfórico em diluente orgânico inerte.

c) - reextração dos valores de urânio por meio de solução aquosa de ácido fosfórico, com adição de um oxidante, como por exemplo o peróxido de hidrogênio.

d) - diluição do reextrato aquoso, nos casos em que este não apresente uma concentração de P_2O_5 adequada a nova extração.

e) - extração dos valores de urânio, utilizando-se de solução com mistura sinergística de ácido di-2-etil-hexil fosfórico e de óxido de tri-octil fosfina em diluente orgânico inerte.

f) - reextração alcalina e precipitação do urânio sob a forma de tricarbonato de urânio e amônio, através de solução aquosa de carbonato de amônio.

- 2 -

g) - lavagem, secagem e calci
nação do precipitado para obtenção do concentrado final de
óxido de urânio.

2) Processo químico para a re
5 cuperação dos valores de urânio contidos em lixí
rais fosfóricas, como o reivindicado na reivindicação 1,
caracterizado pela modificação da solução de extração do
1º ciclo através da adição de um composto fosforado, como
por exemplo o fosfato de tri-n-butila, para estabilização
10 do éster do ácido pirofosfórico.

3) Processo químico para a re
cuperação dos valores de urânio contidos em lixí
rais fosfóricas, como o reivindicado nas reivindicações 1
e 2, caracterizado pela substituição da solução reextratan
15 te fosfórica por soluções aquosas nítricas, fluorídricas,
sulfúricas ou amoniacaais.

4) Processo químico para a re
cuperação dos valores de urânio contidos em lixí
rais fosfóricas, como o reivindicado nas reivindicações 1,
20 2 e 3, caracterizado pela lavagem dos solventes carrega
dos, com soluções ácidas antes da reextração do urânio.

5) Processo químico para a re
cuperação dos valores de urânio contidos em lixí
rais fosfóricas, como o reivindicado nas reivindicações 1,
25 2, 3 e 4, caracterizado pela utilização de apenas 1 (um) ci
clo de extração/reextração.

6) Processo químico para a re
cuperação dos valores de urânio contidos em lixí
rais fosfóricas, como o reivindicado nas reivindicações 1,
30 2, 3, 4 e 5, caracterizado por serem conduzidas em contra
corrente as etapas de extração, de lavagem das fases orgã
nicas e de reextração, em 1 (um) ou mais estágios, utili
zando-se de sistemas contínuos de misturadores-decantado
res.

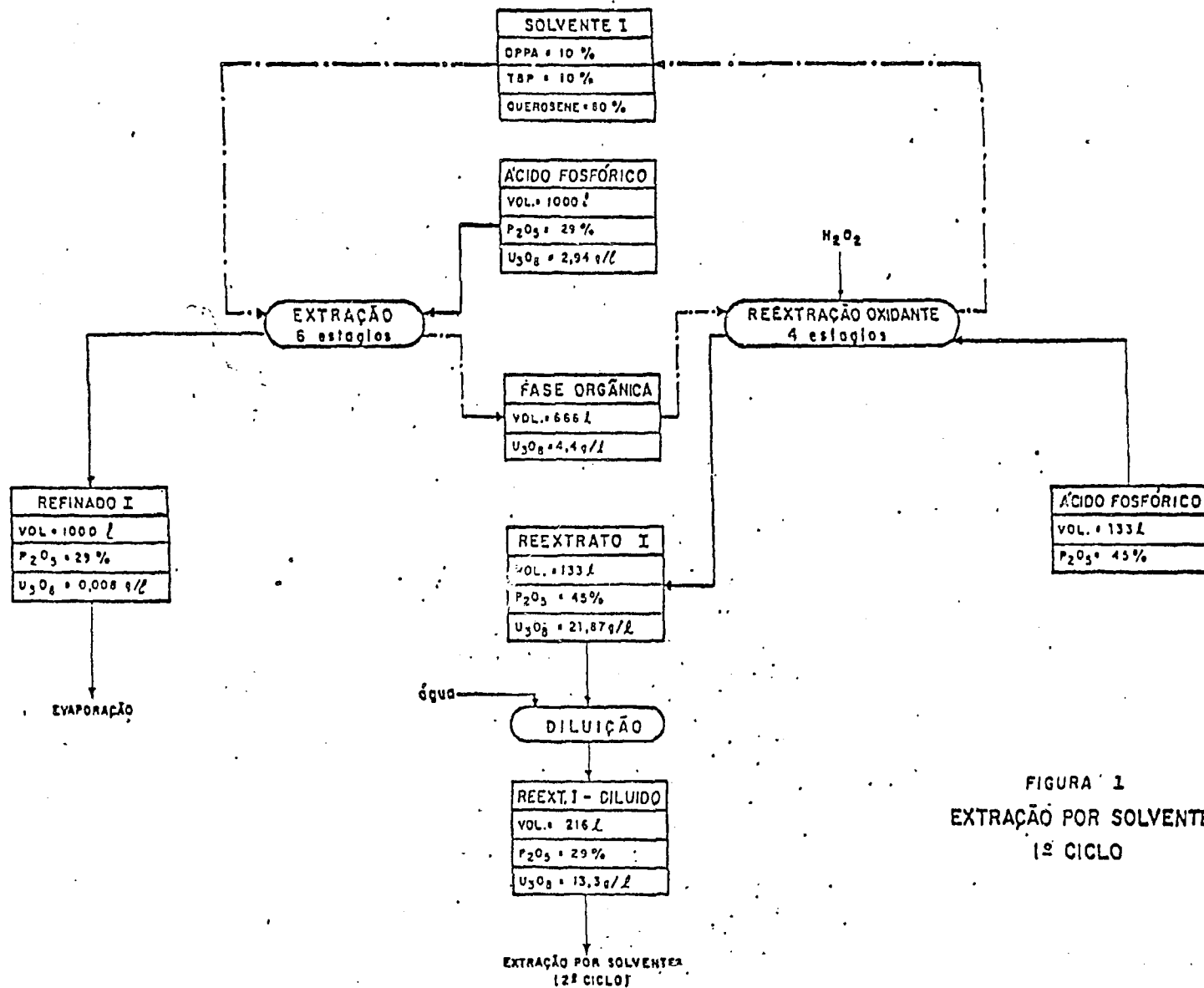


FIGURA 1
EXTRAÇÃO POR SOLVENTES
1º CICLO

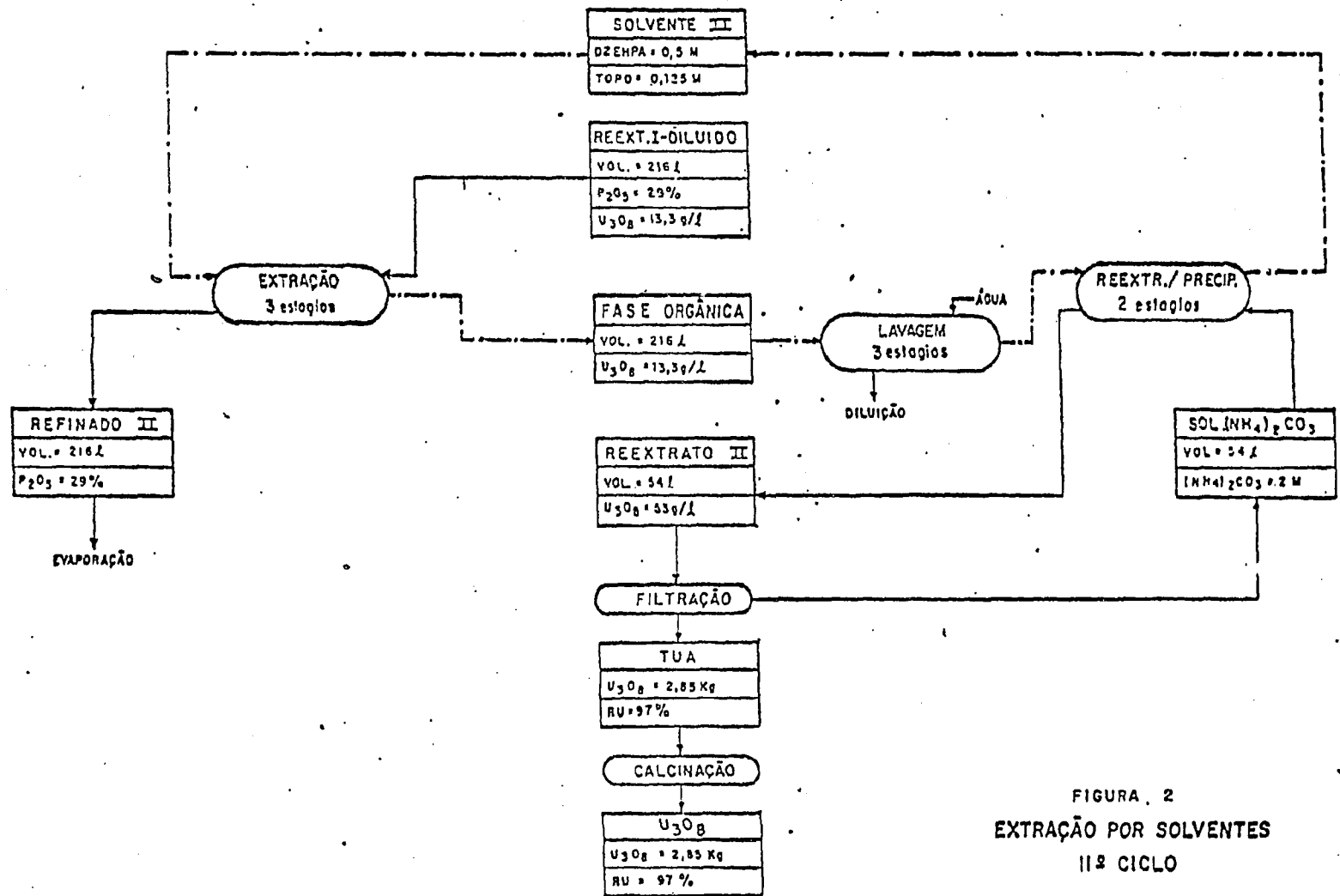


FIGURA 2
EXTRAÇÃO POR SOLVENTES
II & CICLO

1
2
1

- 1 -

RESUMO

Patente de Invenção: "PROCESSO QUÍMICO PARA A RECUPERAÇÃO DOS VALORES DE URÂNIO CONTIDOS EM LIXÍVIAS MINERAIS FOSFÓRICAS", que compreende o ajuste da força eletromotriz das
5 lixívias a valores adequados à extração do urânio, extração com solvente orgânico contendo um éster do ácido pirofosfórico e reextração oxidante a partir deste solvente com uma solução de ácido fosfórico, seguindo-se uma nova extração com solvente contendo uma mistura sinérgica de ácido
10 di-2-etil hexil fosfórico e óxido de tri-octil fosfina, lavagem deste solvente com água e reextração/precipitação com uma solução de carbonato de amônio, conduzindo à formação do tricarbonato de uranil e amônio que, por secagem e calcinação, dá o produto final de óxido de urânio com um grau
15 de pureza ajustado às especificações comerciais.