



19

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



<p>12 PEDIDO DE PRIVILÉGIO</p>	<p>A</p>	<p>11 21 Número: PI 8506619 22 Data do depósito: 24.12.85</p>
<p>30 Prioridade unionista:</p>	<p>51 Int. Cl. C 22 B 60/02 C 22 B 3/00</p>	
<p>43 Data da publicação do pedido: (RPI) 14.07.87 (RPI Nº 873) 46 Data da Publicação das reivindicações</p>	<p>54 Título: Processo químico para a recuperação de urânio em lixívia de rocha fosforica</p>	
<p>71 Depositante: Universidade Federal de Pernambuco - Banco do Brasil S/A e Comissão Nacional de Energia Nuclear. (BR/PE) 72 Inventor(es): Carlos Costa Dantas, Tiago Leite Rolim, Francisco Sávio Macambira dos Santos, Haroldo Cesar Beserra de Paula e Antonio Otávio da Santana. 74 Procurador: Carlos Costa Dantas Av. Professor Luiz Freire, 1000 - Cidade Universitaria - PE</p>	<p>80 Pedido Depositado via PCT - Referências: 85 Data do início da fase nacional: 86 Pedido internacional 87 Publicação Internacional: 81 Países designados: 82 Países eleitos: Comunicado pela RPI nº de</p>	
<p>23 Complementação da Garantia de Prioridade Data:</p>	<p>62 Desdobramento (origem) Nº Data:</p>	
<p>57 Resumo:</p>		

Relatório Descritivo da Patente de Invenção de um "PROCESSO QUÍMICO PARA A RECUPERAÇÃO DE URÂNIO EM LIXÍVIA DE ROCHA FOSFÓRICA".

Refere-se o presente invento a um processo químico para a recuperação de urânio como subproduto na fabricação por via úmida de fertilizantes fosfatados.

A recuperação de urânio em escala industrial, se aplica quase exclusivamente a fabricação do ácido fosfórico, pelo tratamento da rocha como ácido sulfúrico. Os processos atuais de recuperação de urânio visando aplicação na indústria de fertilizantes fosfatados, utilizam sistemas de extração líquido-líquido, os sistemas extratores mais conhecidos em função de sua aplicação industrial podem ser sumarizados: 1) Pyro Ácido alquilpirofosfórico, usualmente octil ou OPFA, decil ou capril. Ele extrai U^{+4} e U^{+6} , mas é mais eficiente para U^{+4} . 2) OPAP uma mistura de ácido mono e dioctil fenil fosfórico, que extrai preferencialmente o U^{+4} . 3) DEPA + ácido di-2-etil-hexil fosfórico, o qual é usado em mistura sinérgica com o TOPO. A mistura extrai preferencialmente a U^{+6} . 4) TOPO + óxido trioctil-fosfina o qual é usado em combinação com a DEPA. O estágio atual da recuperação de urânio em escala industrial utiliza na quase totalidade dos processos um dos sistemas extratores acima ou uma mistura de dois deles, em dois ciclos de extração. O processo de extração de urânio conhecido como DAPEX utiliza o EHFA ácido di-2-hexil fosfórico em mistura sinérgica com o TBP fosfato de trin-butila num diluente inerte, usualmente querosene. Este extrai urânio com bastante eficiência para baixas con-

centrações de P_2O_5 , sua eficiência de extração cai com o aumento da concentração de P_2O_5 . Muitos poucos processos industriais produzem fertilizantes pelo tratamento da rocha com ácido clorídrico. Em consequência há um número extremamente reduzido de patentes de processos de recuperação de urânio pela rota clorídrica.

A presente invenção recupera urânio da lixívia clorídrica como subproduto na fabricação do monohidrogênio fosfato de cálcio $CaHPO_4$. A lixívia é formada através de uma reação tipo:

$$Ca_{10}(PO_4)_6F_2 + 20HCl + 20H_2O \longrightarrow 10CaCl_2 \cdot 2H_2O + 6H_3PO_4 + 2HF$$

onde o urânio contido na rede cristalina da apatita é então solubilizado. O pH desta lixívia é de 0,9, que está na faixa ótima de extração. O sistema extrator é a mistura DEPATBP diluído em querosene. Esta mistura extratora é de preço mais acessível que os sistemas DEPA-TOPO, OPFA e PAP.

A presente invenção, trata de um processo químico que compreende as seguintes etapas:

Pré-tratamento da lixívia com querosene em contatção direta que permite eliminar o efeito emulsionante da lixívia na etapa seguinte que é a de extração. Extração é realizada em contra-corrente, em 3 estágios, a concentração de urânio na lixívia está em torno de 15 ppm e o de P_2O_5 , em torno de 1,8%, após esta fase a lixívia, exaurida em urânio é praticamente com o mesmo teor de P_2O_5 . Lavagem após a extração a fase aquosa em P_2O_5 retorna ao processo da indústria de fertilizante, enquanto a fase orgânica agora rica em urânio é lavada. A lavagem é realizada com água destilada, com uma relação de fases de 1:10 (FA/FO) em três estágios. Nesta etapa elimina-se o resíduo de P_2O_5 e a perda de urânio é desprezível. Reextração - esta etapa representa um fator de concentração e purificação de urânio. A reversão do urânio para a fase aquosa, foi realizada com bicarbonato de amônio a 20%. Após a reextração, o urânio está presente

na fase aquosa sob a forma de íons complexos $[UO_2(CO_3)_3]^{-4}$ (Tri-carbonato e uralina). Para maiores concentrações de bicarbonato de amônio, pode haver precipitações de tri-carbonato de uranila e amônio. Eliminação de Ferro - O ferro está presente com um alto teor na lixívia -500ppm, competindo com urânio na extração. O ferro acompanha o urânio nas diversas etapas do processo, sendo necessário sua eliminação, antes da precipitação de urânio. A precipitação de ferro é realizada a pH 8 e a 70°C.

10 Precipitação de Urânio - Após a filtração do ferro, procede-se o ajuste de pH para 6 com HCl e após o urânio é precipitado com NH_4OH e o concentrado depois de filtração apresenta um teor de 80% de U_3O_8 . Os dados sobre os parâmetros do processo estão apresentados a seguir:

- 15 - Parâmetros de Extração de Urânio;
 - Extrator - DEHPA = 0,04M TBP = 0,32M;
 - Relação de Fases - FA = 10 FO = 1
 - Número de Estágios - 3;
 - Parâmetros de Reextração;
- 20 - Concentração de NH_4HCO_3 - 20%;
 - Relação de fases (FA:FO) - 1:10;
 - Números de Estágios - 3;
 - Teores de U_3O_8 e Fe_2O_3 no precipitado de Urânio;
 - U_3O_8 (%) - 10 ± 1 ;
 25 - Fe_2O_3 (%) - $0,20 \pm 0,01$;

A presente invenção trata de um processo químico para a recuperação de urânio em escala piloto, utilizando misturador-decantador para as etapas de contatção líquido-líquido e em regime contínuo processa 200 l de lixívia clorídrica por hora. O fluxograma do processo é dado na Figura 1 e o "lay out" da usina na Figura 2.

REIVINDICAÇÕES

- 1 - Processo químico para a recuperação de urânio em lixívia de rocha fosfórica, caracterizado por ser um processo químico para a recuperação de urânio de lixívia clorídrica, proveniente do tratamento da fosforita pelo HCl, utilizando-se um extrator orgânico seletivo para urânio produzido, DUA, atende as especificações de pureza ditadas pela comercialização deste produto.
- 05 2 - Processo químico para a recuperação de urânio em lixívia de rocha fosfórica, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por ter um pré-tratamento da lixívia clorídrica pela contatção com querosene.
- 10 3 - Processo químico para a recuperação de urânio em lixívia de rocha fosfórica, de acordo com as reivindicações 1 e 2, caracterizado por sistemas de misturador e decantador circulares operando em regime semi-contínuo. A relação lixívia: querosene é de 5:1, os tempos de residência são 35min no misturador e 45min no decantador, ficando a lixívia livre do material sólido em suspensão, o qual é a causa da formação de emulsão na etapa seguinte, a de extração.
- 15 4 - Processo químico para a recuperação de urânio em lixívia de rocha fosfórica, de acordo com as reivindicações 1, 2 e 3, caracterizado por extração de urânio da lixívia clorídrica, pela mistura dos extratores orgânicos DEHPA e TBP, diluídos em querosene.
- 20 5 - Processo químico para a recuperação de urânio em lixívia de rocha fosfórica, de acordo com as reivindicações 1, 2, 3 e 4, caracterizado por a extração do urânio em processo contínuo realizado por meio de "mistura
- 30

dor-decantador em 3 estágios, a uma vazão de 200 l/h.

05 6 - Processo químico para a recuperação de urânio em lixívia de rocha fosfórica, de acordo com as reivindicações 1, 2, 3, 4 e 5, caracterizado por a reextração do urânio bicarbonato de amônio a 20 %, na forma de tricarbonato de amônio e uranila, numa relação das fases de 1:10 aquosa:orgânica.

10 7 - Processo químico para a recuperação de urânio em lixívia de rocha fosfórica, de acordo com as reivindicações 1, 2, 3, 4, 5 e 6, caracterizado por a reextração do urânio com bicarbonato de amônio em processo contínuo por meio de misturador-decantador em 2 estágios, numa vazão de 20 l/h.

15 8 - Processo químico para a recuperação de urânio em lixívia de rocha fosfórica, de acordo com as reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6 e 7, caracterizado por a eliminação de ferro na solução de reextração, fazendo-se sua precipitação na forma de $Fe(OH)_3$ por meio do controle do pH e da temperatura.

20 9 - Processo químico para a recuperação de urânio em lixívia de rocha fosfórica, de acordo com as reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 e 8, caracterizado por a precipitação do urânio no filtro após a precipitação do ferro; por meio do ajuste de pH com HCl e a precipitação com NH_4OH a 70°C, sob a forma de $(NH_4)_2U_2O_7$.

25 10 - Processo químico para a recuperação de urânio em lixívia de rocha fosfórica, de acordo com as reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 e 9, caracterizado por duas reações de precipitações sucessivas num volume de solução de 100 l que recircula entre a 1a. e 2a. precipitações, processadas em reator de aço inoxidável com aquecimento e controle de temperatura automático.

30 11 - Processo químico para a recuperação de urânio em lixívia de rocha fosfórica, de acordo com as reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 e 10, caracterizado por a filtração do precipitado de ferro, em soluções que cai

em queda livre é filtrada a vácuo e após é bombeada de volta para o reator para a precipitação do urânio e posterior filtração a uma vazão de 50 l/h numa área de 1256cm².

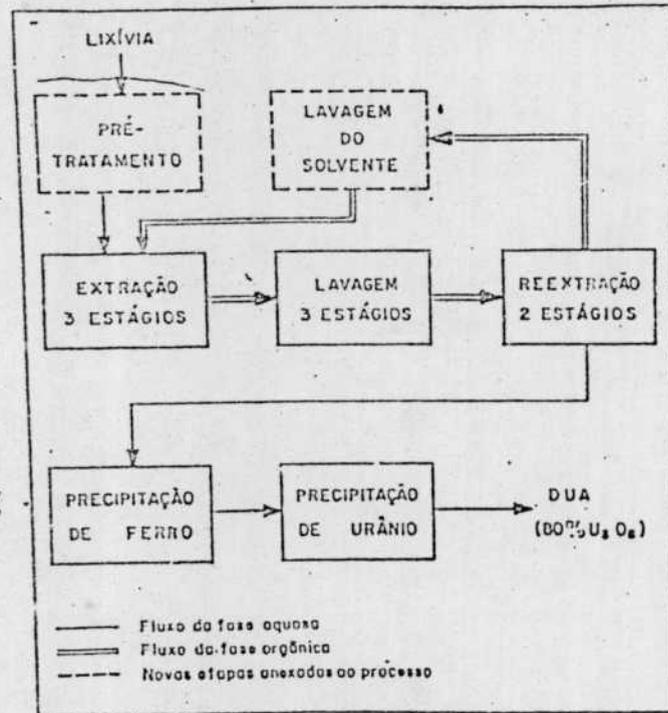


Figura 1 - Fluxograma do Processo Químico

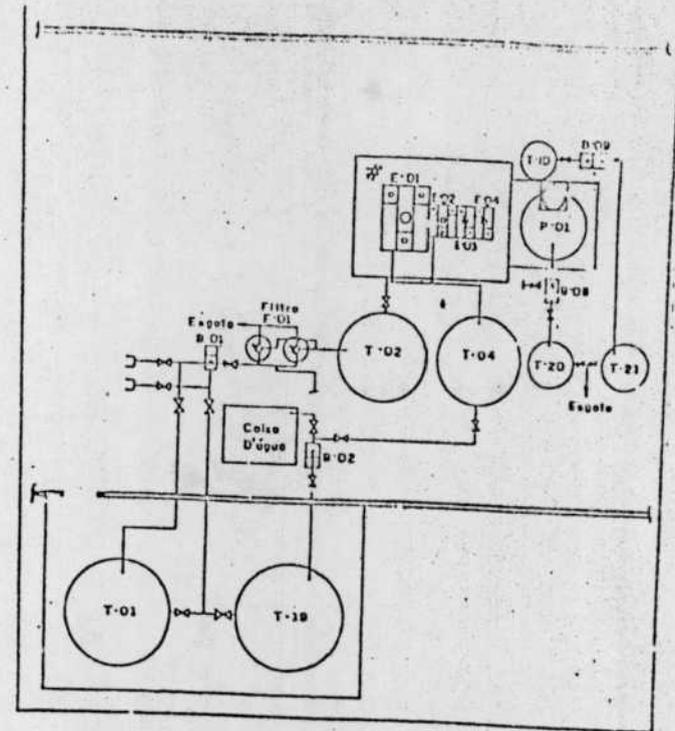


Figura 2 - "Lay-out" da Planta Piloto

BREVETÉ

RESUMO DA INVENÇÃO

Patente de Invenção: "PROCESSO QUÍMICO PARA A RECUPERAÇÃO DE URÂNIO EM LIXÍVIA DE ROCHA FOSFÓRICA".

05 Patente de Invenção de um processo químico para a recuperação de urânio em lixívia de rocha fosfórica, este processo visa a recuperação de urânio como subproduto na fabricação por via úmida de fertilizantes fosfatados.

10 A presente invenção recupera urânio da lixívia clorídrica como subproduto na fabricação do monohidrogênio fosfato de cálcio CaHPO_4 . A lixívia é formada através de uma reação.

15 A recuperação do urânio é feita em escala piloto, utilizando misturador - decantador para as etapas de contatação líquido-líquido e em regime contínuo processa 200 l de lixívia clorídrica por hora. O fluxograma do processo é dado na Fig. 1 e o "Lay out" da usina na Fig. 2.