



## (12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 35559 B1** (51) Cl. internationale : **C22B 60/02; C01G 43/00**
- (43) Date de publication : **02.10.2014**

- 
- (21) N° Dépôt : **36950**
- (22) Date de Dépôt : **24.04.2014**
- (30) Données de Priorité : **31.10.2011 US 61/553,742**
- (86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT : **PCT/US2012/062711 31.10.2012**
- (71) Demandeur(s) : **URTEK, LLC, 2024 Goldenvue Drive Golden, CO 80401 (US)**
- (72) Inventeur(s) : **RICHARDSON, Marcus, Worsley ; DAVIDSON, James, Andrew ; JONES, Bryn, Llywelyn ; PAGE, Jessica, Mary ; SOLDENHOFF, Karin, Helene ; SAFINSKI, Tomasz, Artur ; TRAN, Manh, Toan**
- (74) Mandataire : **SABA&CO**

---

(54) Titre : **EXTRACTION DE L'URANIUM DE L'ACIDE PHOSPHORIQUE PRODUIT PAR VOIE HUMIDE**

- (57) Abrégé : La présente invention se rapporte, dans un mode de réalisation préféré, à un procédé permettant d'extraire l'uranium de l'acide phosphorique produit par voie humide, ledit procédé consistant à séparer l'uranium de l'acide phosphorique produit par voie humide afin de produire un courant de solution chargé d'uranium et un courant acide phosphorique produit par voie humide appauvri en uranium. Le courant de solution chargé d'uranium est ensuite mis en contact avec une résine échangeuse d'ions. Les types d'uranium liés à la résine échangeuse d'ions sont élués par mise en contact de la résine avec une solution qui comprend des anions pour produire un courant d'éluant chargé en uranium. Le courant d'éluant chargé en uranium est traité pour donner un produit qui contient de l'uranium.

**EXTRACTION DE L'URANIUM DE L'ACIDE PHOSPHORIQUE PRODUIT  
PAR VOIE HUMIDE**

**ABREGE**

- 5 La présente invention se rapporte, dans un mode de réalisation préféré, à un procédé permettant d'extraire l'uranium de l'acide phosphorique produit par voie humide, ledit procédé consistant à séparer l'uranium de l'acide phosphorique produit par voie humide afin de produire un courant de solution chargé d'uranium et un courant acide phosphorique produit par voie humide appauvri en uranium. Le courant de solution chargé d'uranium est ensuite mis
- 10 en contact avec une résine échangeuse d'ions. Les types d'uranium liés à la résine échangeuse d'ions sont élués par mise en contact de la résine avec une solution qui comprend des anions pour produire un courant d'éluant chargé en uranium. Le courant d'éluant chargé en uranium est traité pour donner un produit qui contient de l'uranium.

35559  
02 OCT 2014

**EXTRACTION DE L'URANIUM DE L'ACIDE PHOSPHORIQUE PRODUIT  
PAR VOIE HUMIDE**

**DESCRIPTION**

5 Cette demande revendique le bénéfice de la demande provisoire US n ° 61/553, 742 déposée le 31 Octobre 2011 et intitulé «Processus d'extraction de l'uranium" et est une continuation-in-part de la demande US n ° 13/931, 112 déposée le 23 Juillet, 2012 et intitulé "Extraction de l'uranium de Wet-Process acide phosphorique» et la demande US n ° 13/555, 606 déposée le 23 Juillet 2012 et intitulé "Extraction de l'uranium de Wet-Process acide phosphorique», qui

10 revendiquent tous deux le bénéfice de la demande US n ° 12/510, 294 (maintenant le brevet US. n ° 8226910) déposée le 28 Juillet 2009 et intitulé "Extraction de l'uranium de Wet-Process acide phosphorique», qui revendique le bénéfice de la demande provisoire US n ° 61/161, 133 déposée le 18 Mars 2009 et la demande provisoire US n ° 61/085, 177 déposée le 31 Juillet 2008. Chacune de ces références est incorporée ici par référence dans son intégralité.

**15 DOMAINE DE L'INVENTION**

La présente invention concerne le domaine de l'extraction de l'uranium à partir de procédé par voie humide de l'acide phosphorique.

**CONTEXTE**

20 L'acide phosphorique ( $H_3PO_4$ ) à utiliser dans la production d'engrais est typiquement produit par un procédé par voie humide au cours de laquelle l'état naturel du phosphate naturel est mis à réagir avec de l'acide sulfurique pour donner ce qu'on appelle de l'acide phosphorique par voie humide (WPA). En fonction de la source de la roche de phosphate, il peut contenir des métaux précieux tels que l'uranium, le vanadium et l'yttrium, qui sont dissous par l'acide sulfurique et forment des constituants d'impureté du WPA.

Aux États-Unis, les plantes ont été en opération depuis le début des années 1950 pour recouvrer les montants de valeur de l'uranium de WPA. Cependant, les fluctuations du prix au comptant de l'uranium, il est important qu'il puisse être extrait de la WPA d'une manière rentable. À ce jour, la plupart des plantes qui ont opéré des procédés d'extraction d'uranium ont utilisé au solvant d'extraction pour extraire l'uranium de la WPA. Un autre procédé qui a reçu une attention accrue ces derniers temps est un procédé d'échange d'ions de sorte que WPA contenant de l'uranium est chargé sur une résine échangeuse d'ions. Le WPA est balayé à partir de la résine, en laissant l'uranium lié à la résine. L'uranium est ensuite éluée de la résine. Le brevet américain n ° 4, 599, 221 (Ketzinel et al.) Décrit un tel procédé d'extraction de l'uranium à partir de WPA utilisant un procédé d'échange d'ions.

Malheureusement, les procédés d'extraction d'uranium connus ne sont pas si simples à réaliser. Une partie du problème est que le WPA est un matériau brut contenant une gamme de contaminants ou des espèces organiques et inorganiques qui peuvent interférer avec le processus d'extraction et d'avoir un effet profond sur la viabilité commerciale du processus.

La demanderesse a découvert précédemment que certains efficacité des procédés sont atteints grâce à l'abaissement de la concentration en fer du WPA, la réduction de la valence du fer ferrique tout en restant dans le WPA en fer ferreux, et ensuite l'extraction de composés d'uranium à partir du WPA. Ces détails sont décrits dans le brevet US N ° 8226910, qui est incorporé par référence dans son intégralité.

Il reste une nécessité pour d'autres procédés améliorés pour l'extraction de l'uranium à partir de WPA que résoudre un ou plusieurs des problèmes associés aux processus des autres et / ou qui sont plus efficaces.

## RÉSUMÉ

Dans un premier aspect, l'invention fournit un procédé d'extraction de l'uranium à partir de procédé par voie humide de l'acide phosphorique (WPA), le procédé comprenant: (a) l'uranium se séparer de WPA pour produire un courant chargé de la solution de l'uranium et un uranium

appauvri de flux WPA ; (b) mettre en contact le courant de solution d'uranium chargée avec une résine échangeuse d'ions; (c) éluer les espèces d'uranium liées à la résine échangeuse d'ions par mise en contact de la résine avec une solution comprenant des anions, pour produire un courant d'éluant de l'uranium chargé; et (d) à traiter le courant d'éluant de l'uranium chargé

5 pour obtenir un produit contenant de l'uranium.

Dans certains modes de réalisation, les anions utilisés pour éluer les espèces de l'uranium dans l'étape (c) sont choisis dans le groupe constitué par les anions chlorure, des anions sulfate, des anions nitrate, et de leurs combinaisons.

Dans certains modes de réalisation du premier aspect de l'invention, l'étape (a) est précédée

10 d'une étape de réduction de valence comprenant la réduction de la valence des ions ferriques dans le WPA. L'étape de réduction de la valence peut être effectuée par réduction chimique, par exemple par l'addition de fer, un alliage ferro-phosphore métallique ou d'alliage de ferro-silicium; ou par réduction électrochimique (ER).

Certains modes de réalisation du premier aspect de l'invention, l'étape (a) et / ou l'étape de

15 réduction de la valence (s'il est utilisé) peut être précédée par une étape d'élimination du fer. L'étape d'élimination du fer comprend l'abaissement de la concentration de fer dans le WPA en diminuant la quantité d'espèces de fer dissous dans le WPA par rapport à la quantité d'espèce d'uranium dans le WPA pour produire une teneur en fer réduit WPA ayant espèces d'uranium dans celui-ci. La concentration de fer dans le WPA peut être abaissée par précipitation d'au

20 moins une partie du fer présent dans le WPA sous forme de phosphate d'ammonium de fer.

Dans un deuxième aspect, l'invention fournit un procédé d'extraction de l'uranium à partir de procédé par voie humide de l'acide phosphorique (WPA), le procédé comprenant: (a) la mise en contact de l'uranium en charge WPA avec une première résine échangeuse d'ions pour former l'uranium appauvri WPA; (b) la séparation de l'uranium appauvri WPA à partir de la première

25 résine échangeuse d'ions; (c) l'oxydation d'espèces d'uranium sur la première résine échangeuse d'ions en mettant en contact la première résine échangeuse d'ions avec un oxydant; (d) mettre en contact la première résine échangeuse d'ions avec de l'ammoniaque

pour enlever les impuretés de la résine, les impuretés étant ions vanadium, des espèces organiques, ou une combinaison de ceux-ci; (e) la séparation des impuretés à partir de la première résine échangeuse d'ions; (f) l'élimination des espèces oxydées de l'uranium à partir de la première résine échangeuse d'ions par mise en contact de la résine avec du carbonate d'ammonium pour former un courant de carbonate d'ammonium d'uranium enrichi; (g) mettre en contact le courant enrichi en carbonate d'ammonium de l'uranium avec une seconde résine échangeuse d'ions pour former l'uranium appauvri carbonate d'ammonium; (h) la séparation du carbonate d'ammonium, de l'uranium appauvri à partir de la seconde résine échangeuse d'ions; et (i) l'élution des espèces d'uranium à partir de la seconde résine échangeuse d'ions pour former une solution d'uranyle.

Dans certains modes de réalisation, l'oxydant est choisi dans le groupe constitué par: l'air, l'oxygène, le peroxyde d'hydrogène, WPA, et des combinaisons de ceux-ci.

Dans certains modes de réalisation, l'élution dans l'étape (i) est effectuée en utilisant une solution comprenant des anions choisis dans le groupe constitué par les anions chlorure, des anions nitrate, des anions sulfate, et leurs combinaisons.

Dans certains modes de réalisation du deuxième aspect de l'invention, l'étape (a) peut être précédée par une étape de réduction de la valence comprenant la réduction de la valence des ions ferriques dans le WPA. L'étape de réduction de la valence peut être effectuée par réduction chimique, par exemple par l'addition de fer, un alliage ferro-phosphore métallique ou d'alliage de ferro-silicium; ou par réduction électrochimique (ER).

Dans certains modes de réalisation du deuxième aspect de l'invention, l'étape (a) et / ou l'étape de réduction de la valence (s'il est utilisé) peut être précédée d'une étape d'élimination du fer. L'étape d'élimination du fer comprend l'abaissement de la concentration de fer dans le WPA en diminuant la quantité d'espèces de fer dissous dans le WPA par rapport à la quantité d'espèce d'uranium dans le WPA pour produire une teneur en fer réduit WPA ayant espèces d'uranium dans celui-ci. La concentration de fer dans le WPA peut être abaissée par précipitation d'au moins une partie du fer présent dans le WPA sous forme de phosphate d'ammonium de fer.

Dans un troisième aspect, l'invention fournit un procédé d'extraction de l'uranium à partir de procédé par voie humide de l'acide phosphorique (WPA), le procédé comprenant: (a) la mise en contact de l'uranium en charge WPA avec un oxydant pour former un courant WPA oxydé; (b) mettre en contact le courant WPA oxydé avec un solvant organique; (c) séparer un courant 5 enrichi en uranium dans un solvant organique à partir d'un flux aqueux WPA; (d) mettre en contact le courant de l'uranium enrichi en solvant organique avec un courant de carbonate d'ammonium pour former un courant de carbonate d'ammonium d'uranium enrichi; (e) mettre en contact le courant de carbonate d'ammonium de l'uranium enrichi en une résine échangeuse d'ions; (f) la séparation d'un courant appauvri en carbonate d'ammonium de 10 l'uranium à partir de la résine échangeuse d'ions; (g) mettre en contact la résine échangeuse d'ions avec une solution comprenant des ions chlorure; et (h) la séparation d'une solution d'uranyle à partir de la résine échangeuse d'ions.

Dans certains modes de réalisation, le solvant organique utilisé dans l'étape (b) comprend un di (2-éthylhexyle), l'acide phosphorique et de l'oxyde de trioctylphosphine (c'est à dire un système 15 "DEHPA TOPO").

Dans certains modes de réalisation du troisième aspect de l'invention, l'étape de réduction de la valence est précédée d'une étape d'élimination du fer. L'étape d'élimination du fer comprend l'abaissement de la concentration de fer dans le WPA en diminuant la quantité d'espèces de fer dissous dans le WPA par rapport à la quantité d'espèce d'uranium dans le WPA pour produire 20 une teneur en fer réduit WPA ayant espèces d'uranium dans celui-ci. La concentration de fer dans le WPA peut être abaissée par précipitation d'au moins une partie du fer présent dans le WPA sous forme de phosphate d'ammonium de fer.

Dans certains modes de réalisation de l'un des premier, deuxième ou troisième aspects de l'invention, la solution d'uranyle peut être en outre traitée pour donner un produit contenant 25 de l'uranium. Le traitement peut comprendre en outre une étape de précipitation.

#### **BREVE DESCRIPTION DES DESSINS**

Pour une meilleure compréhension de l'invention, il est fait référence à la description détaillée qui suit, prise en relation avec les dessins annexés, illustrant divers modes de réalisation de la présente invention, dans lesquels:

La figure 1 représente un organigramme général d'un procédé selon un premier mode de réalisation exemplaire de l'invention;

La figure 2 représente un organigramme général d'un procédé selon un deuxième mode de réalisation exemplaire de l'invention;

La figure 3 représente un organigramme général d'un procédé selon un troisième mode de réalisation exemplaire de l'invention;

La figure 4 illustre un organigramme général d'un procédé selon un quatrième mode de réalisation exemplaire de l'invention;

La figure 5 illustre un organigramme général d'un procédé selon un cinquième mode de réalisation exemplaire de l'invention; et

La figure 6 illustre un organigramme général d'un procédé selon un sixième mode de réalisation exemplaire de l'invention.

#### **DESCRIPTION DETAILLEE DES MODES DE REALISATION PREFERES**

L'invention va maintenant être décrite en référence aux dessins annexés dans lesquels des modes de réalisation préférés de l'invention sont représentés. L'invention peut toutefois être réalisée sous de nombreuses formes différentes et ne devrait pas être interprétée comme étant limitée uniquement aux modes de réalisation décrits ici.

La figure 1 est un organigramme d'un premier exemple de réalisation de l'invention, qui est un procédé pour l'extraction de l'uranium à partir de procédé par voie humide de l'acide phosphorique (WPA) 12. Le procédé 10 comprend une première étape de séparation 14, dans lequel l'uranium est séparé du WPA dans un premier échange d'ions (IX) ou l'extraction par solvant (SX) de l'étape. La première étape de séparation 14 fournit un courant de solution



d'uranium chargé 16 et un uranium appauvri flux WPA 18. Le courant de solution uranifère chargé 16 est ensuite mis en contact avec une résine échangeuse d'anions à une étape d'échange d'ions secondaires 20. Lors de l'étape d'échange d'ions 20 des espèces d'uranium sont liées à la résine échangeuse d'anions. Les espèces d'uranium liées sont ensuite éluées de la  
5 résine échangeuse d'anions par mise en contact de la résine avec une solution comprenant des ions chlorure 22 de produire un uranium chargé flux d'éluant 24. D'autres anions qui pourraient être utilisés pour éluer les espèces de l'uranium à destination de la résine d'échange d'anions comprennent le nitrate et le sulfate. Dans certains modes de réalisation, l'étape d'échange d'ions secondaires 20 peut être réalisée en utilisant une résine échangeuse de cations ou une  
10 résine de chélation. L'uranium chargé de flux éluant 24 est ensuite traité dans une autre étape de traitement 26 pour fournir un produit contenant de l'uranium 28.

L'acide phosphorique par voie humide (WPA) 12 peut être de tout aliment WPA. WPA est généralement produit par réaction du phosphate de roche avec de l'acide sulfurique. Avant d'être introduit dans le procédé de la présente invention, le WPA peut être traité en une ou  
15 plusieurs étapes de prétraitement. Par exemple, le WPA alimentation 12, à une concentration d'environ 30% WPA peut contenir une quantité significative de solides en suspension, essentiellement des fluosilicates de sodium et de gypse, ce qui peut entraîner des problèmes pour les étapes ultérieures du processus. Dans ces cas, le WPA peut être clarifiée. L'étape de clarification peut comprendre filtrer le WPA pour éliminer les matières insolubles. Plus  
20 précisément, l'étape de clarification peut utiliser un clarificateur existant dans une usine de WPA et clarificateurs supplémentaires, en complément du pré-clarificateur existant, sont utilisés pour réduire les matières en suspension (MES) et de diminuer les fluctuations de processus en raison de changements en amont. Dans ces modes de réalisation, WPA peut, par exemple, être clarifié dans les clarificateurs conventionnels. Les clarificateurs sont dosés avec  
25 flocculant pour favoriser la précipitation des matières en suspension. Sous verse du décanteur peut être transféré vers le clarificateur avec le trop-plein d'être transféré à l'étape suivante du processus.

De préférence, le WPA 12 est une solution aqueuse comprenant d'environ 20% en poids à environ 40% en poids WPA. Dans certains modes de réalisation, le WPA 12 est une solution aqueuse comprenant environ 30% en poids WPA.

5 La première étape de séparation 14 peut être un échange d'ions (IX) de l'étape ou d'un échange de solvant (SX) de l'étape.

Dans certains modes de réalisation, la première étape de séparation 14 est une étape d'échange d'ions. WPA alimenter 12 (qui peut être ou ne pas être un WPA de la teneur en fer réduit ou une valence réduite WPA comme décrit plus en détail ci-dessous) est transférée à un ou plusieurs échanges d'ions (IX) des colonnes contenant une résine échangeuse d'ions  
10 chélatante. Typiquement, chaque train de colonnes IX sera théoriquement avoir une colonne de plomb, un cran (ou queue) colonne et une colonne en mode d'élution / ralenti à un moment donné. Le flux WPA uranium appauvri 18 est retourné à WPA réservoirs de rétention pour être utilisés pour la production d'engrais, etc.

Une fois que l'une des colonnes IX dans le train est chargée, il est mis hors ligne et élue. La  
15 procédure d'élution comprend l'élution de la colonne IX avec huit volumes de lit (BV) de solution de carbonate d'ammonium. Uranium forme un stable, soluble complexe d'uranyle tricarbone dans la solution de carbonate d'ammonium, tandis que des impuretés telles que le fer se former des composés insolubles. Fer précipité peut être éliminé de l'éluant en utilisant des filtres avant d'entrer IX secondaire où en outre le rejet d'impuretés a lieu. Le courant de  
20 solution uranifère chargé 16 contenant du carbonate d'uranyle à partir de la première étape de séparation 14 est ensuite passée à l'étape d'échange d'anions secondaire 20, pour extraire l'uranium sur la résine, et à recycler le carbonate d'ammonium. Si nécessaire, une quantité nominale de 10% de purge peut être enlevée pour contrôler l'accumulation de l'impureté dans l'éluant et peut être remplacée par une solution fraîche de carbonate d'ammonium. L'uranium  
25 liée à la colonne IX dans l'étape d'échange d'anions secondaire 20 est ensuite éluee en utilisant une solution contenant des ions chlorure 22 pour produire un produit contenant de l'uranium

28. D'autres anions qui peuvent être utilisés dans cette étape comprennent les sulfates et les nitrates.

Dans certains autres modes de réalisation, la première étape de séparation 14 est une étape d'extraction par solvant. WPA alimenter 12 (qui peut être ou ne pas être un WPA de la teneur en fer réduit ou une valence réduire WPA comme décrit plus en détail ci-dessous) peuvent être transférées à une étape d'oxydation dans laquelle le WPA est oxydé avec un mélange air / oxygène et / ou avec un oxydant chimique, tel que le peroxyde d'hydrogène ou un flux WPA. Le WPA oxydé est ensuite transféré dans un extracteur de solvant. L'étape d'extraction par solvant 14 utilise n'importe quel solvant organique qui a une grande affinité pour l'uranium. Des exemples de solvants de ce type comprennent un système DEHPA TOPO (di-2-éthylhexyle, l'acide phosphorique et de l'oxyde de trioctylphosphine). Dans certains modes de réalisation, l'étape d'extraction par solvant 14 est une multi-extraction DEHPA TOPO système (di-2-éthylhexyle, l'acide phosphorique et de l'oxyde de trioctylphosphine), nominale à une concentration de 0,5 M DEHPA et 0,125 M TOPO dans un kérosène à base de diluant organique, assurés autour de 40 °C. D'autres détails de la DEHPA TOPO peuvent être trouvés dans Hurst et al., Ind. Chem. Des traiter. Développer., 1972, 11, 122-128, dont les détails sont incorporés ici par référence. Le flux WPA uranium appauvri 18 est retourné à WPA réservoirs de rétention pour être utilisés pour la production d'engrais, etc.

Dans certains modes de réalisation, la phase organique est extrait avec du carbonate d'ammonium au courant de charge fourni la solution de l'uranium 16.

Le procédé décrit en relation avec la Fig. 1 peut être varié pour ajouter des étapes supplémentaires selon les besoins. Par exemple, les différentes sources de phosphate ont des compositions différentes. En conséquence, les courants d'alimentation de WPA provenant de différentes sources de phosphate auront typiquement différentes impuretés, dont n'importe lequel peut interférer avec le processus d'extraction de l'uranium. Par conséquent, d'autres mesures peuvent être incorporés dans le procédé de la présente invention est d'améliorer

l'efficacité de l'extraction de l'uranium. Certains autres modes de réalisation du procédé de la présente invention incorporant les étapes supplémentaires vont maintenant être décrites.

La figure 2 est un organigramme décrivant un deuxième exemple de réalisation de l'invention qui est un procédé 40 pour l'extraction de l'uranium à partir de procédé par voie humide de l'acide phosphorique (WPA) 12. Procédé 40 en contact comprend l'uranium en charge WPA 12 avec une première résine échangeuse d'ions dans une première échange d'ions étape 42. La première résine échangeuse d'ions est une résine de chélation. A l'uranium appauvri flux WPA 44 est séparée de la première résine échangeuse d'ions et la résine est ensuite mise en contact avec un oxydant 52 dans une étape d'oxydation dans des conditions 54 pour oxyder pratiquement la totalité de l'espèce de l'uranium sur la résine. La première résine échangeuse d'ions est ensuite mis en contact avec un courant comprenant de l'ammoniac 46 dans une étape d'extraction 48 dans des conditions pour éliminer au moins une partie de tous les ions vanadium liés et / ou des espèces organiques de la résine. Un vanadium et / ou des espèces organiques courant 50 enrichi est ensuite séparée de la première résine échangeuse d'ions. La première résine échangeuse d'ions est par la suite mis en contact avec un courant de carbonate d'ammonium 56 dans une étape d'élution 58 dans des conditions pour éliminer les espèces d'uranium oxydé à partir de la résine et de fournir une uranium enrichi courant de carbonate d'ammonium 60. L'uranium enrichi courant de carbonate d'ammonium 60 est ensuite mis en contact avec une résine échangeuse d'anions dans une deuxième étape d'échange d'ions 62 et un courant d'uranium carbonate d'ammonium appauvri 64 est séparée de la seconde résine échangeuse d'ions. Les espèces d'uranium sont ensuite élues à partir de la seconde résine échangeuse d'ions dans une étape d'élution 66 pour fournir une solution d'uranyle 68. L'étape d'élution 66 peut être réalisée en utilisant une solution comprenant des anions appropriés, tels que le chlorure, le nitrate ou le sulfate.

La figure 3 est un organigramme décrivant un troisième exemple de réalisation de l'invention qui est un procédé 40 pour l'extraction de l'uranium à partir de procédé par voie humide de l'acide phosphorique (WPA) 12. Procédé étapes 42, 48, 54, 58, 62 et 64 dans ce mode de réalisation sont l'mêmes que celles décrites en ce qui concerne le deuxième exemple de

réalisation représenté, et la Fig. 2. Dans la troisième forme de réalisation, la première étape d'échange d'ions 42 est précédée d'une étape de réduction de la valence 70. L'étape de réduction de la valence 70 comprend la réduction de la valence des ions ferriques dans le WPA 12 pour produire une valence réduit WPA 72 qui est ensuite soumis à première étape d'échange d'ions 42. L'étape de réduction de la valence 70 peut être importante parce que tout le fer ferrique a un effet délétère sur les étapes de procédé suivantes du procédé d'extraction de l'uranium. La résine échangeuse d'ions (IX) utilisé à l'étape (s) ultérieure pour l'extraction d'uranium a une affinité élevée pour charger des ions ferrique ( $Fe^{3+}$ ), qui inhibe le chargement d'uranium. Pour cette raison, il est préférable que le fer contenu dans le WPA alimentation 12 pour être dans le ( $Fe^{2+}$ ) état ferreux.

La réduction de la valence de l'étape de réduction de la valence 70 peut être effectuée en mettant en contact le WPA contenant ferrique ( $Fe^{3+}$ ) des ions avec un agent réducteur approprié. Des agents convenables à cette fin comprennent (mais ne sont pas limités à): fer métallique; alliage ferro-phosphore; et alliage ferro-silicium.

En variante, ou en outre, la réduction de la valence de l'étape de réduction de la valence 70 peut être réalisée en réduisant le ferrique ( $Fe^{3+}$ ), les ions dans le WPA dans une étape d'électro-réduction.

Dans certains modes de réalisation, l'étape de réduction de la valence 70 comprend l'addition de fer métallique dans un réacteur contenant le WPA 12 afin de réduire le fer ferrique en fer ferreux. Par exemple, le concentré peut être pompé dans trois cuves agitées avec un temps de séjour total de trois heures. Le fer granulaire ou en poudre peut être ajouté dans le premier des deux réacteurs à 120% équivalent stoechiométrique (par rapport à la quantité de fer ferrique). En variante, le fer métallique peut être substitué par ou utilisé en combinaison avec un alliage de ferro-phosphore ou d'un alliage de ferro-silicium.

Dans certains modes de réalisation, l'étape de réduction de la valence 70 comprend électroréduction. Électroréduction peut être avantageuse, car aucune des espèces chimiques sont ajoutés à la WPA et il est facile de contrôler la réduction électrolytique. Dans une forme de

l'électroréduction WPA alimentation de l'étape est transféré dans des cellules fonctionnant en continu électroréduction.

La figure 4 est un organigramme décrivant un quatrième exemple de réalisation de l'invention qui est un procédé 40 pour l'extraction de l'uranium à partir de procédé par voie humide de l'acide phosphorique (WPA) 12. Procédé étapes 42, 48, 54, 58, 62, 64 et 70 dans ce mode de réalisation sont les mêmes que celles décrites en ce qui concerne le troisième exemple de réalisation et représenté Fig. 3. Dans le quatrième mode de réalisation, l'étape de réduction de la valence 70 est précédée par une étape d'élimination du fer 74. L'étape d'élimination du fer 74 comprend en diminuant la quantité d'espèces de fer dissous dans le WPA par rapport à la quantité d'espèce d'uranium dans le WPA pour produire un réduit la teneur en fer WPA 76 ayant espèces d'uranium dans celui-ci 76. La teneur en fer réduit WPA 76 a une plus faible quantité d'espèces de fer dissous à la première WPA 12. Le réduit la teneur en fer WPA 76 est ensuite soumis à l'étape de réduction de la valence 70, qui consiste à soumettre la teneur en fer réduit WPA 76 à une étape de réduction, dans lequel la valence des espèces de fer dissous restant dans la teneur en fer réduit WPA 76 est réduite.

Le but de l'étape d'élimination du fer 74 est d'abaisser la teneur en fer. Cela peut être fait en retirant la majorité du fer total présent par précipitation d'un phosphate d'ammonium de fer (IAP) de composé de l'aliment ou prétraitée WPA. L'étape de précipitation du PEI est conçue pour éliminer une partie du fer ferrique, en tant qu'étape partielle avant l'étape de réduction de la valence. En outre IAP précipitation diminue mise à l'échelle d'espèces (fluorosilicates et gypse) dans la teneur en fer réduit WPA 76 préalable à une étape d'échange d'ions qui, à son tour, améliore l'efficacité opérationnelle de l'étape d'échange d'ions.

Lors de l'étape d'élimination du fer des exemples de réalisation, le WPA est transféré dans un petit réservoir de pré-mélange de l'ammoniac est ajouté à un excès stoechiométrique d'environ 300 à 1000% des besoins en ammoniac calculées pour la formation de l'IAP. A partir du réservoir de pré-mélange, le flux traité est transféré dans les réacteurs débordement. Le courant traité a une durée de séjour totale de 7 à 12 heures dans les réacteurs de trop-plein



pour permettre l'achèvement du processus de précipitation IAP. Le trop-plein du réacteur de trop-plein est transféré dans une centrifugeuse, ou tout autre dispositif de séparation solide-liquide, où IAP est séparé du WPA. La teneur en fer réduit WPA 76 (faible concentration en matières solides) est ensuite transféré à l'étape de réduction de la valence du fer 70.

- 5 La figure 5 est un organigramme décrivant un cinquième exemple de réalisation de l'invention qui est un procédé 80 pour l'extraction de l'uranium à partir de procédé par voie humide de l'acide phosphorique (WPA) 12. Le procédé 80 comprend une étape d'oxydation 82 dans laquelle l'uranium en charge WPA 12 est mis en contact avec un oxydant 84 pour fournir un flux WPA oxydé 86. Le courant WPA oxydé 86 est ensuite mis en contact avec un solvant 88
- 10 comprenant le di (2 - étylhexyle). acide phosphorique et d'oxyde de trioctylphosphine dans une étape d'extraction par solvant 90 a uranium enrichi courant 92 de solvant organique est ensuite séparé d'un WPA contenant courant aqueux 94 et l'uranium flux de solvant organique enrichi 92 est en contact avec une solution de carbonate d'ammonium 94 dans une étape d'extraction 96 dans des conditions pour fournir un uranium enrichi flux de carbonate
- 15 d'ammonium 98. L'uranium enrichi flux de carbonate d'ammonium 98 est alors mis en contact avec une résine échangeuse d'ions dans une étape d'échange d'ions 100. Un uranium de courant de carbonate d'ammonium appauvri 102 est séparé de la résine échangeuse d'ions, et la résine est mise en contact avec une solution contenant des ions chlorure 104 et une solution d'uranyle 106 est séparé de l'échange d'ions résine.
- 20 La figure 6 est un organigramme décrivant un sixième exemple de réalisation de l'invention qui est un procédé 80 pour l'extraction de l'uranium à partir de procédé par voie humide de l'acide phosphorique (WPA) 12. Procédé étapes 82, 90, 96 et 100 dans ce mode de réalisation sont les mêmes que ceux décrits en ce qui concerne le cinquième exemple de réalisation et représenté dans la Fig. 5. Dans le sixième mode de réalisation, l'étape d'extraction par solvant 90 est
- 25 précédée d'une étape d'élimination de fer 108. L'étape d'élimination du fer 108 comprend l'abaissement de la concentration de fer dans le WPA 12 pour produire une teneur en fer réduit WPA 110 qui est ensuite soumis à l'étape d'extraction 90. L'étape d'élimination du fer peut être effectuée comme décrit précédemment.

Dans l'un des modes de réalisation exemplaires, l'uranium contenant du produit ou de la solution 28 d'uranyle 106 peut en outre être traité pour produire un produit d'uranium commercial. Dans certains modes de réalisation, l'uranium peut être précipité à partir de l'uranium contenant le produit 28 ou la solution d'uranyle 106. L'étape de précipitation de l'uranium à partir du produit de l'uranium contenant 28 ou de la solution d'uranyle 106 comprend l'acidification et l'enlèvement du dioxyde de carbone produit, la formation d'un peroxyde d'uranyle grâce à l'ajout de peroxyde d'hydrogène, ainsi que de la soude caustique comme nécessaire pour maintenir un pH approprié pour la réaction de précipitation. L'étape de séchage du produit précipité implique un épaissement du précipité dans un épaisseur à haut débit et le séchage dans un séchoir à basse température à 260 °C.

Le produit contenant de l'uranium ou 28 106 solutions d'uranyle est pompée dans le premier des trois cuves en série. Le peroxyde d'hydrogène et de soude caustique est ajouté pour permettre l'uranium précipité d'oxydes. La durée totale de séjour dans les réacteurs de précipitation est de trois heures. La sous verse est transféré vers un épaisseur, suivi par un séchage du précipité de l'ordre de 260 °C et le tambour ultérieur dans des tambours et, enfin, le conditionnement dans des conteneurs d'expédition.

Tout au long de cette description, le mot "comprendre" ou des variations telles que «comprend» ou «comprenant», sera compris comme impliquant l'inclusion d'un élément, d'entier ou étape, ou groupe d'éléments, entiers ou étapes, mais pas l'exclusion de tout autre élément, nombre entier ou étape, ou groupe d'éléments, entiers ou étapes.

Toutes les publications mentionnées dans cette description sont incorporés ici par référence. Toute discussion des documents, actes, matériaux, dispositifs, articles ou similaires qui a été inclus dans la présente description est uniquement dans le but de fournir un cadre pour la présente invention. Il ne doit pas être prise comme un aveu que tout ou partie de ces questions font partie de la base de l'art antérieur ou étaient connaissances générales dans le domaine pertinent pour la présente invention telle qu'elle existait en Australie ou ailleurs avant la date de priorité de chaque demande de la présente demande.



Il sera apprécié par l'homme de l'art que de nombreuses variations et / ou modifications peuvent être apportées à l'invention telle que représentée sur les modes de réalisation spécifiques sans s'écarter de l'esprit ou du cadre de l'invention décrite de manière aussi large. Les présents modes de réalisation sont, par conséquent, être considérés à tous égards comme

5 illustratifs et non limitatifs.

De nombreuses modifications et d'autres modes de réalisation de l'invention viendront à l'esprit de l'homme de l'art ayant le bénéfice des enseignements présentés dans les descriptions précédentes et les dessins associés. Par conséquent, il est entendu que l'invention n'est pas limitée aux modes de réalisation spécifiques décrits et que des modifications et des

10 modes de réalisation sont destinés à être incluses dans la portée des revendications prises en charge par cette divulgation.



## REVENDEICATIONS

1. Procédé d'extraction de l'uranium à partir de procédé par voie humide de l'acide phosphorique (WPA), le procédé comprenant:

5 (a) la séparation de l'uranium à partir de WPA pour produire un courant chargé de solution d'uranium et l'uranium appauvri un flux WPA;

(b) la mise en contact le courant de solution d'uranium chargée avec une résine échangeuse d'ions;

10 (c) l'élution des espèces d'uranium liés à la résine échangeuse d'ions par mise en contact de la résine avec une solution comprenant des anions pour produire un courant d'éluant de l'uranium chargé; et

(d) le traitement du courant d'éluant de l'uranium chargés pour obtenir un produit contenant de l'uranium.

15 2. Le procédé de la revendication 1, dans lequel les anions utilisés pour éluer les espèces de l'uranium dans l'étape (c) sont choisis dans le groupe constitué par: des anions chlorure, des anions sulfate, des anions nitrate et des combinaisons de ceux-ci.

3. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel l'étape (a) est précédée d'une étape de réduction de valence comprenant la réduction de la valence des ions ferriques dans le WPA.

4. Le procédé selon la revendication 3, dans lequel l'étape (a) et / ou l'étape de réduction de la valence (s'il est utilisé) est précédée par une étape d'élimination du fer.

20 5 Le procédé de la revendication 1, dans lequel l'étape (a) est précédée d'.

diminution de la quantité d'espèces de fer dissous dans le WPA par rapport à la quantité d'espèce d'uranium dans le WPA pour produire une teneur en fer réduit ayant WPA espèces d'uranium dans celui-ci; et

la soumission de la teneur en fer WPA réduit à une étape de réduction, dans lequel la valence des espèces de fer dissous restant dans la teneur en fer est réduite WPA réduit.

6. Un procédé d'extraction de l'uranium à partir de procédé par voie humide de l'acide phosphorique (WPA), le procédé comprenant:

- 5 (a) mettre en contact le WPA uranium chargé avec une première résine échangeuse d'ions pour former l'uranium appauvri WPA;
- (b) la séparation de l'uranium appauvri WPA à partir de la première résine échangeuse d'ions;
- (c) l'oxydation d'espèces d'uranium sur la première résine échangeuse d'ions en mettant en contact la première résine échangeuse d'ions avec un oxydant;
- 10 (d) mettre en contact la première résine échangeuse d'ions avec de l'ammoniaque pour enlever les impuretés de la résine, les impuretés étant ions vanadium, des espèces organiques, ou une combinaison de ceux-ci;
- (e) la séparation des impuretés à partir de la première résine échangeuse d'ions;
- (f) l'élimination des espèces oxydées de l'uranium à partir de la première résine échangeuse  
15 d'ions par mise en contact de la résine avec du carbonate d'ammonium pour former un courant de carbonate d'ammonium d'uranium enrichi;
- (g) mettre en contact le courant enrichi en carbonate d'ammonium de l'uranium avec une seconde résine échangeuse d'ions pour former l'uranium appauvri carbonate d'ammonium;
- (h) la séparation du carbonate d'ammonium, de l'uranium appauvri à partir de la seconde  
20 résine échangeuse d'ions; et
- (i) l'élution des espèces d'uranium à partir de la seconde résine échangeuse d'ions pour former une solution d'uranyle.

7. Le procédé de la revendication 6, dans lequel l'oxydant est choisi dans le groupe constitué par: l'air, l'oxygène, le peroxyde d'hydrogène, WPA, et des combinaisons de ceux-ci.

8. Le procédé selon la revendication 6, dans lequel l'élution dans l'étape (i) est effectuée en utilisant une solution comprenant des anions choisis dans le groupe constitué par: des anions chlorure, des anions sulfate, des anions nitrate et des combinaisons de ceux-ci.
- 5 9. Le procédé selon la revendication 6, dans lequel l'étape (a) est précédée d'une étape de réduction de valence comprenant la réduction de la valence des ions ferriques dans le WPA.
10. Le procédé selon la revendication 9, dans lequel l'étape de réduction de la valence est précédée d'une étape d'élimination du fer.
11. Le procédé selon la revendication 6, dans lequel la solution d'uranyle est ensuite traité pour  
10 fournir un produit contenant de l'uranium.
12. Le procédé selon la revendication 11, dans lequel le traitement comprend en outre une étape de précipitation.
- 13 Le procédé de la revendication 6, dans lequel l'étape (a) est précédée de ce qui suit:  
diminution de la quantité d'espèces de fer dissous dans le WPA par rapport à la quantité  
15 d'espèce d'uranium dans le WPA pour produire une teneur en fer réduit ayant WPA espèces d'uranium dans celui-ci; et  
la soumission de la teneur en fer WPA réduit à une étape de réduction, dans lequel la valence des espèces de fer dissous restant dans la teneur en fer est réduite WPA réduit.
14. Un procédé d'extraction de l'uranium à partir de procédé par voie humide de l'acide  
20 phosphorique (WPA), le procédé comprenant:  
(a) la mise en contact de l'uranium en charge WPA avec un oxydant pour former un courant WPA oxydé;  
(b) mettre en contact le courant WPA oxydé avec un solvant organique;

(c) séparer un courant enrichi en uranium dans un solvant organique à partir d'un flux aqueux WPA;

(d) mettre en contact le courant de l'uranium enrichi en solvant organique avec un courant de carbonate d'ammonium pour former un courant de carbonate d'ammonium d'uranium enrichi;

5 (e) mettre en contact le courant de carbonate d'ammonium de l'uranium enrichi en une résine échangeuse d'ions;

(f) la séparation d'un courant appauvri en carbonate d'ammonium de l'uranium à partir de la résine échangeuse d'ions;

10 (g) mettre en contact la résine échangeuse d'ions avec une solution comprenant des ions chlorure; et

(h) la séparation d'une solution d'uranyle à partir de l'échange d'ions de résine.

15. Procédé selon la revendication 14, dans lequel le solvant organique comprend le di (2-éthylhexyle), l'acide phosphorique et oxyde de trioctylphosphine.

15 16. Procédé selon la revendication 14, dans lequel l'étape (a) est précédée d'une étape d'élimination du fer.

17. Procédé selon la revendication 14, dans lequel la solution d'uranyle est ensuite traitée pour fournir un produit contenant de l'uranium.

18. Procédé selon la revendication 17, dans lequel le traitement comprend en outre une étape de précipitation.

20 19 Le procédé de la revendication 14, dans lequel l'étape (a) est précédée de ce qui suit:

diminution de la quantité d'espèces de fer dissous dans le WPA par rapport à la quantité d'espèce d'uranium dans le WPA pour produire une teneur en fer réduit ayant WPA espèces d'uranium dans celui-ci; et

la soumission de la teneur en fer WPA réduit à une étape de réduction, dans lequel la valence des espèces de fer dissous restant dans la teneur en fer est réduite WPA réduit.

5

10

15

20

20



11/15/2019 10:00 AM

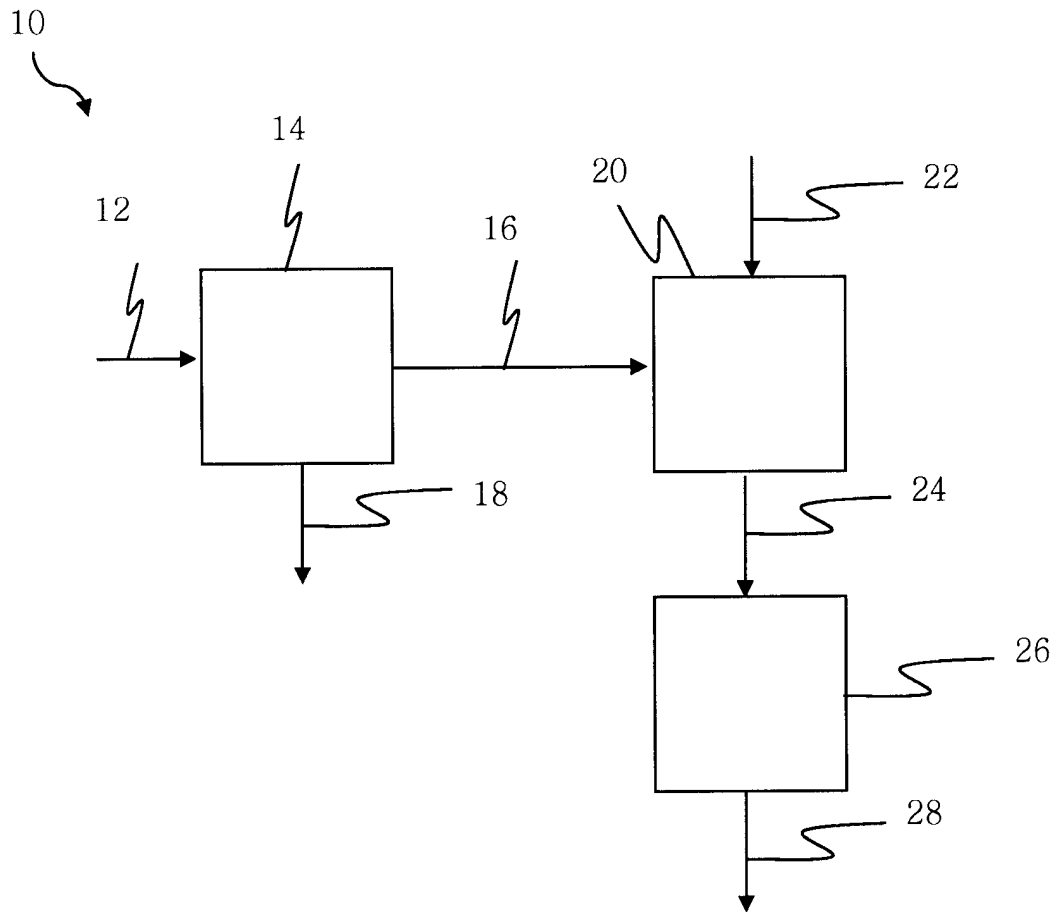


FIG. 1

1



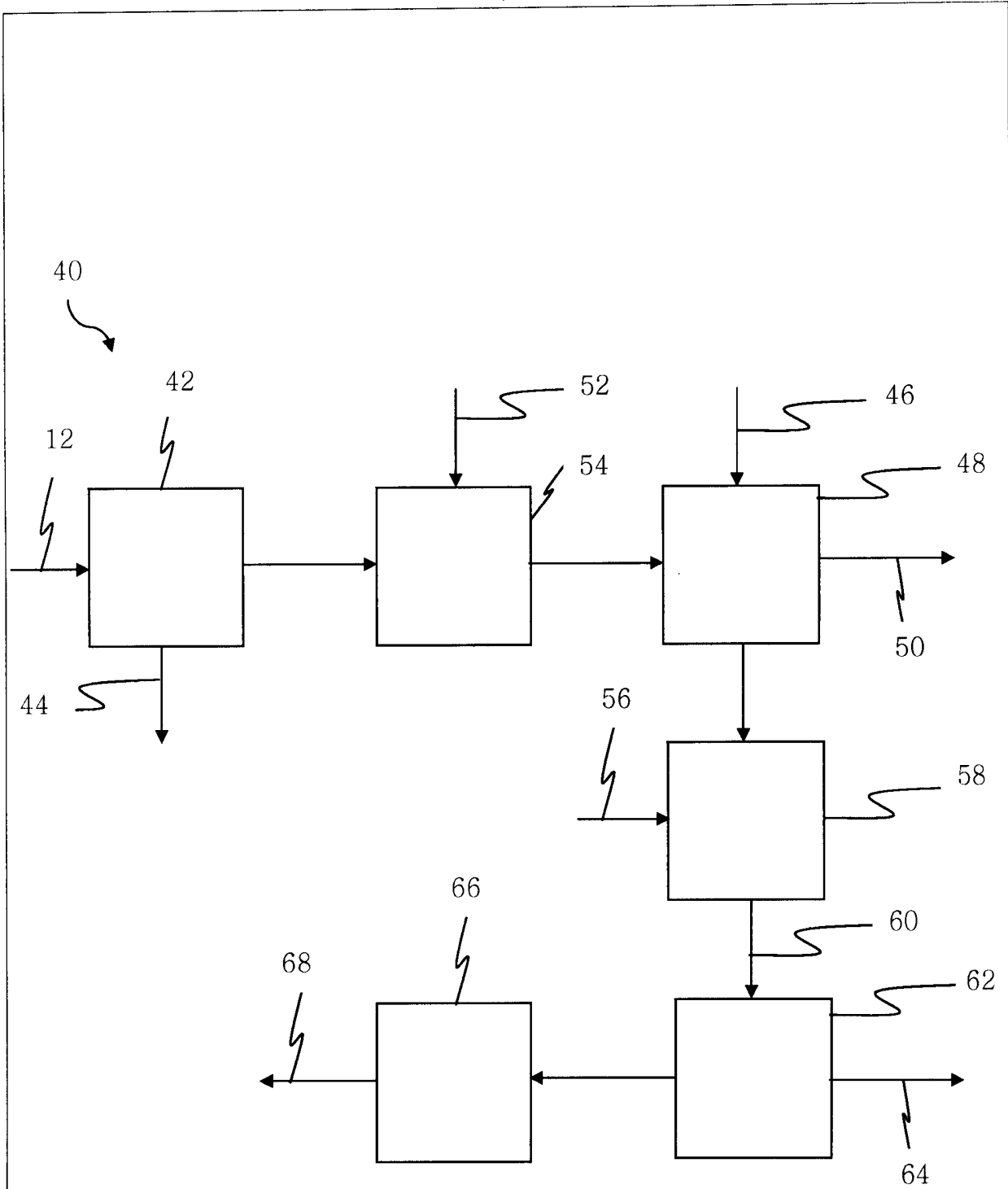
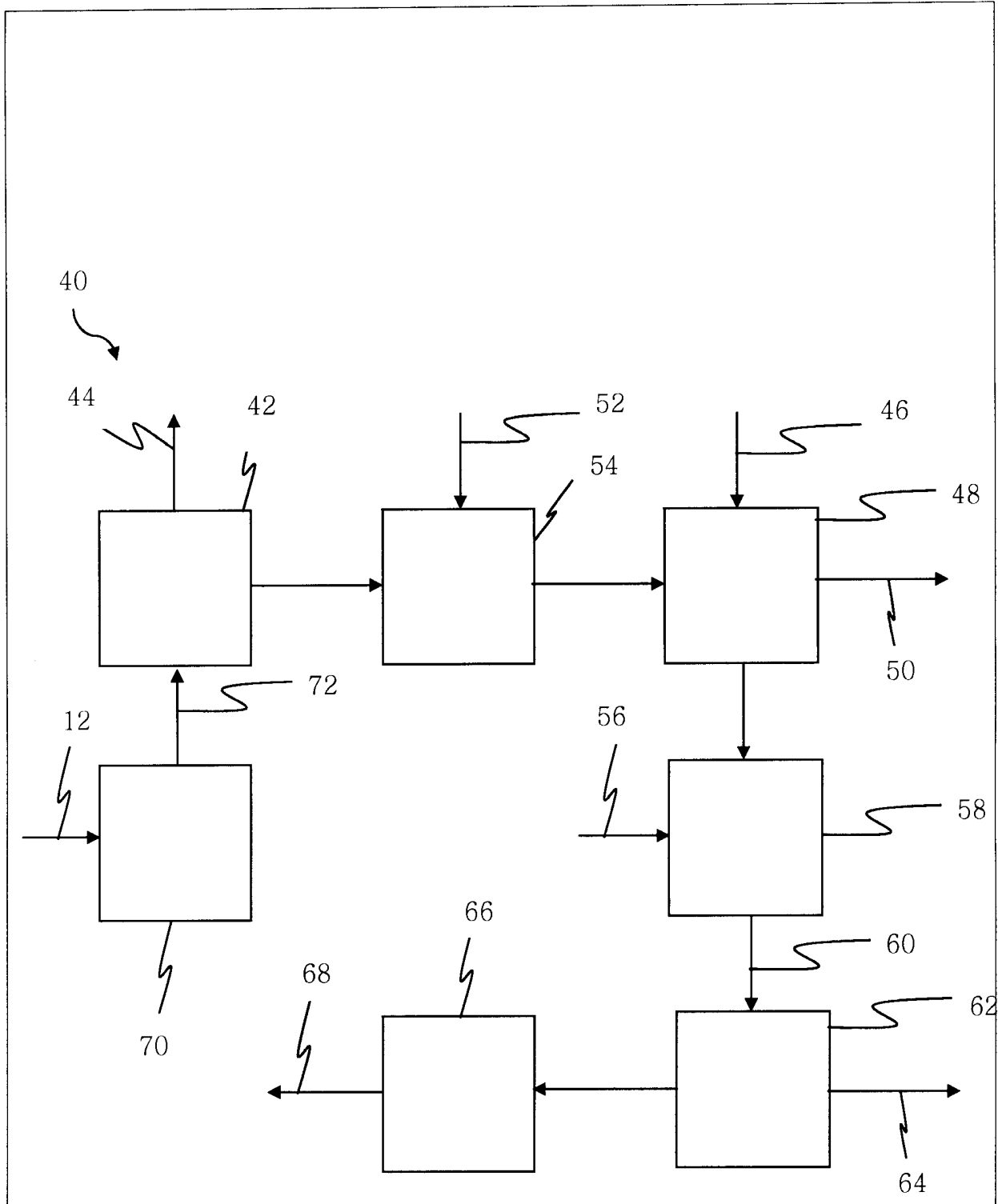
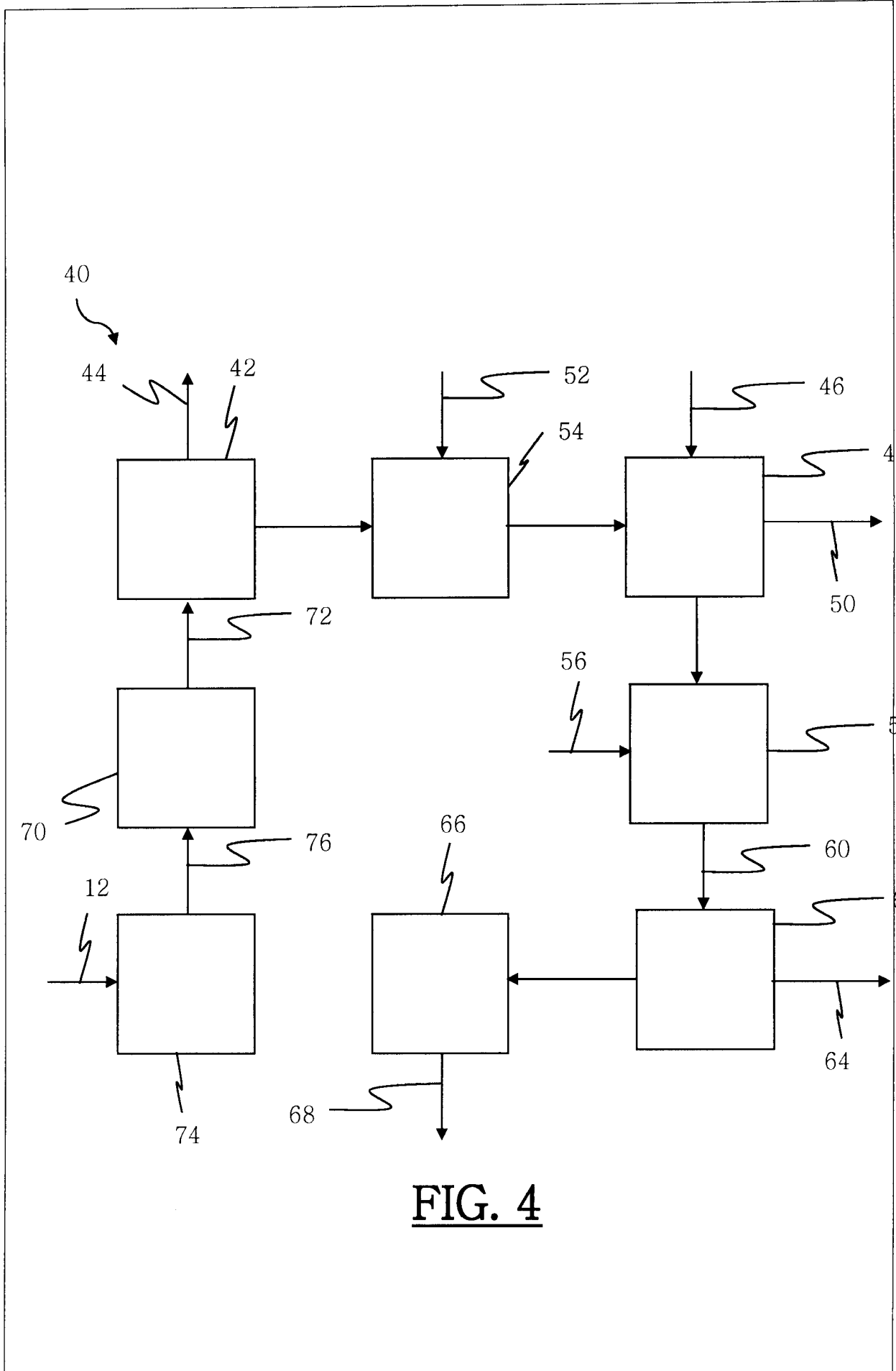


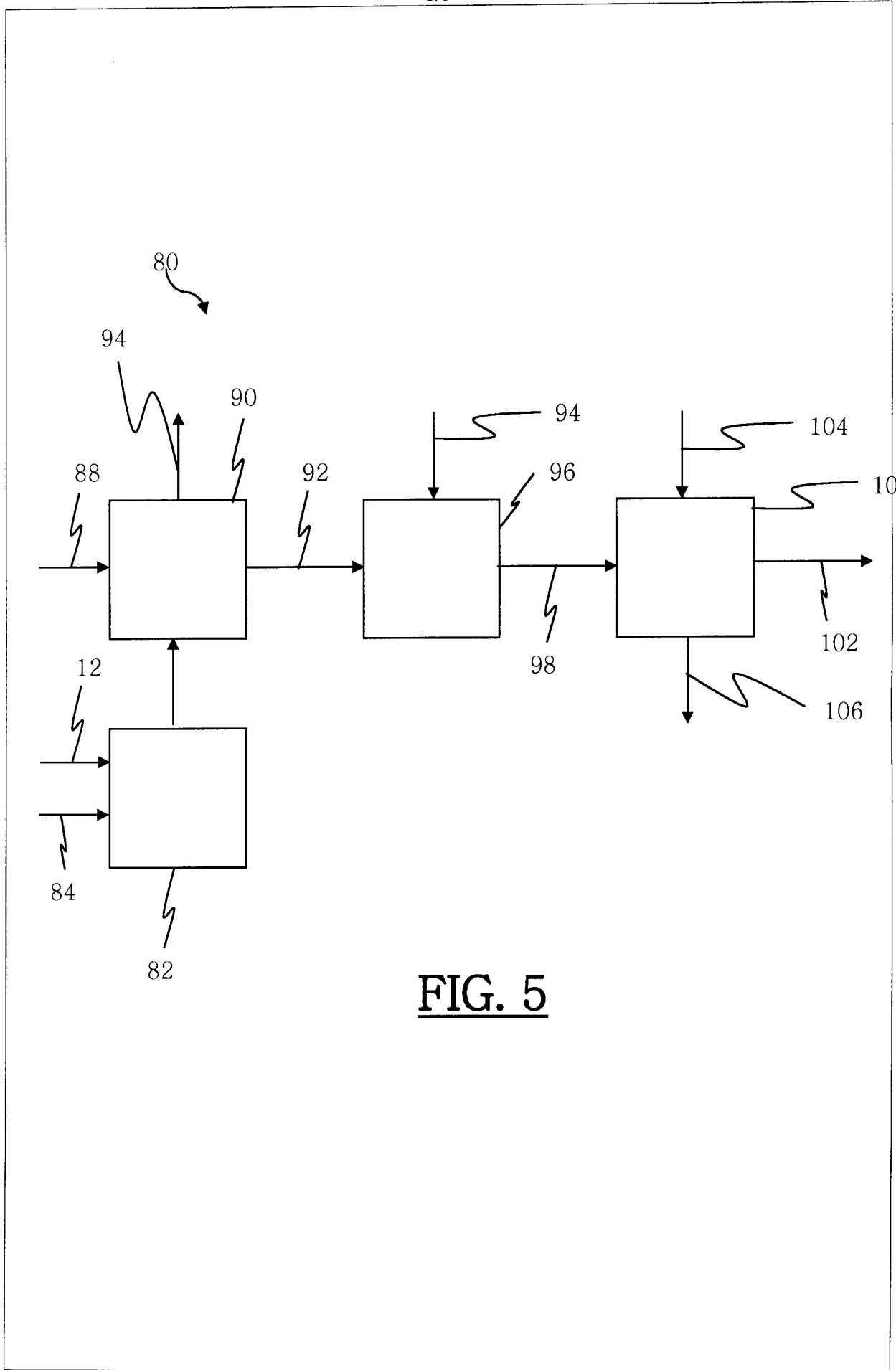
FIG. 2

*P*



**FIG. 3**





**FIG. 5**

1

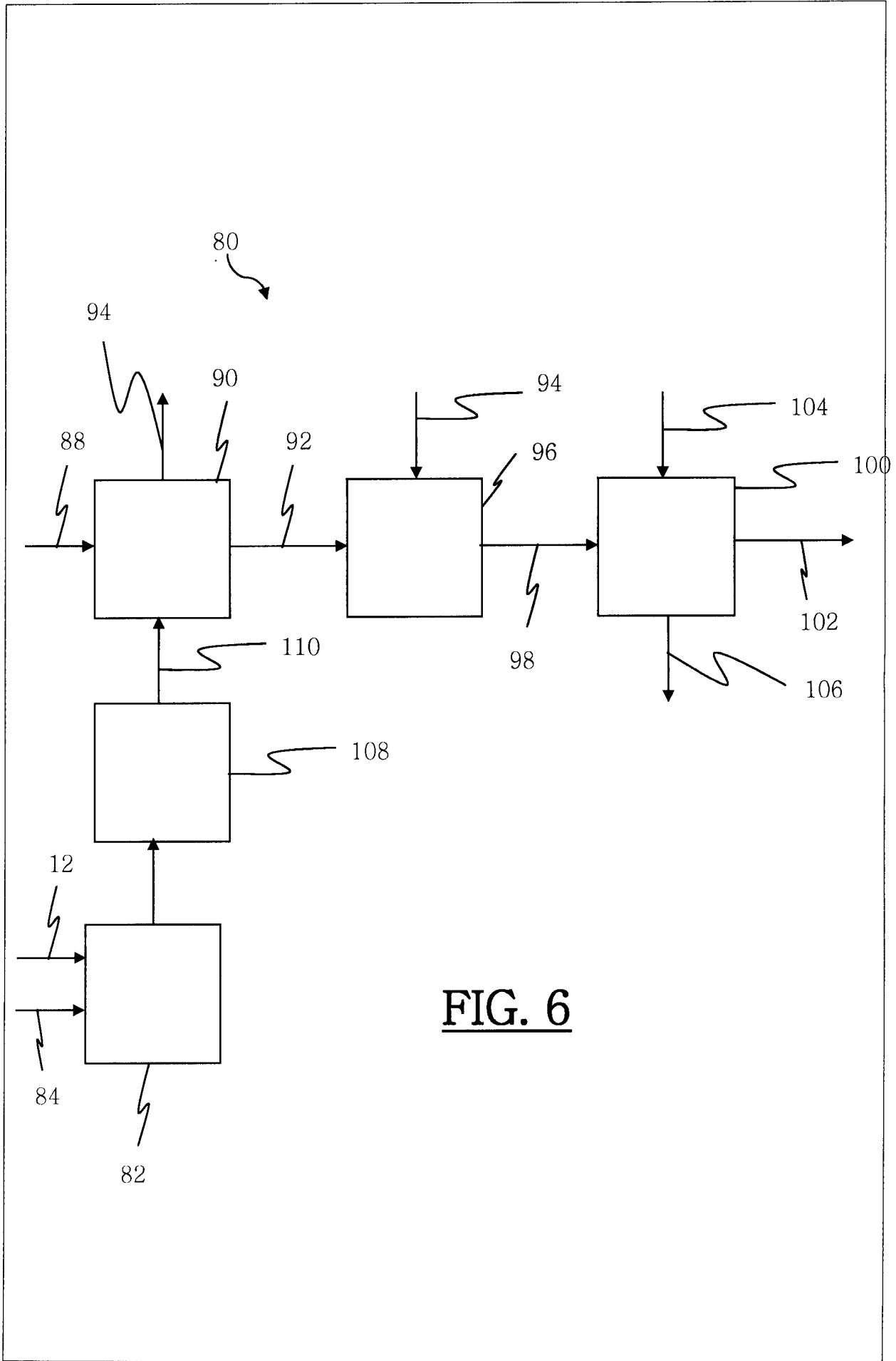


FIG. 6