

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº 1	AÑO 1968

03.68.11

MP - 1/3

(MP-E-Hd 75)

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION
GERENCIA DE MATERIAS PRIMAS

INFORME FINAL DE BECA DE PERFECCIONAMIENTO
TECNICO EN LA JUNTA DE ENERGIA NUCLEAR
DE ESPAÑA

Carlos T. Soler

Servicio Hidrometalurgia - Departamento de Elaboración

Buenos Aires - Marzo 1968

INFORME FINAL DE BECA DE PERFECCIONAMIENTO TECNICO
EN LA JUNTA DE ENERGIA NUCLEAR DE ESPAÑA

Lic. CARLOS T. SOLER

T E M A R I O

1. RESUMEN Y AGRADECIMIENTOS

2. APLICACION DE METODOS ESTADISTICOS AL TRATAMIENTO DE MINERALES

2.1. Introducción

2.2. Estudios teóricos

2.2.1. Campo de aplicación

2.2.2. Conceptos fundamentales

2.2.3. Diseños estadísticos

2.3. Investigación Experimental

2.3.1. Ejemplo de aplicación de métodos estadísticos

2.3.2. Realización de ensayos

2.3.3. Informe interno (JEN) y publicación

2.4. Conclusiones

2.5. Referencias bibliográficas

3. INFORMACION SOBRE RECUPERACION DE SUB-PRODUCTOS Y EXTRACCION LIQUIDO - LIQUIDO

3.1. Recuperación de cobre por extracción líquido-líquido

3.2. Recuperación de vanadio

3.2.1. Extracción sólido-líquido

3.2.2. Recuperación por extracción líquido-líquido
y por precipitación

3.3. Extracción de uranio por solventes

3.4. Referencias bibliográficas

4. INFORMACION SOBRE OTRAS DISCIPLINAS AFINES

- 4.1. Técnicas de lecho fluido y purificación nuclear
- 4.2. Planta de obtención de uranio metálico
- 4.3. División de Química
- 4.4. Referencias bibliográficas

5. VISITA A LA FABRICA DE URANIO "GRAL. HERNANDEZ VIDAL" (Andújar)

- 5.1. Introducción
- 5.2. Minerales tratados
- 5.3. Síntesis del tratamiento
- 5.4. Observaciones
 - 5.4.1. Precipitación
 - 5.4.2. Planta piloto de extracción de uranio con solventes
- 5.5. Referencias bibliográficas

6. VARIOS

- 6.1. Participación en el XXXVII Congreso Internacional de Química Industrial
- 6.2. Curso de programación para el cálculo electrónico
- 6.3. Visita al Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas
- 6.4. Elevación de informes parciales
- 6.5. Referencias bibliográficas

7. APENDICE

SOLER, C.T. - ESTUDIO DEL TRATAMIENTO DEL MINERAL DE CORCOLES-1
PREPARACION DE SOLUCIONES A PARTIR DEL LOTE :
12.02.

- Informe R. 20.67 - Sección Tratamiento de Minerales (JEN). 1967.

oooOooo

1.

RESUMEN Y AGRADECIMIENTOS

En el presente informe se resumen los estudios realizados por el suscripto como becario del Organismo Internacional de Energía Atómica en la Junta de Energía Nuclear de España, durante el período comprendido entre el 11 de abril de 1967 y el 2 de enero de 1968.

Estos estudios se desarrollaron principalmente en instalaciones que la Sección de Tratamiento de Minerales posee en el Centro Nacional de Energía Nuclear "JUAN VIGON" de Madrid, habiéndose visitado también la fábrica de Uranio "GRAL. HERNANDEZ VIDAL", ubicada en la localidad de Andújar, así como otros laboratorios y plantas piloto existentes en el Centro mencionado en primer término, en especial los del Grupo Compuestos de Uranio, dedicados a los tratamientos en lecho fluido.

En la Sección mencionada en primer término el suscripto realizó estudios experimentales de tratamientos de minerales de uranio, comprendiendo la aplicación de los métodos estadísticos a los ensayos realizados de lixiviación ácida y alcalina del mineral de Córcoles los que se complementaron con estudios de molienda y separación sólido-líquido.

Con los ensayos realizados se redactó el trabajo titulado "ESTUDIO DE LIXIVIACION DE UN MINERAL SEDIMENTARIO DE URANIO", que se presentó al : XXXVII Congreso Internacional de Química Industrial, realizado en Madrid del 4 al 12 de noviembre de 1967. Se redactó además un informe interno para la Sección de Tratamiento de Minerales, el cual se adjunta al presente informe.

Deseo destacar que en todo el tiempo que permanecí en la Junta de Energía Nuclear, me sentí constantemente apoyado por todas las personas con quienes traté. Entre ellas deseo citar a los Sres. D. LUIS GUTIERREZ JODRA, Jefe de la Dirección de Plantas Piloto e Industriales, D. JOSE L. OTERO DE LA GAN-

DARA, Jefe de la División de Materiales, D. JOSE M. JOSA GARCIA, Jefe de la Sección de Tratamiento de Minerales, D. PABLO GARCOS NADAL, Jefe del Grupo Lixiviación y D. ALBERTO RODRIGO OTERO, Jefe del Grupo Compuestos del Uranio, a quienes en varias ocasiones expresé mi agradecimiento.

Finalmente deseo aprovechar esta ocasión para manifestar mi gratitud a las autoridades de la COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA y del OIEA, que hicieron posible la realización de estos estudios, esperando que los conocimientos adquiridos me permitan retribuir los beneficios otorgados.

2. APLICACION DE METODOS ESTADISTICOS AL TRATAMIENTO DE MINERALES

2.1. Introducción:

Durante el período en que se realizaron los estudios objeto de este informe, se dedicó atención preferente al tratamiento de minerales de uranio, y, dentro de este tema general, se prestó particular atención a la aplicación de métodos estadísticos, tanto en el aspecto de programación como en el de análisis de los resultados de los ensayos.

Para realizar estos trabajos el suscripto se incorporó a la Sección de Tratamiento de Minerales, donde contó con la dirección y permanente aliento del Sr. Jefe de la misma, D. JOSE M. JOSA GARCIA y del Sr. Jefe del Grupo Lixiviación D. PABLO GASOS NADAL, así como con el apoyo técnico y la cordialidad del resto del personal.

El estudio teórico-práctico se realizó en base al tratamiento del mineral de Córcoles, Pozo San José (Lote 12/02), que es de tipo arcilloso-calcáreo. Se comenzó con un estudio de los diferentes aspectos teóricos involucrados en los métodos estadísticos, contándose para ello con la bibliografía suministrada por los Jefes mencionados (1 a 7). En esta etapa se estudió también la información existente sobre dicho mineral y, en general, diversos informes internos y publicaciones del personal técnico de la Sección sobre el tema de tratamiento de minerales (8-9). Con respecto a estudios teóricos cabe agregar que, con posterioridad a la finalización de la parte experimental, se siguió un curso de programación para cálculo electrónico, según el sistema FORTRAN II (10), para la calculadora Remington que posee la JEN, dada la importancia que este tipo de cálculo posee para el análisis estadístico, siendo utilizado habitualmente en la Sección de la manera que más adelante se detallará.

Luego de realizados los estudios teóricos que se mencionaron en primer término se pasó a la parte experimental, comenzándose con ensayos de lixiviación del mineral ci-

tado. Contando con los resultados de los ensayos que se habían realizado anteriormente, se programó la realización de experiencias de lixiviación en medio ácido y en medio alcalino, empleándose para ello diseños factoriales 2^n . Una vez conocidos los resultados de estos ensayos y realizados los correspondientes análisis estadísticos (en especial el análisis de la varianza) se realizó un estudio de los costos de lixiviación para fijar las condiciones óptimas de operación. El estudio experimental se completó con ensayos de molienda y un estudio de sedimentación. En el primer caso se siguió un método normalizado (11) para determinar las necesidades de equipo y energía para la molienda de 1000 t/día de este mineral. En el segundo se utilizó el método normalizado en el laboratorio (12), determinándose superficie de espesadores y concentración de descarga para pulpas lixiviadas en las condiciones elegidas en medios ácido y alcalino.

Dado que se adjunta el informe interno redactado para la JEN, no se dan más detalles sobre los resultados obtenidos, que fueron además publicados (13).

2.2 Estudios teóricos

2.2.1. Campo de aplicación:

Como introducción al tema se destacan algunos conceptos de diversos autores sobre el tema.

DAVIES (2) opina que "siempre que un problema involucre el uso de datos sujetos a apreciables errores experimentales, los métodos estadísticos proporcionan los únicos medios de tratamiento completos y lógicos no existiendo alternativas que sean ^{tan} satisfactorias. Cuando un experimentador confía en su propio juicio para evaluar los resultados de su trabajo, él aplica, o así debería hacerlo, criterios similares a los que podrían haber constituido la base de un ensayo estadístico, pero sin la disciplina numérica requerida por el ensayo. Mientras se trate de efectos grandes en comparación con las variaciones aleatorias, tal procedimiento puede ser satisfactorio. Sin embargo, cuando estas variaciones se hacen considerables comparadas con los efectos,

las deducciones pueden resultar erróneas y no pueden considerarse como alternativas satisfactorias de los estrictos ensayos estadísticos".

Mas adelante agrega: "En la investigación de un problema dado, en especial de los tipos (d) y (e)*, existen habitualmente dos posibles métodos de acceso: el investigador puede decidir el estudio de las relaciones fundamentales que afectan al proceso considerado, o bien puede adoptar un método empírico, estudiando directamente los efectos de varios cambios en el proceso. En el primer caso el experimentador puede estudiar, por ejemplo, las velocidades y constantes de equilibrio de las distintas reacciones químicas que integran el proceso, junto con los coeficientes de transferencia de masa, permeabilidades y otras magnitudes físicas concernientes al mismo. Luego, tomando como base dichos datos, el investigador tratará de predecir las mejores condiciones para operar el proceso y el efecto de cambiar cualesquiera de las condiciones. Sin embargo, si adopta el acceso empírico medirá directamente los efectos de varios cambios en las condiciones, sin abocarse necesariamente a determinar los mecanismos que producen los efectos observados. Este último enfoque tiene que usarse con frecuencia en investigación industrial cuando los problemas son tan complejos que el estudio de las causas fundamentales de los numerosos efectos observados involucraría una cantidad de trabajo prohibitiva. En tales casos las investigaciones empíricas usando diseños experimentales basados en principios estadísticos proporciona los medios económicos para obtener la información práctica necesaria. Aún cuando se haya emprendido un estudio de tipo teórico frecuentemente sucede que, dado que éste se ha basado en una simplificación del sistema real, el ajuste final de un proceso en escala industrial para hallar las condiciones óptimas, debe realizarse empíricamente".

La investigación para hallar las condiciones óptimas de algunos tratamientos de minerales, y en especial la

* d: Investigaciones de laboratorio sobre procesos químicos

e: Investigaciones sobre la operación de plantas químicas y procesos de manufactura.

lixiviación, puede colocarse sin duda entre la clase de procesos que requieren un estudio empírico de los efectos de las variables de interés, dado que el estudio de las causas fundamentales de los efectos observados sería de gran complejidad técnica, además de excesivamente caro. En esta rama de la investigación aplicada no se conocen casos de fijación de condiciones de tratamiento de minerales de uranio en escala de producción en base a estudios teóricos de las causas fundamentales. Esto sin embargo no exime al operador, en éste como en otros capítulos de la investigación química tecnológica, de un conocimiento general del comportamiento de un mineral ante los distintos agentes físicos y químicos empleados, por lo que en todo estudio empírico es necesario contar previamente con una serie de datos, como los que se derivan de los análisis químicos, mineralógicos, etc. Cabe agregar que en la bibliografía mundial figuran varios interesantes trabajos de investigación fundamental que cubren diferentes aspectos parciales de la extracción sólido-líquido de minerales de uranio (14.15 entre otros) que ayudan al operador en la programación e interpretación de los estudios experimentales. Además, en el caso de emplearse métodos estadísticos, éstos deberán ir precedidos por una serie de ensayos orientativos que den al operador una idea aproximada de las magnitudes de los factores a investigar.

2.2.2. Conceptos fundamentales:

Previamente a la iniciación de la parte práctica se estudiaron los distintos aspectos teóricos que el tema involucra.

A continuación se enumeran brevemente los temas a los que se prestó atención en esta parte del estudio.

Distribuciones de frecuencia: Para describir numéricamente las características principales de una distribución se emplean las medidas de posición y las de dispersión, así como la forma de la curva o forma general de distribución.

Entre las primeras se pueden citar la

media aritmética, la media geométrica, la media armónica, así como la mediana y la moda.

Entre las medidas de dispersión se dedicó atención a la

$$\text{varianza : } s^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N-1}$$

y a la

$$\text{desviación típica s: } \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N-1}}$$

Con respecto a la forma de la distribución se prestó atención a la normal o de GAUSS, dado que para casi todas las distribuciones originales, la de las medias muestrales tiende rápidamente a la distribución normal a medida que el tamaño de la muestra crece.

Se estudiaron distintos métodos de cálculo de las medidas indicadas anteriormente, como por ejemplo los utilizados en el caso del cálculo de la varianza, donde la suma de cuadrados $\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2$ se reagrupa en su equivalente $\sum x^2 - (\sum x)^2/N$.

Otros conceptos repasados fueron el error típico de la media aritmética. El error típico de la media de n observaciones es igual a: $\frac{\sigma}{\sqrt{n}}$ siendo σ la desviación típica de la población.

Si la distribución es normal el error típico de los estimadores muestrales de la varianza es $\frac{\sigma^2}{\sqrt{2n}}$ siendo n el número de grados de libertad.

Límites de confianza y dácimas de significación

El cálculo de una cantidad tal como un promedio está sujeto a error, pero se pueden calcular límites de confian-

za superior e inferior, de modo tal que con un cierto grado de confianza se puede afirmar que la cantidad calculada no será mayor ni menor que los límites antedichos, es decir que estará comprendida en el intervalo de confianza.

$$\text{Límite de confianza inferior} = \bar{x} - u_{\alpha} \sigma / \sqrt{n}$$

$$\text{Límite de confianza superior} = \bar{x} + u_{\alpha} \sigma / \sqrt{n}$$

u_{α} : valor que se halla en tablas, conociendo la probabilidad

En la práctica se sustituye generalmente la función u por la función t , teniendo en cuenta que $\bar{x}$ y s son estimadores de μ y σ (media y varianza cuando se conocen la totalidad de los datos del universo o población).

Dichas funciones (u y t) tienen valores próximos cuando el número de grados de libertad es grande, y por el contrario, se van diferenciando a medida que éstos decrecen, haciendo que los límites de confianza sean más amplios dado que la inseguridad es mayor.

También se estudió la aplicación de estos conceptos a la comparación entre dos valores medios para determinar si estadísticamente existen diferencias entre ellos.

Del mismo modo se estudiaron los métodos de cálculo de los límites de confianza para la desviación típica, mediante el empleo de tablas basadas en los grados de libertad y en las probabilidades de que los límites no excederán los valores que da la tabla.

Pruebas de significación

Estas pruebas se utilizan por ejemplo, cuando se desea saber si una serie de medidas determinadas para un nivel de una variable difieren de los valores hallados para otro nivel de la variable estudiada. Las medias correspondientes a cada nivel pueden ser

diferentes debido a las variaciones muestrales, y es necesario evitar la conclusión de que la media verdadera cambia de un nivel a otro si ello no es cierto.

Se establece una hipótesis, denominada hipótesis nula, la que en el ejemplo anterior (comparación de medias) significa suponer como base para el cálculo, que no hay diferencias en los valores de la variable a distintos niveles. Luego se calcula la probabilidad de hallar una desviación tan grande como la observada en el supuesto de que la hipótesis nula sea cierta, utilizando los conceptos de límite de significación con distintos grados de probabilidad, o niveles de significación.

De forma parecida se comparan las varianzas de dos muestras, empleándose la distribución F, que se toma de tablas. La técnica del análisis de la varianza permite aislar y estimar las variaciones debidas a las distintas causas en juego. Más adelante se describe esto con mayor detalle al tratar de los diseños factoriales.

2.2.3. Diseños Estadísticos:

Entre los métodos empíricos aplicables al tratamiento de minerales, se destacan por su utilidad aquéllos que implican la utilización de diseño y análisis estadísticos, de cuyas ventajas ya se ha hablado más arriba.

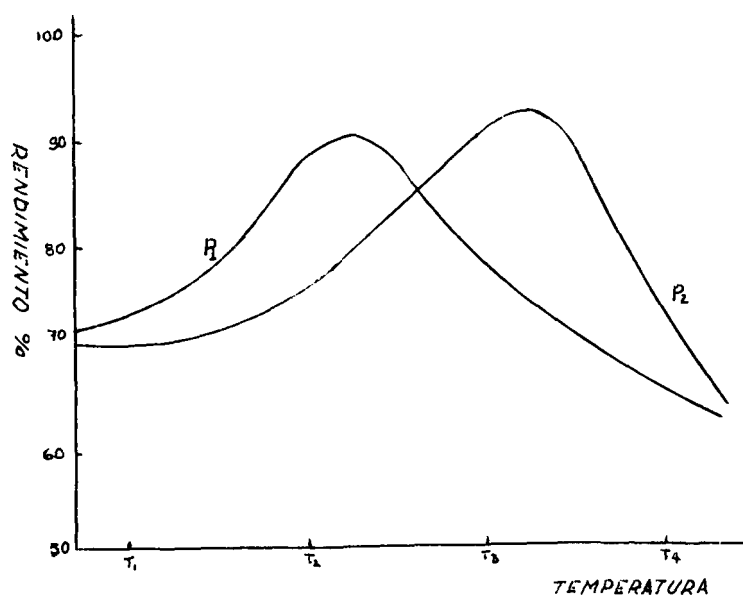
Los diseños factoriales se encuentran entre los más ampliamente usados en la programación estadística de experiencias.

Frecuentemente en investigaciones científicas, particularmente si se adopta un enfoque empírico, surgen problemas en los cuales se necesita evaluar los efectos de un número de factores diferentes sobre alguna propiedad o proceso. Tales problemas habitualmente pueden investigarse más económicamente de acuerdo con un plan ordenado en el cual todos los factores son variados de un modo regular. Si el plan se ha elegido correctamente es posible luego determinar no solamente el efecto de cada factor individual sino tam-

bién la forma en que cada efecto depende de los otros factores (es decir las interacciones). Esto hace posible obtener un panorama más completo de lo que podría obtenerse variando un factor por vez mientras se mantienen los otros constantes. Además los diseños de esta clase se prestan para el análisis estadístico y pueden dar sus propias estimaciones del error experimental si es necesario. En este campo el diseño y análisis de los resultados están estrechamente relacionados, y el trabajo experimental no planeado puede confundir los efectos buscados en tal forma que se sacrifica una buena parte de la información (2).

La importancia que puede adquirir el estudio de las interacciones se ilustra con la figura adjunta (2) que da los rendimientos de una reacción química a diferentes presiones y temperaturas.

Los efectos de cambiar la presión de P_1 a P_2 son muy diferentes según los niveles del factor temperatura.



2.3. Investigación experimental:

2.3.1. Ejemplo de aplicación de métodos estadísticos:

A continuación se describe brevemente el orden de las operaciones y cálculos necesarios para la realización de ensayos siguiendo un planteo factorial y el análisis estadístico correspondiente.

En primer término deben realizarse los ensayos orientativos necesarios para estudiar una manera aproximada la influencia de las distintas variables. Ello permite al realizar el estudio estadístico, evitar la realización de una cantidad innecesaria de ensayos, con los ahorros consiguientes.

Una vez en posesión de dichos datos aproximados se fijan las variables y sus niveles a investigar estadísticamente. Tomando como ejemplo los ensayos de lixiviación alcalina reproducidos en la Tabla 9 del adjunto informe, vemos que se ha elegido un diseño factorial de cuatro variables en dos niveles, según el esquema adjunto.

Variable	Niveles	
Símbolo utilizado	1	2
D, Dosis de reactivo*, kg/t	75	100
C, Temperatura, °C	80	90
B, Duración del ataque, h	12	24
A, Granulometría, mallas Tyler	-35	-100

* Mezcla de CO_3Na_2 (80%) y CO_3HNa (20%)

Se adoptó un plan factorial completo realizándose diez y seis ensayos, es decir un ensayo con cada una

de las combinaciones posibles.

Una vez realizados los ensayos y obtenidos los datos analíticos se realizan los cálculos de % de variación de peso, pérdida de uranio en residuo, ley recalculada del mineral en base a los contenidos en líquidos y residuo y el por ciento de uranio soluble. Estos cálculos los realiza la calculadora electrónica de la JEN, en base a un programa (FSL) establecido para ello en la sección. Este tipo de cálculo permite, además del consabido ahorro de tiempo la obtención de algunos datos adicionales tales como la ley media recalculada y su desviación típica, por lo que constituye un valioso aporte en la resolución de este tipo de planteos.

Si del examen de estos valores no se visualizan posibles errores analíticos se pasa a la realización del análisis de la varianza.

Para ello se pueden seguir dos métodos de cálculo, uno electrónico siguiendo un programa pre-establecido (F2N) y otro siguiendo el método de YATES (2), en base a las pérdidas de uranio en los residuos en ambos casos. En la Tabla 10 del informe adjunto se indica el análisis de la varianza realizado.

Ya se ha aclarado el significado de los términos sumas de cuadrados, grados de libertad y nivel de significación. El cuadrado medio es el cociente de los dos primeros y es el estimador de la varianza. El efecto, en g U_3O_8/t es, para cada tratamiento, el cambio medio producido en la respuesta al cambiar el nivel del factor. La interacción de dos factores, en el caso ejemplificado, donde cada uno está a dos niveles, mide la diferencia de los efectos de un factor a cada uno de los dos niveles de otro. Del mismo modo se definen las interacciones de orden superior (tres y cuatro factores en este caso).

En un estudio de este tipo son probables los efectos de los factores principales y las interacciones de dos factores, siendo menos probables las interacciones de tres y muy poco probables las de más factores, de forma que, al no existir estos efectos, los correspondientes cuadrados medios serán debidos a la varianza del

error y pueden tomarse como estimación de ella englobando todas las interacciones no significativas.

Con dicho valor y mediante la prueba F se analiza la significación de los efectos, haciendo la comparación con los cuadrados medios respectivos.

En la Tabla 10 se ve que han alcanzado significación los efectos A, B, y D, y las interacciones AB y AC y se consiguen las magnitudes de cada uno.

Aquellos efectos que no resultan significativos tienen magnitud nula.

A partir de los efectos estimados en la forma anterior se pueden recalcular las respuestas más probables (pérdida de uranio en residuos) para cada combinación de tratamiento ensayada, que diferirá de la medida experimental si hay efectos no significativos.

Finalmente en base a éstas se puede hacer un balance económico para tomar decisiones para la continuación del estudio. En la Tabla 14 se analizan los costos de cada combinación de tratamiento fijado y en base a ellos se han fijado las siguientes condiciones de lixiviación.

Dosis de mezcla CO_3Na_2 - CO_3HNa (80-20%), kg/t:	75
Tiempo de ataque, h.	24
Temperatura, °C	80
Relación líquido/sólido	1,5
Sin oxidante	

La respuesta a obtener en estas condiciones es un residuo con

$$241 \pm 21 \text{ g } \text{U}_3\text{O}_8/\text{t}$$

(límites de confianza del 95%) equivalente a una solubilización del $88,5 \pm 1 \%$ del total existente en la alimentación.

2.3.2.. Realización de ensayos

Con respecto a la realización experimental ya se han dado los detalles en el adjunto informe interno elevado por el suscripto al señor Jefe de la Sección Tratamiento de Minerales de la JEN.

Por ello sólo se agregarán aquí algunas apreciaciones referentes a organización del laboratorio, aparatos, etc.

El laboratorio está preparado para la realización de un gran volumen de trabajo, habiendo personal presente desde las 08:00 hasta las 24:00 hs y cuando es necesario se cubren las horas restantes.

Con respecto al desarrollo de los estudios de un mineral, podemos decir que, normalmente, el mismo comienza con la llegada de un lote de 20 toneladas, que es muestreado utilizando la "torre de desmuestre". Se obtienen 80 kg de muestra final.

Luego, al comenzar un estudio de lixiviación, el mineral se divide, por muestreo mecánico, en porciones de, generalmente, 100 g, que se colocan en bolsitas de polietileno. Estas se cierran herméticamente con el soldador ad-hoc que el laboratorio posee y se almacenan formando una reserva que alcanza para la realización de casi todos los ensayos previstos en el estudio estadístico. Además, se dispone para esta etapa de preparación de muestras de un molino oscilante a discos, en escala de laboratorio, juego de tamices con su agitador, balanza y otros accesorios normales en estos casos.

Los ensayos con planteo estadístico se realizan en un "tren de lixiviación con reactores estancos", que permite la realización de seis ensayos simultáneos. Los seis reactores están distribuidos en tres baños de agua termostatizados que permiten ensayar así tres temperaturas a un tiempo. Los reactores son de acero inoxidable con agitación mecánica y llevan una tapa abulonada, que tiene un pequeño depósito por el que circula agua fría durante toda la realización del ensayo. Normalmente se trabaja, en dichos reactores, con 100 g. de mineral.

otros

No hay detalles notables en el laboratorio Podría agregarse que una buena parte de los utensilios que en otros laboratorios son de vidrio o porcelana, se construyen aquí de acero inoxidable por su mayor duración. Ya se ha citado el empleo de reactores para la lixiviación de acero inoxidable. A esto puede agregarse embudos de Büchner, sustitutos de los vidrios de reloj, etc.

En esta línea se puede agregar con respecto a los tanques Pachuca de laboratorio, que recientemente se han sustituido los anteriores de vidrio por otros de acero inoxidable.

2.3.3. Informe Interno (JEN) y publicación:

Como ya se dijo, se redactó con todo el trabajo realizado un informe interno de la sección Tratamiento de Minerales que recibió el número R.20.67, un ejemplar del cual se adjunta. Además un resumen del mismo se presentó al XXXVII Congreso Internacional de Química Industrial, realizado en Madrid del 4 al 12 de noviembre de 1967 (13).

2.4. Conclusiones

No se abundará aquí en lo referente a las conclusiones del trabajo experimental, que se describen en el informe adjunto (ver puntos 2 y 8 del mismo). En cambio considero oportuno expresar mi opinión en el sentido de que la aplicación de los métodos estadísticos a nuestros estudios de tratamiento de minerales constituirá un valioso auxiliar de la investigación, que permitirá ganar en seguridad de resultados y economía de ensayos, asegurando en conjunto una mayor racionalización del trabajo.

Asimismo considero provechoso para la marcha futura de nuestros estudios, haber tenido oportunidad de trabajar y observar la organización de un laboratorio que, en ese sentido puede considerarse modelo.

2.5. Referencias bibliográficas:

1. DAVIES, O.L. Métodos estadísticos aplicados a la investigación y a la producción,
2a. edición Ed. Aguilar, Madrid, 1965.
2. DAVIES, O.L. The Design and Analysis of Industrial Experiments.
Ed. Oliverand Boyd, London, 1956.
3. FISHER, R.A. Tablas estadísticas.
Ed. Aguilar
YATES F. Madrid, 1954
4. GASOS, P. Estudio de la lixiviación de los minerales de uranio en pizarras de la zona de Salamanca.
Tesis doctoral, Universidad de Madrid, 1967.
5. GASOS, P. Lixiviación del mineral del Pozo 11.
JEN. Sección Tratamiento de Minerales, Madrid, 1964
6. GASOS, P. Los diseños estadísticos de investigación aplicada.
JEN, Sección Tratamiento de Minerales.
y JOSA, J.M. Madrid, 1965.
7. VOLK, W. Applied Statistics for Engineers.
Mc Graw-Hill, New York, 1958.
8. JOSA, J.M. Recuperación del uranio de los minerales españoles.
ESCUDERO, E. Energía Nuclear (Madrid)
CORDERO, G. 5, (17), 49 (1961).
9. JOSA, J.M. Tratamiento de minerales de Uranio en España
(Status report). Comunicación PL.198/22 al OIEA.
"Grupo de trabajo sobre tratamiento de menas de uranio de baja ley" (Viena, junio-julio 1966).
10. IGLESIAS, T. Fortran II. Manual de Programación para la Univac-UCT de la JEN.

11. GASOS,P. Ensayos de Molienda. Normas.
JEN. D.M.Sección Plantas Piloto. Madrid, 1962.
12. GASOS,P. Ensayos de sedimentación en tubos. Normas.
JEN, D.M. Sección Plantas Piloto.
13. SOLER,C.T. "Estudio de lixiviación de un mineral sedimentario
de uranio".
Resumen 8-215. Programa del XXXVII Congreso Inter-
nacional de Química Industrial. Madrid 4-12 de no-
viembre de 1967. Chimie et Industrie. Génie Chimi-
que, vol 98, N° 19 bis - Noviembre de 1967.
14. BUNCE, W.E. The solubility of sodium uranyl carbonate in water
et al. and in solutions of various salts. USAEC Report M-
4238, 1947.
15. SCHORTMANN, Kinetics of Dissolution of Uranium dioxide in carbo-
W.E. and nate-bicarbonate solutions.
DE SESA,M.A. USAEC, Report WIN-89, 1958

3. INFORMACION SOBRE RECUPERACION DE SUBPRODUCTOS Y EXTRACCION LIQUIDO-LIQUIDO

3.1. Recuperación de cobre por extracción líquido-líquido

El interés mundial despertado por la recuperación de cobre de líquidos de lixiviación se ha reflejado en el interés prestado a dicho tema por la Sección Tratamiento de Minerales de la JEN pues, pese a que ya no se explota el yacimiento de uranio y cobre de Santa María de la Cabeza (ver 5.2), existen posibilidades de aplicar dicha técnica a otros minerales.

Dado el interés permanente de la CNEA por estos temas, el suscripto se interesó, durante su permanencia en la JEN, por los trabajos desarrollados hasta ahora en el laboratorio de extracción líquido-líquido de dicha Sección, por el Dr. J.M. REGIFE, por cuya amabilidad pudo interiorizarse en los detalles de estos trabajos, y cambiar ideas sobre estos y similares estudios.

Se comentaron diversos trabajos realizados por varios investigadores en todo el mundo, cotejándose las distintas posibilidades de cada extractante ensavado. En lo referente a los trabajos de FLETCHER (1) sobre extracción con ácidos nafténicos y "versáticos", la experiencia obtenida en este laboratorio es pesimista con respecto a sus posibilidades de aplicación industrial, lo que corrobora la experiencia lograda por la División Desarrollos de Procesos hace varios años. El mismo resultado se obtuvo del estudio del ácido abiético. Con respecto al ácido α bromo láurico (2) no han realizado estudios experimentales.

El extractante LIX 64, producido por la GENERAL MILLS (3) fué objeto de mucha atención en el laboratorio, habiéndose desarrollado un interesante trabajo experimental.

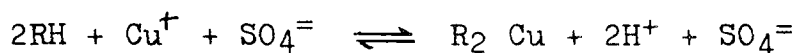
En opinión del Sr. REGIFE, este producto pasará a incorporarse a la práctica de la hidrometalurgia en escala industrial, dado su indudable valor. Sin embargo cree que su campo de aplicación estará en líquidos con bajo contenido de cobre (< 5 g/l) y pH alto ($> 1,8$) como por ejemplo para líquidos de lixiviación en pilas.

Se han determinado las isotermas de extracción con solución de LIX 64 al 10% v/v, a partir de soluciones acuosas conteniendo 3 g Cu/l y 45 g $\text{SO}_4^{=}$ /l, a los siguientes pH: 1,7; 2,0; 2,2; 2,3; 2,6 y 3,0. Los porcentajes de saturación del solvente crecen con estos pH y las isotermas se distribuyen una a continuación de otra sin interferirse.

Con la solución acuosa mencionada en primer término, a pH 2,7, se estudió la influencia de distintas concentraciones de LIX 64, hasta 20%, comprobándose que la concentración de saturación de cobre en la solución orgánica, crece en proporción directa al aumento de contenido del reactivo LIX en la misma.

Se estudió el aumento de acidez de la solución acuosa a medida que el cobre es extraído, construyéndose un diagrama de equilibrio aproximado, teniendo en cuenta los cambios en los coeficientes de extracción a medida que el pH baja.

Además han estudiado la posible constitución química del LIX 64, lo que les ha permitido creer que el producto tiene la fórmula RH_2 en lugar de la propuesta por AGERS RH . Según el caso las reacciones serían



Al bajar la concentración de cobre la velocidad de extracción es menor. Pero el hierro que no molesta cuando el tiempo de retención es corto, aumenta su coeficiente de extracción al aumentar dicho tiempo. Por eso ellos han ensayado poner una etapa de lavado con solución de FHNH_4 al 2%. El inconveniente de esto radica en su mayor incidencia en los costos.

Las pérdidas de solución orgánica resultaron menores de 0,01 ml/l de solución acuosa.

En términos generales se puede observar la coincidencia existente entre estos resultados y los obtenidos en la Division Desarrollo de Procesos (4).

3.2. Recuperación de vanadio

El suscripto se interesó en los trabajos realizados con el mineral "EUREKA" de un particular, que contiene uranio, vanadio y cobre, interiorizándose tanto en la extracción sólido-líquido (5 y 6) como en la extracción líquido-líquido. (7).

3.2.1. Extracción sólido-líquido:

La composición media de la muestra estudiada de este mineral era:

U308 ...	0.41 %
V205 ...	0,86 %
Cu ...	2,61 %

Se hicieron estudios de lixiviación estática ensayando la influencia de las variables siguientes: dosis de reactivos (SO_4H_2 nueve dosis acumulativas desde 22 a 200 kg/t y ClO_3Na nueve dosis acumulativas desde 0,72 a 6,5 kg/t) caudal de riego (3,5; 7; 14 y 28 l/h.t) y altura de lecho de mineral (0,45; 0,90 y 1,80 m). Se empleó solución de 75 g SO_4H_2 /l y 2,43 g ClO_3Na /l, que se distribuyó, como queda dicho en 9 riegos de 267 l/t. Los caudales citados corresponden a los tiempos (riego más maduración) de 35, 19, 11 y 7 días.

Para una dosis final de 200 kg SO_4H_2 /t y 6,5 kg ClO_3Na /t se obtuvo una recuperación de uranio de 94, % en 19 d. Este trabajo se realizó en escalas de laboratorio y piloto. Los rendimientos obtenidos por disolución de vanadio son bajos, estando comprendidos entre 20,6 y 39.2 % para dosis finales de 200 kg SO_4H_2 /t y 6,5 kg ClO_3Na /t. Las concentraciones en los líquidos oscilan entre 0.9 y 2,6 g V_2O_5 /l. El análisis de la varianza demostró que eran muy significativos los efectos de las variables siguientes.

- a) El aumento de la altura de lecho
- b) La disminución del caudal de riego o aumento del tiempo

- c) El aumento de la dosis de reactivos
- d) La interacción altura de lecho-caudal de riego.
- e) La interacción caudal de riego-dosis de reactivos.

3.2.2. Recuperación por extracción líquido-líquido y por precipitación:

Una de las soluciones ensayadas tenía la siguiente composición:

U_3O_8	g/l	...	3,93
V_2O_5	g/l	...	2,07
Cu	g/l	...	13,8
Fe total "		...	8,3

El contenido de vanadio se consideraba bajo para emplear solventes pero se ensayaron la extracción con aminas, previa oxidación y la extracción con ácidos fosfóricos previa reducción.

En el primer caso se empleaba ClO_3Na como oxidante, pero esto no resultaba económico. Se empleó ALAMINE 336 al 5% v/v en kerosene con 3% v/v de alcohol decílico. La pronunciada forma de S obtenida en la isoterma de extracción eliminó el empleo de esta amina. En el mejor de los casos, con la solución acuosa a pH 2,1 la recuperación sería inferior a 70%.

La extracción con ácidos alquil fosfóricos (Di-2-EHPA) se realizó sobre líquidos previamente reducidos con hierro metálico para cementar el cobre. Se empleó una solución de Di-2-EHPA 6 % en kerosene con 3 % v/v de TBP. Se ensayó con soluciones acuosa pH 2-2,3. La baja ley de vanadio no favorece la extracción aunque se cree que resultaría factible con concentraciones mayores de vanadio. Además la cantidad de hierro introducido durante la cementación del cobre, sumado al que proviene del mineral, aunque se halla en estado ferroso al principio, puede oxidarse por el aire y entonces es extraído junto con

el vanadio impurificándolo.

Por ello se estudió la precipitación por cambio de pH de la solución, habiéndose ensayado con hidróxido de sodio y con hidróxido de calcio, con líquidos previamente agotados en cobre por cementación con hierro.

Con soluciones de HONa 10 % precipitaron hasta pH 5 aproximadamente, obteniendo precipitados de hasta 13,9 % V₂O₅ con recuperaciones superiores a 99 %.

Con soluciones de (HO)₂Ca 10 % en un rango de pH similar al anterior, obtuvieron precipitados con leyes superiores a 5,0 % V₂O₅ y con recuperaciones similares.

Esta fué finalmente la solución recomendada, aconsejándose al dueño del yacimiento almacenar el precipitado cálcico en pozos, de los que posteriormente, se extraerá el vanadio por lixiviación sulfúrica y extracción por solventes. En dicho caso la solución acuosa obtenida contendría poco hierro pues éste estaba reducido en la solución original, y el pH de precipitación (~ 5) no alcanza a precipitar mucho Fe (OH)₂.

Este es el procedimiento adoptado por una firma americana.

3.3. Extracción de uranio por solventes:

El suscripto se interiorizó en distintos aspectos de los trabajos realizados por técnicos españoles en este tema. Uno de ellos, como se indica en el capítulo 5, fué la planta piloto de extracción con solventes aminados que existe en la Fábrica de Uranio GRAL. HERNANDEZ VIDAL. Otros tema de interés fueron la extracción de soluciones alcalinas (ver 4.3) y la purificación nuclear con soluciones de TBP (ver 4.1).

Además en la Sección Tratamiento de Minerales el Sr. J.M.REGIFE interiorizó al suscripto en varias oportunidades sobre los trabajos realizados en escala de laboratorio y piloto.

Un tema de posible interés para la CNEA, entre los tratados, fué la posibilidad de obtener uranio de pureza nuclear con solventes diferentes del T.B.P. Al respecto se comentaron los diagramas de flujo que incluyen el tratamiento combinado con resinas de intercambio iónico, elución sulfúrica, solventes aminados y "stripping" con soluciones de sulfato amónico (9).

Estos trabajos han despertado el interés de los técnicos de la JEN, pero en especial en lo relacionado con "stripping" con sulfato amónico. El interés no está relacionado con problemas de pureza nuclear, sino en la posibilidad de usarlo como método alternativo al del cloruro sódico, ya que, como más adelante se verá (cap.5) la JEN necesita producir concentrados de uranio libres de sodio. Si en el futuro se puede obviar este problema, se utilizaría en las nuevas fábricas cuando se emplee la extracción con aminas, la reextracción con soluciones de cloruro sódico acidificado. Si por el contrario se debiera continuar produciendo concentrados libres de sodio se recurriría al método del sulfato amónico, pese a algunos inconvenientes que presenta, como la necesidad de neutralizar entre etapas y la de calcinar a aproximadamente 700°C para eliminar el sulfato.

3.4. Referencias bibliográficas:

1. FLETCHER, A.W. Carboxylic acids for the solvent extraction
y of metals.
FLEH.D.S. Warren Spring Laboratory, 1965
2. BLUMBERG,R Recovery of common metals by a solvent process.
y Israel Mining Industries, Haifa, Israel
MELZER, N.
3. AGERS,D.N y otros Copper recovery from acid solutions using li-
quid ion exchange
General Mills - Chemical Division - Kankakee -
Illinois, U.S.A.
4. GARCIA BOURG J.M. Recuperación selectiva de cobre por extracción
y líquido-líquido en contracorriente a partir de
GESTOSO J.N. soluciones diluídas.
XIIa.Sesiones Químicas Argentinas, 1967.

5. MERINO, J.L. Lixiviación estática en contracorriente del mineral de Eureka. Ensayos de laboratorio y semipilotos. Informe R-25-64. Sección Tratamiento de Minerales, 1964.
6. MERINO, J.L. Influencia de la altura de lecho y del caudal de riego en la lixiviación por capilaridad del mineral Eureka. Ensayos semipilotos. Informe R-15-64. Sección Tratamiento de Minerales, 1964.
7. REGIFE, J.M. Recuperación de cobre y vanadio de los líquidos de lixiviación estática de Eureka. Informe R-4-65. Sección Tratamiento de Minerales, 1965.
8. FAURE, A
y
otros Production of High Purity Uranium at a South African Gold Mine - National Institute for Metallurgy - Pelindaba - S.Africa - Proceedings of a Panel - Processing of low grade uranium ores - Viena, 1966.

4. INFORMACION SOBRE OTRAS DISCIPLINAS AFINES

4.1. Técnicas de lecho fluído y purificación nuclear:

Durante el tiempo que el suscripto permaneció en el "Centro JUAN VIGON" de la JEN en Madrid, visitó en varias oportunidades las instalaciones piloto que posee el Grupo Compuestos de Uranio, complementando así en forma práctica, los conocimientos que su jefe, D. ALBERTO RODRIGO OTERO, había desarrollado en el curso que dictó en esta sede en 1966.

Durante dichas visitas el suscripto se interiorizó de los detalles de las siguientes secciones: disolución y purificación de concentrados con TBP (planta piloto para tratar 400 t de uranio al año) con producción de diuranato de amonio precipitado, de pureza nuclear. Este producto es remitido a la División de Metalurgia, donde es procesado hasta la obtención de uranio metálico.

El trabajo del Grupo con posterioridad a la obtención de soluciones de nitrato de uranilo nuclearmente puro, procedentes del mencionado proceso de extracción con TBP, prosigue con la concentración de la misma por evaporación. Esta solución concentrada constituye la alimentación de un horno de lecho fluído capaz de tratar 200 toneladas de uranio por año, obteniéndose UO_3 como producto.

Este trióxido constituye a su vez la alimentación de otro horno de lecho fluído donde se transforma en UO_2 por tratamiento con amoníaco. La capacidad de producción alcanza a 30 toneladas de uranio al año.

El dióxido de uranio constituye el material de alimentación de un tercer horno de lecho fluído, que procesa 20 toneladas de uranio por año, donde por tratamiento con ácido fluorhídrico se transforma en tetrafluoruro de uranio.

Dicho producto constituye a su vez la materia prima para la producción de hexafluoruro de uranio.

En general todas estas instalaciones han sido extensamente descriptas durante el curso mencionado, por lo que no se abundará aquí en otros detalles al respecto.

Con respecto al interés puesto en la producción de hexafluoruro de uranio, se me manifestó que si se llega a la producción industrial de dicho compuesto, la JEN podrá enviarlo directamente a la USAEC para realizar el enriquecimiento isotópico necesario para emplear en algunas de las centrales núcleo-eléctricas españolas.

De ese modo no se verían precisados a enviar "yellow-cake" a las empresas americanas que tienen especificaciones estrictas, como se verá en el capítulo siguiente.

Asimismo se cambiaron ideas sobre el método empleado por la ALLIED (1) para obtener uranio de pureza nuclear a partir de concentrados comerciales sin pasar por una etapa de extracción líquido-líquido.

Con respecto a la importancia de la producción de hexafluoruro de uranio conviene recordar además, que la JEN está encarando la posibilidad de realizar un enriquecimiento isotópico parcial (2-3%) empleando técnicas de rectificación de dicho compuesto. Este trabajo quedaría a cargo de otra sección.

4.2. Planta de obtención de uranio metálico:

Se visitó esta planta, de la que es jefe el Sr. F. AGUILAR. Pertenece a la División de Metalurgia y está situada en el mismo Centro JUAN VIGON de Madrid.

Aquí se recibe el diuranato de amonio precipitado, que envía el Grupo Compuestos de Uranio, y se lo procesa en un horno vertical, previo pastillado, para transformarlo en F_4U . El diuranato se alimenta por la parte superior y a medida que va cayendo se reduce y fluora, llegándose al producto final mencionado.

En otras secciones de la planta existen instalaciones para realizar operaciones de calciotermia, fundición, etc. En la época de mi visita estaban realizando estudios de magnesiotermia, para lo cual poseen instalaciones para producir tochos de 250 kg. Estos estudios se deben a la necesidad de producir uranio metálico (natural) para la central nucleo-eléctrica que se está levantando en la provincia de Tarragona, en colaboración con Francia, por lo que, una vez concluídos, se construiría la fábrica correspondiente.

4.3. División de Química:

Se visitó la Sección dirigida por D. TOMAS BATUECAS R. (de la División de Química) dado que allí también se realizan algunos estudios de tratamiento de minerales. En especial el suscripto se interesó en los estudios de lixiviación estática por bacterias observando las instalaciones en escala de laboratorio que allí existen.

También en esta Sección el suscripto se interesó en los estudios que realiza el Sr. J. VERA sobre extracción líquido-líquido de uranio a partir de soluciones de carbonato sódico, enfocadas especialmente hacia problemas analíticos. El reactivo empleado es el cloruro de cetildimetilbencilamonio (Arnil de la firma KOCH-LIGHT). El principal problema que debió vencer el citado investigador, fué la tendencia a la formación de emulsiones durante la extracción, por lo que se ensayaron aproximadamente 2.000 mezclas de diluyentes, hasta llegar a diez o doce que no producían ese problema. La mezcla óptima está constituida por:

benceno		50 %
octanol		30 %
diisobutilcetona		20 %

El reactivo Arnil se solubiliza en esta mezcla en la proporción de 20 g/l.

Además el Dr. BATUECAS tuvo la amabilidad de acompañarme en una visita a las restantes instalaciones de la División de Química.

4.4. Referencias bibliográficas:

1. HARRINGTON, C.D. Uranium Production Technology.
RUEHLE, A.E. D.Van Nostrand Co., Princeton, N.Jersey,
1959

5. VISITA A LA FABRICA DE URANIO "GENERAL HERNANDEZ VIDAL" (Andújar)

5.1. Introducción:

A principios de diciembre de 1967 el que suscribe se trasladó a Andújar (Pcia. de Jaén) con el objeto de interiorizarse de los procesos y operaciones que se realizan en la fábrica de concentrados de uranio cuyo nombre se indica más arriba.

Deseo dejar constancia de la amabilidad con que fui recibido por el director de esa fábrica D. MANUEL PERARNAU PERRAMON, así como por el subdirector, D. CARMELO PEREZ PEREA y de más miembros del personal técnico y obrero.

Dicha planta tiene una capacidad de tratamiento de 200 toneladas por día, tratándose minerales de la diversidad de yacimientos que más abajo se detallan.

5.2. Minerales tratados:

La planta fué creada para tratar principalmente los minerales graníticos de los yacimientos de SIERRA MORENA en las Pcias. de Córdoba (zona de Cardeña) y Jaén (proximidades del Santuario de la Virgen de la Cabeza), habiéndose proyectado tratar minerales con leyes de 0,13 - 0,15 % de U_3O_8 (mínimo) y 1-6 % de Cu. Dichos yacimientos están situados de 40 a 60 km de la fábrica y comprenden tres "complejos".

Complejo "A": Grupo Cano, con varios Pozos

Complejo "B": Grupo Trapero, Minas Trapero Obejo, etc.

Complejo "C": Grupo Jaén, Minas La Virgen, Navalasno, etc.

Los dos primeros complejos corresponden a la zona de Cardeña.

En dichos minerales el uranio se observa en forma de autunita, torbernita, saleíta, pechblenda, coffinita, gruminitas y uranotilo. El cobre se presenta como sulfuros y óxidos diversos.

Posteriormente se trataron minerales de otras regiones de España, habiéndose empleado hasta la fecha más de veinte minerales diferentes. En la oportunidad de mi visita la fábrica trataba mineral de Cardeña y de "El Lobo", que procede de Don Benito, provincia de Badajoz. El mineral de La Virgen se ha agotado y por dicha razón ya no se recupera cobre en la fábrica.

Anualmente se han tratado entre 55 y 70.000 t. de mineral, habiéndose producido más de 350 t. de uranio y entre 4 y 5.000 t. de cobre (1).

5.3. Síntesis del tratamiento:

Se considera oportuno hacer aquí una breve descripción del diagrama de tratamiento para facilitar la comprensión de algunas observaciones de posible interés, que el suscripto realizó durante su estadía.

En la figura se reproduce el diagrama de flujo del proceso de fabricación. Se trata de un circuito que comprende, fundamentalmente, las etapas de trituración y molienda, lixiviación con ácido sulfúrico, lavado por doble línea de ciclones y espesadores y recuperación de uranio por cambio de ión y precipitación amoniacal del "yellow cake". Anteriormente se recuperaba cobre de los estériles sólidos y líquidos: Por precipitación como cobre cemento de los líquidos de lixiviación agotados en uranio, luego del pasaje por la etapa de intercambio iónico, y por flotación de sulfuro de cobre de los residuos de lixiviación (2).

A continuación se hace una breve descripción de cada parte del proceso de fabricación actual.

5.3.1. Trituración y molienda

Los objetivos fundamentales son la obtención de mineral con una granulometría de $< 2\%$ sobre malla 35 y 40-50 % -200 mallas (serie Tyler) para enviar a la etapa de lixiviación.

Las etapas de esta sección son fundamentalmente cuatro: Trituración primaria - Trituración secundaria - Molienda primaria y Molienda secundaria. Existe además una torre de muestreo, que actúa sobre el producto de la trituración primaria.

La primera utiliza una trituradora de mandíbulas tipo BLAKE, que reduce el tamaño de los rechazos de un tamiz vibratorio, produciendo mineral de -40 a 50 mm., que se envía a los silos previo muestreo en la torre.

La trituración secundaria se efectúa con trituradores de cono de eje fijo, tratándose los rechazos de los tamices vibratorios. En esta etapa se incorpora agua, produciéndose mineral de -15 mm.

Este material va a la molienda primaria constituida por un molino de barras que actúa en circuito abierto con un clasificador de rastrillos que separa las partículas de tamaño inferior al de corte, que constituye el producto final.

La fracción gruesa del clasificador va a un molino de bolas cuyo producto vuelve al clasificador, actuando así en circuito cerrado con éste.

Finalmente la fracción fina sale del clasificador como pulpa al 25-32 % de sólidos pero como en lixiviación se requiere una concentración de 50% en sólidos se ha intercalado un espesador.

5.3.2. Lixiviación:

Se utilizan seis tanques en serie agitados mecánicamente, de 30 m³ cada uno. Están contruïdos con chapa de acero engomado interiormente, con ladrillos antiácidos en el fondo, y provistos de cuatro cortacorrientes en las paredes. Las instalaciones adicionales son principalmente: distribución de ácido sulfúrico y bióxido de manganeso, bombeo de la pulpa y la instrumentación (control pH, temperatura, etc.).

Condiciones de lixiviación:

<u>Temperatura</u>		45 - 55 °C
<u>Oxidación</u>		innecesaria en la mayoría de los casos

Sí es necesario

2 - 4 kg MnO_2 50 - 60 %/t

3 - 5 kg SO_4Fe comercial/t cuando el mineral era bajo en hierro

Consumo de ácido sulfúrico ...de 30 ó 40 hasta 150 kg
 $\text{SO}_4\text{H}_2/\text{t}$

pH0,6 - 0,9

Tiempo de ataque medio 14 - 15 h

Recicle Torta de la primera etapa de precipitación de "yellow cake"

La calefacción se logra con vapor directo inyectado al primer tanque. La adición de ácido sulfúrico concentrado puede realizarse en los tres primeros tanques. Se controla el pH del primer y último tanque. El potencial redox se suele medir con los minerales que requieren oxidante.

5.3.3. Lavado y decantación en contracorriente:

La pulpa de lixiviación se lava en dos líneas separadas: las arenas (+150 mallas) son lavadas en cuatro hidrociclones y las lamas (-150 mallas) en cuatro espesadores. Con respecto a un posible lavado en una sola línea tiene la ventaja de que permite obtener líquidos de lixiviación más concentrados en uranio, con mayor facilidad de

operación y menores problemas de abrasión.

Los espesadores están dispuestos en los cuatro vértices de un cuadrado, en cuyo centro hay un edificio en el que están los elementos auxiliares (bombas, preparación de floculante, instrumental eléctrico de control, etc.), además de los tanques de repulpado y los hidrociclones.

Los ciclones son de tipo DORR-OLIVER de 25,4 cm (10 pulgadas), engomados interiormente.

Los espesadores tienen 12,2 m de diámetro y 3 m de altura con fondo plano y cono central para salida de los lodos. El material es acero recubierto interiormente de neopreno. El rastrillo se mueve a 0,117 r.p.m.

En el sistema implantado de lavado en contracorriente, los líquidos pasan alternativamente de la línea de ciclones a la de espesadores. El rebose de un ciclón (p.ej. el número 3) se mezcla en los repulpadores con los lodos del espesador anterior (nº 2), constituyendo la alimentación del espesador siguiente (nº 3). El rebose de un espesador (p.ej. el nº 3) a excepción del nº 1, se mezcla con las arenas de un ciclón (nº 1) y constituyen la alimentación del ciclón nº 2. La solución de lavado se introduce en el último ciclón (nº 4), saliendo la solución final por el 1er. espesador.

Relación de lavado mínima	2.25 m ³ /t
Concentración de arenas(ciclones),% de sólidos en peso..	68 - 72
Concentración de lamas(espesadores)% sólidos en peso ...	35 - 40
pH de las soluciones	
1er. espesador	pH 1,2-1,3
4º espesador	pH 1,8-2,3
Contenido en sólidos solución final	400 ppm
Floculante	80-120 g/t con floc. enérg.(Separán)
	300-500 g/t con floc. menos activos

5.3.4. Ajuste de pH y clarificación:

La solución cargada en uranio, proveniente de la lixiviación y lavado, tiene un pH 1,1 - 1,3, debiendo elevarse hasta pH 1,8 antes de entrar a la sección de intercambio iónico, debiendo clarificarse hasta un contenido de sólidos < 10 ppm. La operación se realiza en tres tanques de 80 m³ c/u en forma semicontinua. El caudal de lechada de cal se regula con una válvula automática comandada desde el potenciómetro de pH.

Las condiciones de precipitación son:

Lechada de cal 10%.....	0,05 l/l de solución
Tiempo de adición	45 min.
Tiempo de residencia	3 horas

La suspensión se filtra por tres filtros de presión OLIVER, cilíndricos verticales de 10 hojas c/u con una superficie total de filtración de 10 m² en cada filtro. La solución clarificada va a dos tanques pulmón.

5.3.5. Intercambio iónico:

Se dispone de cuatro columnas de acero ebunitado con lechos de 4 m³ cada una, de resina ZEROLIT FF, aniónica, básica fuerte con una capacidad teórica de intercambio de 1,5 equivalentes por litro de lecho de resina, una porosidad de 0,4 y una granulometría comprendida, fundamentalmente, entre 20 y 60 mallas Tyler.

Trabajan tres columnas en serie en la fase de carga y la cuarta columna se mantiene en elución o en reserva. Una vez cargada la primera columna del ciclo se desconecta del circuito de carga y se introduce en el último lugar la columna de reserva de modo que hay otra vez tres columnas en la etapa de carga**. El sistema está proyectado

** El efluente de la columna recientemente incorporada tiene durante un tiempo un contenido en uranio superior al normal, debido a los nitratos ocluidos después de la elución, por lo que dicho efluente se envía al sistema de lavado durante el primer período.

para que el punto de saturación de la primera columna del ciclo coincida con el punto de ruptura de la segunda.

La columna cuya resina se ha saturado pasa a la etapa de lavado descendente, donde se arrastran, con agua acidulada, los restos de solución de lixiviación contenidos en el volumen libre del lecho, recuperándose el uranio arrastrado en las otras dos columnas que está en extracción.

Luego del lavado descendente, la columna saturada se desconecta del ciclo de carga y pasa al lavado ascendente con agua acidulada ($0,3 \text{ g SO}_4\text{H}_2/\text{l}$), que arrastra las partículas sólidas suspendidas en la solución, evitando que se aglomeren sobre las perlas de resina. El líquido va al lavado en contra corriente (contiene $90 \text{ mg U}_3\text{O}_8/\text{l}$).

El líquido de lixiviación que entra al circuito contiene $\approx 0,4 \text{ g U}_3\text{O}_8/\text{l}$ a pH 1,8. Una vez agotado en uranio contiene 1 ppm de este elemento aproximadamente, lo que representa una recuperación del 99,75 %. La pérdida de presión normal en cada columna es de $0,6 - 0,8 \text{ kg/cm}^2$ y la presión $3,8 - 4 \text{ kg/cm}^2$.

La elución se realiza en cinco etapas. En las dos primeras se emplean como eluyentes las colas de la elución anterior. La primera fracción del eluido se envía al lavado de la pulpa de lixiviación (1ra. etapa) y las siguientes a precipitación (2a. etapa). En la tercera etapa se reemplaza el primer eluyente por eluyente fresco y los eluidos siguen yendo a precipitación hasta que, cuando la concentración es menor que $3 \text{ g U}_3\text{O}_8/\text{l}$ (4a. etapa), los eluidos van a almacenaje para emplearse en la elución de otra columna. Finalmente se deja circular eluyente y se desplaza el líquido contenido en los poros del lecho, lavando con agua acidulada. Luego la columna pasa a reserva.

En la preparación del eluyente fresco se emplean, además de los reactivos nuevos, una parte de los líquidos estériles de la precipitación amoniacal del concentrado, para aprovechar su contenido en nitratos sódico y amónico.

Dado que la resina fija, junto con el ura-

nio una parte de los fosfatos de los líquidos de lixiviación, no puede prescindirse del empleo de NO_3Na en el eluyente, pues la correspondiente sal amónica puede dar lugar a precipitados.

La composición del eluyente fresco es la siguiente:

	<u>Normal</u>		<u>Variantes</u>	
$\text{NO}_3(\text{Na y NH}_4)$	0,6 M	0,8 M	0,7 M	0,5 M
NO_3H	0,5 M	0,3 M	0,4 M	0,6 M
$\text{SO}_4^{=}$	<25 g/l	<25 g/l	<25 g/l	<25 g/l

La tercera variante se emplea si hay mucho fosfato y aún así se observa precipitación si se usa NO_3NH_4 solo.

La concentración media de uranio del efluente cargado es de 14 g $\text{U}_3\text{O}_8/\text{l}$.

Las operaciones se realizan bajo el control de un sistema automático que regula el orden de operación (control hidráulico de las válvulas Sanders) y los caudales.

Existe además una instalación auxiliar para la regeneración periódica de la resina.

5.4. Observaciones

5.4.1. Precipitación de concentrados de uranio:

Anteriormente se empleaba principalmente un método consistente en la precipitación de los líquidos de elución, en dos etapas, empleando en ambas hidróxido de sodio, y el concentrado cumplía con las normas de la Comisión de Energía Atómica Norteamericana (ver al final). Posteriormente la JEN se enfrentó con la necesidad de proveer uranio enriquecido en el isótopo 235 para la Central nucleoelectrónica de Zorita de los Canes. Para ello realizó un convenio para tratar uranio natural español con una empresa norteamericana, la ALLIED, utilizando como materia prima los concentrados producidos en la FUGHV. Las especificacio-

nes de la ALLIED para "yellow cake" tienen tolerancias en general menores que las admitidas por la Comisión, y además fijan límites para el contenido de sodio (ver al final de este punto).

Por ello se debieron arbitrar los métodos para producir concentrados con bajo contenido en sodio, optándose por la precipitación amoniacal en dos etapas, adaptando así el anterior método de precipitación sódica en dos etapas.

Condiciones de pptación, 1ra etapa

Temperatura	35 - 40°C
Reactivos	SO ₄ Fe : Fe/P = 2
	Solución amoniacal concentrada
pH	3,0 - 3,2

Se sedimenta y decanta el líquido a la etapa 2a. La pulpa se filtra por filtroprensa, reuniéndose los líquidos con los anteriores. El Fe⁺⁺ se oxida a Fe⁺⁺⁺ con el NO₃H del líquido de elución y produce la precipitación de los fosfatos. Si la torta contiene U₃O₈ <11% se envía a la lixiviación. Si el contenido de U₃O₈ > 11% se redisuelve con líquido de elución volviendo por lo tanto a pptación.

2da. etapa

Reactivo	Solución amoniacal concentrada
pH	7,5 - 8

Se sedimenta y filtra por filtro prensa. El líquido se utiliza para preparar nuevo eluyente.

Secado: El producto se seca en secadero de bandejas.

ESPECIFICACIONES PARA CONCENTRADOS DE URANIO DE LA
COMISION DE ENERGIA ATOMICA DE LOS ESTADOS UNIDOS

Elemento	Tolerancia %
U ₃ O ₈ , mínima	75
V ₂ O ₅	2
PO ₄	6
Mo	0,6
B	0,03 (máx. 2%)
Cl, Br (Como Cl ⁻)	0,10
F	0,10
Cu	1,7
As	0,8 (máx. 2%)
CO ₃	1,0 (máx. 4%)
SO ₄	10
H ₂ O	10 (a 110°C)
Ca	1,5
U ₃ O ₈ insoluble en NO ₃ H	0,1
<u>Tamaño:</u> todo el concentrado pasará por el tamiz de abertura 1/4"	

El uranio (óxido) y humedad se refieren a muestra seca original, mientras que todos los demás se refieren al contenido en U₃O₈.

ESPECIFICACIONES PARA CONCENTRADOS DE URANIO SEGUN
LA ALLIED CHEMICAL CORP. (GENERAL CHEMICAL DIV.)

Elemento (a)	T o l e r a n c i a %		Penalización
	Concentración normal	Límite máximo de impureza	
1. Uranio (U)	75	65 (mínimo)	N (b)
2. Fósforo (PO_4)	0,10	0,70	C
3. Azufre (SO_4)	3,00	8,00	u\$s 0,005/lbU
4. Hierro (Fe)	0,15	1,00	N
5. Sodio (Na)	0,50	7,50	(d)
6. Vanadio (V_2O_5)	0,10	1,80	(e)
7. Haluros (Cl.Br.I)	0,05	0,10	N
8. Fluoruro (F)	0,01	0,1	N
9. Molibdeno (Mo)	0,10	0,30	u\$s 0,005/lbU
10. Arsénico	0,05	0,15	N
11. Carbonato (CO_3)	0,20	0,75	N
12. Calcio (Ca)	0,05	0,75	u\$s 0,005/lbU
13. Boro (B)	0,005	0,10	N
14. Potasio (K)	0,10	3,00	u\$s 0,005/lbU
15. Agua (H_2O)	2,00	4,00	
16. <u>Tamaño:</u>	Si el contenido en sodio es: 0,50 % ... 100 % - 1/4" 100 % - 1/4" 0,50-7,5 % ... 100 % - 200 ma-llas 100 % - 200 ma-llas		

- a) Los análisis del 1 al 14 se refieren a peso seco del concentrado
- b) Los análisis 15 y 16 se realizan sobre el concentrado según llega
- c) u\$s 0,004/lb U por cada 0,10 % adicional a partir del 0,10 %.

d) u\$s 0,02/lbU por cada 1% ó fracción adicional a partir de 0,50 y hasta 3,5%. Desde 3,5% u\$s 0,03/lbU por cada 1% ó fracción adicional.

e) u\$s 0,005/lbU por cada 0,10% adicional

N: ninguna

u\$s 0,005/lbU: cualquiera sea el exceso.

5.4.2. Planta piloto de extracción de uranio por solventes:

Dada la prolongada experiencia que la C.N.E.A. posee sobre aplicación de la extracción líquido-líquido a la recuperación de uranio de soluciones acuosas de lixiviación ácida, en escala industrial y de laboratorio, no se había programado un entrenamiento en estas técnicas durante la estancia en la JEN. Sin embargo, en oportunidad de la visita efectuada a la Fábrica de Uranio GRAL. HERNANDEZ VIDAL de Andújar, se consideró de interés cotejar algunos aspectos de la planta piloto allí existente con las plantas que la CNEA tiene en producción en Plta. Córdoba y en Plta. Malargüe.

Descripción: La planta posee dos partes principales, extracción y re-extracción, ambas de tipo compacto o caja, con cuatro etapas o pisos cada una. La primera tiene cuatro mezcladores de 200 l c/u y cuatro sedimentadores de 1.000 l c/u, todo construido en acero inoxidable. La sección de reextracción posee cuatro mezcladores de 40 l y cuatro sedimentadores de 190 l, construída en acero ebonitado.

En comparación con nuestras plantas esta instalación ofrece una diferencia en la ubicación de la toma de líquido orgánico de recicle, hallándose en éstas en el extremo del sedimentador próximo al mezclador, mientras que en las primeras se lo ha ubicado en el otro extremo. Sin embargo, por problemas de emulsiones se modificó el sistema en la etapa 4, (donde entra el acuoso cargado) agregándosele a modo de "baffle", una chapa de acero inoxidable que obliga a realizar la toma de orgánico cerca del otro extremo.

La amina elegida es la ALAMINE 336 de General Mills, habiéndose estudiado las concentraciones siguientes: 2 1/2, 2,5, 3 y 3,5% en querosene, con 3% de alcohol decílico. Las dos últimas concentraciones se consideran óptimas para sus condiciones de operación (equivalen a 0,06 - 0,07 M), correspondiéndoles una carga de saturación de 3 - 4 g U_3O_8 /l.

El líquido acuoso empleado es una parte del que normalmente va a la sección de intercambio iónico, y contiene nitratos procedentes de diversos recicles del eluyente de dicha sección (ver 5.3.5.). En uno de los ensayos realizados tenía la siguiente composición:

0,43 g U_3O_8 /l	
SO_4	41 g/l
P_2O_5	0,8 g/l
NO_3	0,4 g/l
Fe total	7,3 g/l
pH	1,3

En reextracción se han ensayado las soluciones acuosas de NO_3Na , CO_3Na_2 y $ClNa$, habiéndose preferido éste último. En nuestra División se han realizado estudios similares (3). El $ClNa$ se emplea en solución 1,3N con 0,1N SO_4H_2 y se utilizan las cuatro etapas. La solución orgánica agotada, con la amina clorurada vuelve directamente a la sección de extracción, aunque se prevé la necesidad de una etapa de lavado de la amina entre ambas secciones.

La planta ha funcionado sin problemas durante tres años seguidos. Se ha observado algunos problemas de corrosión en el tubo de acceso a la sección de extracción de la solución orgánica clorurada.

La planta de reextracción se encuentra, al cabo de esos tres años en condiciones de servicio, presentando algunas pequeñas ampollas de aire en la cubierta de ebonita.

5.4.3. Referencias bibliográficas:

1. JODRA, L.G., JOSA, J.M. y PERARNAU, M. — La hidrometalurgia del uranio en España. Energía Nuclear, XI, N°50, 1967
2. FABRICA DE URANIO "GRAL. HERNANDEZ VIDAL". Monografía de la Junta de Energía Nuclear. Dirección de Plantas Piloto e Industriales Madrid, 1966.
3. GARCIA BOURG, J.M. y WIEDMER, C.A. "Stripping" de uranio disuelto en solventes aminados. Estudio del proceso con CO_3Na_2 y con ClNa acidificado. XIa. Sesiones Químicas Argentinas, 1964.

SO'S NE



AMBIENTE DE LAVORO

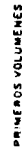
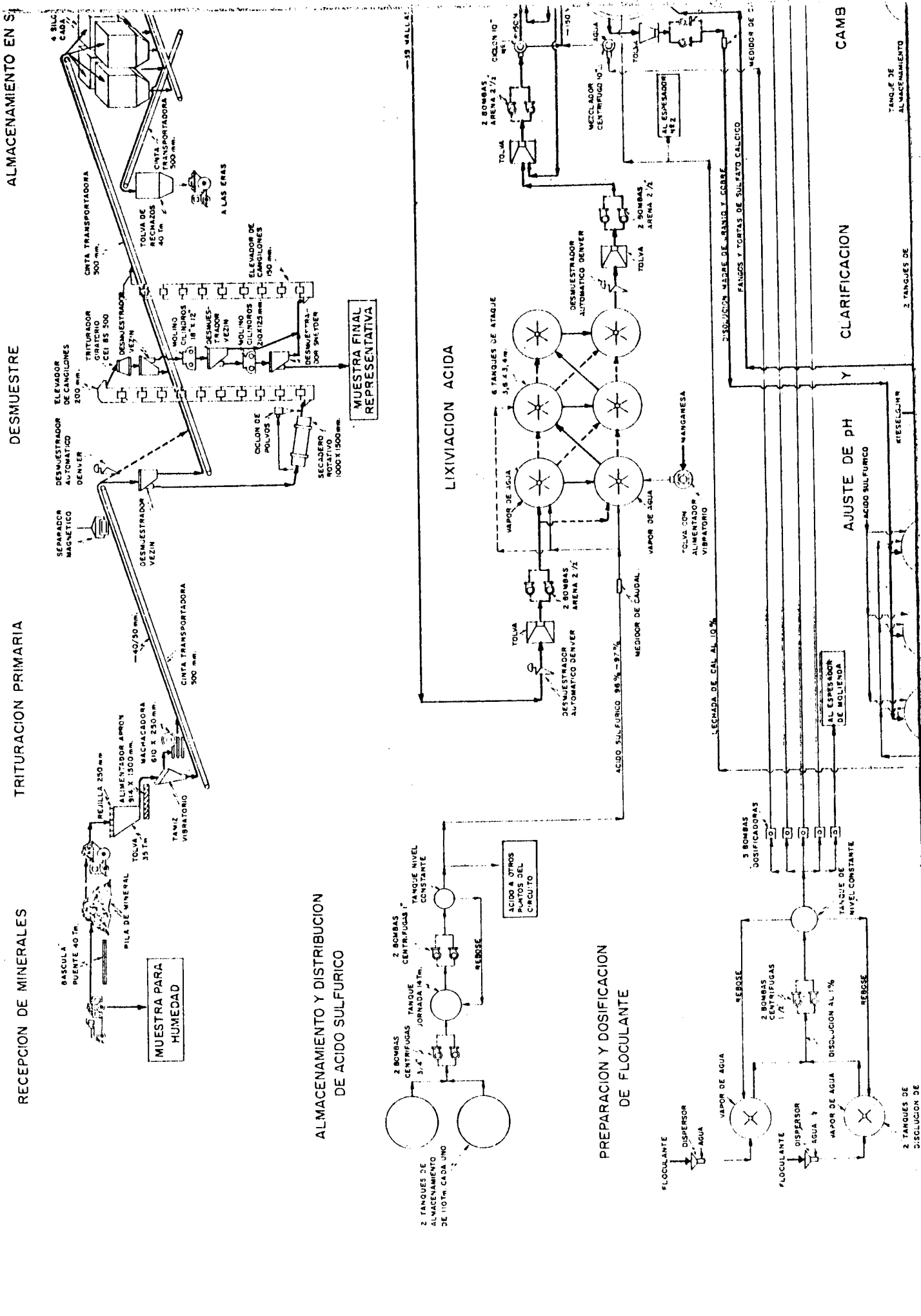
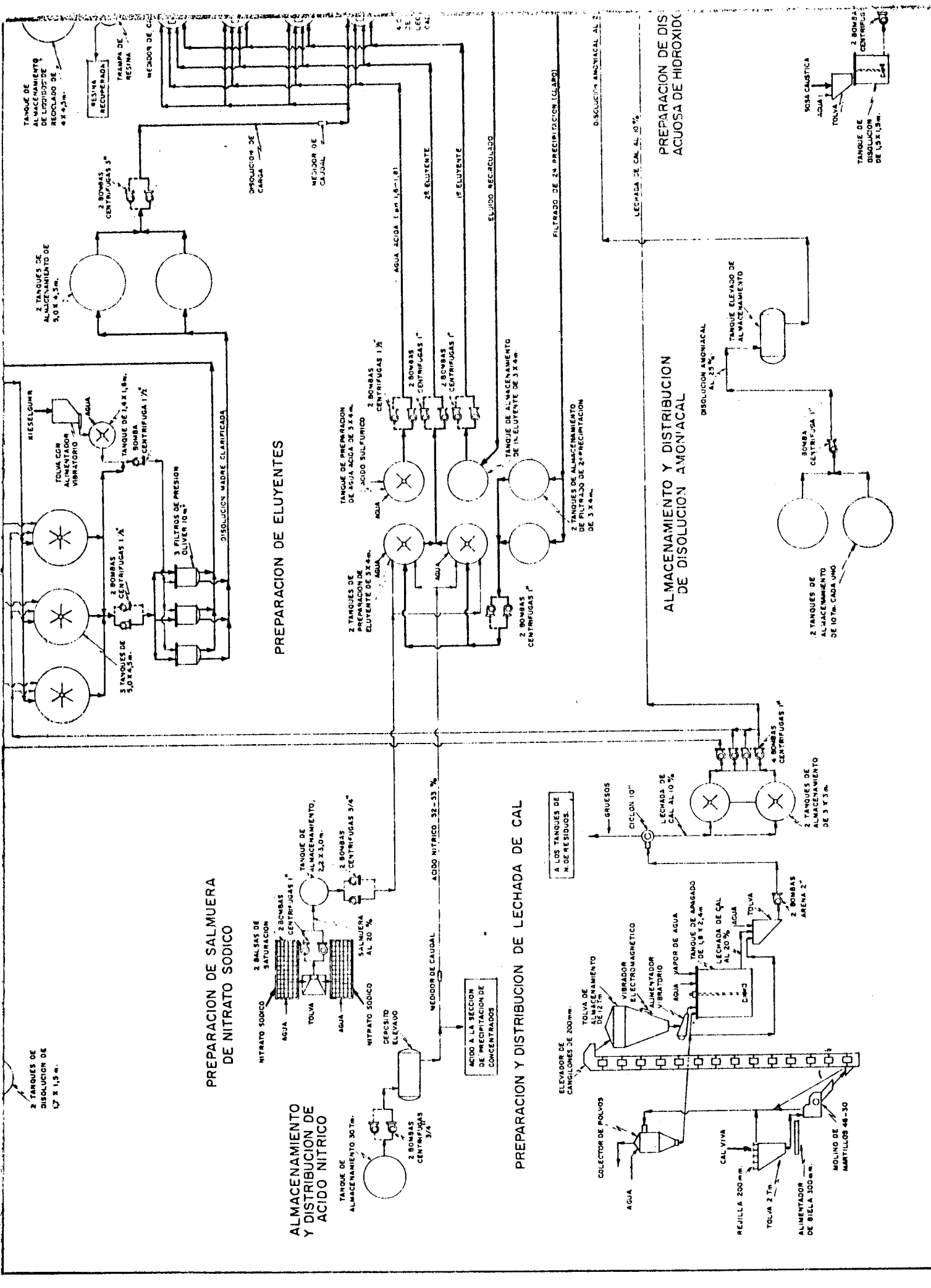


DIAGRAMA DE FLUJO
DEL
PROCESO DE FABRICACION
DE LA
FABRICA DE URANIO GRAL. HERNANDEZ VIDAL

N DE COBRE







2 TANQUES DE DISOLUCION DE 1.5 X 1.5 m.

PREPARACION DE SALMUERA DE NITRATO SODICO

ALMACENAMIENTO Y DISTRIBUCION DE ACIDO NITRICO

PREPARACION Y DISTRIBUCION DE LECHADA DE CAL

ALMACENAMIENTO Y DISTRIBUCION DE DISOLUCION AMON'ACAL

PREPARACION DE DISOLUCION DE ACUOSA DE HIDROXIDO

PREPARACION DE ELUYENTES

3 TANQUES DE 3.0 X 4.5 m.
2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1 1/2"
TOLVA CON ALIMENTADOR VIBRATORIO
KIESELGOUR
TANQUE DE 1.4 X 1.8 m.
BOMBA CENTRIFUGA 1 1/2"
3 FILTROS DE PRESION OLIVEN 10 m.
DISOLUCION MADRE CLARIFICADA

2 BALSAS DE SATURACION
NITRATO SODICO
AGUA
TOLVA
AGUA
SALMUERA AL 20 %
NITRATO SODICO
DEPOSITO ELEVADO
TANQUE DE ALMACENAMIENTO 30 Tm.
2 BOMBAS CENTRIFUGAS 3/4"
MEDIDOR DE CAUDAL
ACIDO NITRICO 32-33 %
TANQUE DE ALMACENAMIENTO, 2.2 X 3.0 m.
2 BOMBAS CENTRIFUGAS 3/4"
SALMUERA AL 20 %
TOLVA
AGUA
2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

ACIDO A LA SECCION DE PRECIPITACION DE CONCENTRADOS

COLECTOR DE POLVOS
AGUA
CAL VIVA
REJILLA 200 mm.
TOLVA 2 Tm.
ALIMENTADOR DE BIELA 100 mm.
MOLINO DE MARTILLOS 44-30
ELEVADOR DE CANGILONES DE 200 mm.
TOLVA DE ALMACENAMIENTO DE 12 Tm.
VIBRADOR ELECTROMAGNETICO
ALIMENTADOR VIBRATORIO
TANQUE DE ANEGADO DE 1.8 X 2.4 m.
LECHADA DE CAL AL 20 %
TOLVA
2 BOMBAS ARENA 2"
4 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"
2 TANQUES DE ALMACENAMIENTO DE 3 X 3 m.
CICLON 10"
GRUPOS
A LOS TANQUES DE N. DE RESIDUOS
LECHADA DE CAL AL 10 %

2 TANQUES DE ALMACENAMIENTO DE 10 Tm. CADA UNO
BOMBA CENTRIFUGA 1"
TANQUE ELEVADO DE ALMACENAMIENTO
DISOLUCION AMON'ACAL AL 25 %

2 BOMBA CENTRIFUGAS
TANQUE DE DISOLUCION DE 1.5 X 1.5 m.
TOLVA
AGUA
SODA CAUSTICA

FILTRO DE 24 PRECIPITACION (LARGO)
ELUIDO RECURULADO
1º ELUYENTE
2º ELUYENTE
AGUA ACIDA 1 m 1.5-1.8 l.
MEDIDOR DE CAUDAL
DISOLUCION DE CARGA
RESINA RECUPERADA
2 BOMBAS CENTRIFUGAS 3"
MEDIDOR DE CARGA
TANQUE DE ALMACENAMIENTO DE LECHEADO DE 4 X 4.5 m.
2 TANQUES DE ALMACENAMIENTO DE 3.0 X 4.5 m.
2 BOMBAS CENTRIFUGAS 3"

TANQUE DE ALMACENAMIENTO DE ELUYENTE DE 3 X 4 m.

TANQUE DE PREPARACION DE AGUA ACIDA DE 3 X 4 m.
2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1 1/2"
ACIDO SULFURICO

2 TANQUES DE PREPARACION DE ELUYENTE DE 3 X 4 m.
2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

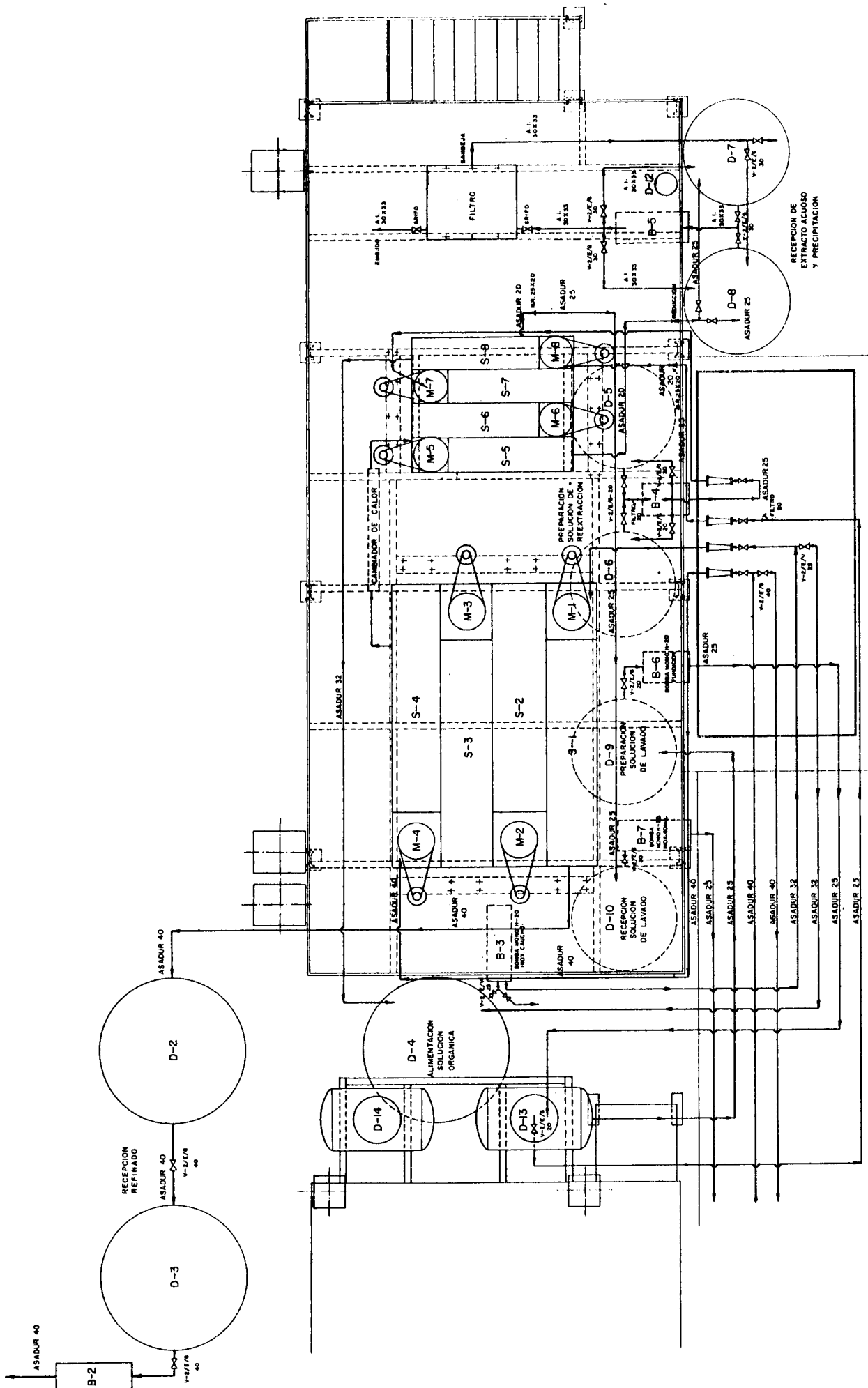
2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"

2 BOMBAS CENTRIFUGAS 1"



J. E. N.		División de Materiales		PLANTA DE URANIO DE ANDALUZA	
Proyecto	20-2-46	Al. 1000	Al. 1000	Al. 1000	Al. 1000
Escala	F25	Substancia	Substancia	Substancia	Substancia
PLANTA PILOTO DE EXTRACCION CON AMINAS DE LA FLUG.H.V.		PUA-1286		10/10/1946	

6. VARIOS:

6.1. Participación en el XXXVII Congreso Internacional de Química Industrial:

Se participó en este Congreso, realizado en Madrid entre el 4 y el 12 de noviembre de 1967, con presentación del trabajo "Estudio de lixiviación de un mineral sedimentario de uranio" (ver cap. 2, cita 13).

6.2. Curso de programación para el cálculo electrónico:

Dado el interés que reviste este tema para facilitar los cálculos necesarios en análisis estadístico se siguió en la JEN un curso de programación según el sistema FORTRAN II, (1) dictado por el Sr. D. TOMAS IGLESIAS investigador de la JEN, En la actualidad la Junta posee una calculadora electrónica digital UNIVAC UCT de la Remington Rand, a la que se aplican este y otro sistema de programación.

Como ya se dijo, en la Sección Tratamiento de Minerales, se han desarrollado varios programas para efectuar cálculos relacionados con análisis estadístico de experiencias y que se aplican a dicha calculadora digital.

6.3. Visita al Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas:

Este Centro pertenece al "Consejo Superior de Investigaciones Científicas" a través de su "Patronato Juan de la Cierva de Investigación Técnica" y se halla establecido en Madrid.

El interés de la visita radicaba, además de los aspectos generales, en entrevistar al Sr. ANTONIO DE LA CUA-DRA, Jefe del Depto. de Metalurgia No Férrea, para cambiar ideas sobre sus trabajos de tratamiento de minerales que contienen arseniuros de níquel.

El suscripto fué amablemente recibido, habiendo cambiado ideas con el citado profesional, sobre las investigaciones que el mismo desarrolló (3,4,5,6) en el tema de recuperación de níquel por tratamiento amoniacal.

Asímismo visitó los laboratorios y plantas piloto de dicho Centro recibiendo explicaciones sobre los trabajos que se desarrollan en la actualidad con otros minerales.

6.4. Elevación de informes parciales:

Durante el transcurso de este período se elevaron los siguientes informes:

a) A la OIEA:

Informe de las actividades realizadas en las primeras cuatro semanas de la beca.

Informe trimestral de los estudios realizados en la Junta de Energía Nuclear de España.

Segundo informe trimestral de los estudios realizados en la Junta de Energía Nuclear de España.

Informe final de los estudios realizados en la Junta de Energía Nuclear de España.

b) A la CNEA: (División Desarrollo de Procesos)

Primer informe cuatrimestral sobre los estudios realizados en la Junta de Energía Nuclear de España como becario del OIEA.

El presente informe final.

- c) A la Junta de Energía Nuclear de España: (Sección Tratamiento de Minerales).

Estudio del tratamiento del mineral de Córcoles
I. Preparación de las soluciones a partir del lote 12.02. Informe R. 20.67.

6.5. Referencias bibliográficas:

1. IGLESIAS, T - FORTRAN II. Manual de Programación para la UNIVAC-UCT de la JEN.
2. DE LA CUADRA, A - SISTIAGA, J.M. Contribución a la metalurgia de los arseniuros de níquel I. Tratamientos pirometalúrgicos. Tostación-Revista del Instituto del Hierro y del Acero, N° 61, 1959.
3. DE LA CUADRA, A - SISTIAGA, J.M. Contribución a la metalurgia de los arseniuros de níquel II. Lixiviación amoniacal.- Revista del Instituto del Hierro y del Acero, año XXII, N° 65, 1960.
4. DE LA CUADRA, A - LIMPO, J.L. Obtención electrolítica de níquel y cinc a partir de sus soluciones amoniacales. Boletín de Información Técnica del Departamento de Metales No Férricos, Madrid, Año II, N° 3, 1961.
5. SISTIAGA, J.M. - DE LA CUADRA, A. Aprovechamiento de los recursos nacionales de níquel. Boletín de Información Técnica del Departamento de Metales No Férricos. Madrid, Año II, N° 2, 1961.

JUNTA DE ENERGIA NUCLEAR
Dirección de Plantas Piloto e Industriales
División de Materiales
Sección Tratamiento de
Minerales

ESTUDIO DEL TRATAMIENTO DEL MINERAL DE CORCOLES

1. Preparación de soluciones a partir del lote
11.02

Por
C. T. Soler (x)

Clasificar en : Tratamiento Minerales. Lixiviación Córcoles.

1. INTRODUCCION.

El presente informe resume los resultados de los ensayos de molienda, lixiviación y sedimentación de una muestra de mineral procedente de Córooles, zona San José 1^a.

Se realizó un estudio comparativo de lixiviación y sedimentación en medios ácido y alcalino. En base a los resultados obtenidos se efectuaron las comparaciones técnico-económicas, determinándose para ambos medios las condiciones óptimas para la recuperación de uranio. En el caso de la lixiviación en medio ácido se tuvo en cuenta la posibilidad de recuperar fósforo para equiparar los mayores costes de procesamiento.

2. RESUMEN Y CONCLUSIONES.

En los ensayos de lixiviación realizados se estudiaron las variables dosis de reactivos, tiempo de ataque, temperatura, granulometría y oxidación, tanto en medio ácido como alcalino, manteniéndose constantes los restantes factores. Además de los ensayos previos de tanteo, se realizaron dos series de experiencias en cada caso, con aplicación de diseños factoriales a dos niveles. Resultaron cuarenta ensayos en medio ácido y veinticuatro en medio alcalino. Se empleó agitación mecánica y relación L/S = 1,5 en todos los casos.

En cuanto al estudio de sedimentación, se ensayaron dos flocculantes diferentes, Separán NP 10 y Karachigum F, en tres niveles y en ambos medios, resultando un total de doce ensayos.

Los ensayos de molienda se realizaron según la técnica normalizada (2).

El mineral es de bajo contenido en uranio, siendo su ley 2095 g U_3O_8 /t, es decir, aproximadamente 0,2 % en U_3O_8 . Contiene también 3,3 % de P_2O_5 .

Las recuperaciones son buenas tanto en medio ácido como alcalino, En el primer caso todas son superiores al 86 %. En el segundo, salvo para el caso de la dosis más baja de la mezola de carbonato y bicarbonato de sodio (50 Kg/t), las recuperaciones se encuentran por encima del 80 %.

En medio ácido resultaron significativos los efectos de la dosis del reactivo, la temperatura y la duración del ataque, que interaccionan entre sí de modo diferente según los intervalos estudiados. El efecto de la dosis de manganesa empleada no resultó significativo y, aunque no se lo ha confirmado suficientemente, parece que el efecto de disminuir el tamaño de grano de -20 a -35 mallas Tyler, tampoco alcanza significación.

Las condiciones más adecuadas desde el punto de vista económico resultan ser las siguientes :

Dosis de ácido sulfúrico, Kg/t	250
Temperatura, °C	25
Tiempo de ataque, h	24
Granulometría, mallas Tyler	-35
Relación líquido/sólido	1,5

En estas condiciones la pérdida de uranio en los residuos es de 37 g U_3O_8 /t, que equivale a una recuperación del 98 %.

Con respecto al fósforo, la recuperación más baja entre las estudiadas fué de 94 % de P_2O_5 .

En medio alcalino resultaron significativos los efectos de la dosis de reactivo, temperatura, tiempo y granulometría, resultando el primero independiente en los dos intervalos estudiados. El efecto de la dosis de oxidante no alcanzó significación.

En medio alcalino las condiciones son :

Dosis de mezcla de CO_3Na_2 y CO_3HNa (80 % y 20 % respectivamente) Kg/t	75
Temperatura, °C	80
Tiempo de ataque, h	24
Granulometría, mallas Tyler	-100
Relación líquido/sólido	1,5

En estas condiciones la pérdida de uranio en los residuos es de 241 g U_3O_8 /t, que equivale a una recuperación del 88,5 %.

Los costes de lixiviación se calcularon teniendo en cuenta las recuperaciones de uranio y los gastos ocasionados por los reactivos, temperatura y tiempo de ataque y considerando que los gastos restantes, salvo la molienda, eran similares en ambos casos, por lo que no se agregaron. En el diagrama alcalino se ha supuesto la recuperación del uranio a partir de la solución de lixiviación por precipitación directa con HONa . La solución estéril se recarbonataría con anhídrido carbónico y se la recircularía nuevamente al ataque, considerándose en este trabajo que, en cada ciclo se gasta el 30 % del hidróxido de sodio (carbonatado) que va a la lixiviación. Se ha calculado el coste en base al precio de este reactivo.

El coste del tratamiento ácido resultó de 460 pts y el del tratamiento alcalino de 442 pts.

Los ensayos de molienda permitieron clasificar a este mineral entre los blandos si no se desea reducir tamaños más allá de 200 mallas Tyler, habiéndose determinado las necesidades de potencia y equipo.

De los ensayos de separación sólido-líquido por sedimentación resultó que, en las condiciones ensayadas, es mucho más difícil en medio ácido que en medio alcalino. Las menores áreas unitarias determinadas en medio alcalino fueron 0,2 y 0,9 m^2 /t/día, que corresponden al empleo de 200 g de Separán NP 10 y 100 g de Karachigum F₃ por tonelada de mineral respec-

tivamente. En medio ácido el valor menor fué de $2,2 \text{ m}^2/\text{t}/\text{día}$, correspondiente a la dosis de 200 g de Karachigum E por tonelada.

Finalmente se considera que, en caso de continuarse el estudio de tratamiento en medio ácido, se justificaría la búsqueda de economías y, por lo tanto el estudio de la recuperación de fósforo.

Con respecto a las dificultades halladas para la separación sólido-líquido en ese medio, se sugiere estudiar la tostación del mineral previa a la lixiviación, lo que también sería interesante para el tratamiento alcalino.

Todo lo cual hace pensar en la necesidad de estudiar los dos diagramas de tratamiento completos, para efectuar las comparaciones técnico-económicas que permitirían tomar la decisión final.

3. CARACTERISTICAS DEL MINERAL

3.1. Muestra estudiada.

El mineral estudiado procede del yacimiento de Córcoles, zona San José 1º (Provincia de Guadalajara), habiéndose recibido una muestra de 8.526 Kg, que se denominó lote 12/02.

El mineral se presentaba en forma de polvo con algunos trozos de mayor tamaño.

3.2. Características mineralógicas.

Contiene aproximadamente 20 % de calcita, 50 % de arcillas y un 25 % de cuarzo. Como minerales de uranio contiene tyuyamunita. En el apéndice se reproduce el análisis mineralógico.

3.3. Composición química.

El análisis cuantométrico dió los siguientes resultados :

Al_2O_3	-	5,9	%
Fe_2O_3	-	1,9	%
P_2O_5	-	3,8	%
SiO_2	-	80	%

El contenido de uranio como U_3O_8 resultó de 0,2 % determinado por análisis químico y el de fósforo, por el mismo método, 3,3 % como P_2O_5 .

4. MOLIENDA.

Se realizaron ensayos de molienda siguiendo una técnica normalizada (1) consistente en moler varias fracciones de un mineral a distintos tiempos, determinándose en cada caso el porcentaje de sólidos cernidos a -200 mallas. Con estos valores se construye la curva característica del mineral, que se compara con curvas tipo, para hallar la capacidad y necesidades de potencia de un molino.

El mineral todo uno tenía una gran proporción de finos. Para efectuar los ensayos se le preparó tamizando con la malla 10 (Tyler) y moliendo los rechazos. La fracción de 200 mallas de éste, ascendía a 67,9 %.

En la figura 1 se representa la curva característica, que permite clasificar a este mineral entre los blandos, si no se desea reducir tamaños más allá de 200 mallas Tyler.

Se deseaba conocer las necesidades de equipo y potencia según se moliera a -35 o a -100 mallas Tyler, para tenerlo en cuenta al fijar condiciones de lixiviación.

Aplicando el método ya citado para moler 1.000 t día de mineral resultó :

- 35 mallas (40 % - 200 m)	- 100 mallas (80 % - 200 m)
Diámetro : 1,9 m	2,7 m
Longitud : 3,0 m	3,4 m
Potencia requerida : 160 HP	470 HP
Potencia a instalar : 160x1,2 = 192 HP	570 HP
Carga de bolas : 14 Tm	30 Tm

5. LIXIVIACION.

5.1. Generalidades.

5.1.1. Aparatos y procedimientos.

El mineral todo uno fué desmuestreado mecánicamente, siguiendo la técnica habitual. Se obtuvieron 80 Kg de muestra final y 320 Kg de rechazos de muestra final.

Al realizar la primera serie de ensayos se molió una parte de la muestra final hasta -35 mallas Tyler, en molino de anillos, con separación intermedia de finos para evitar una producción excesiva de los mismos. El mineral se dividió por desmuestre en fracciones de 100 g.

Posteriormente, al realizarse una segunda serie de ensayos, se prepararon tres fracciones de 5 Kg cada una, molidas independientemente hasta -20, -35 y -100 mallas Tyler, siguiendo la misma técnica que en el caso anterior. Se determinó la humedad (1,88 %) y se dividió cada fracción por desmuestre en porciones de 100 g secos.

El análisis granulométrico se efectuó con un deslamado previo realizado tamizando en húmedo con la malla Tyler nº 270. El rechazo correspondiente se secó y se tamizó en seco. Los análisis se reproducen en la tabla 1. Corresponde a las tres fracciones que se usaron en

la segunda serie de ensayos.

Los ensayos de lixiviación se efectuaron con agitación mecánica, en el tren de lixiviación con reactores estancos, empleándose la técnica acostumbrada, con 100 g de mineral y relación líquido/sólido = 1,5 en todos los casos. Las filtraciones y lavados se hicieron también de acuerdo con la técnica habitual enrasándose los líquidos a 1 l.

5.1.2. Análisis y determinaciones.

En todos los ensayos de lixiviación se midió el potencial redox y pH de la pulpa, al final de cada ensayo. Se solicitó la determinación de uranio (U_3O_8) en los residuos, por duplicado, en ambos medios. En los líquidos por sencillo en los ataques ácidos y por duplicado en la segunda serie de ataques alcalinos, utilizándose el método del dibenzoilmetano (2).

En los líquidos se determinó además, en algunos casos, hierro total, fosfatos y sulfatos.

Se midió la pérdida de peso en los residuos para determinar las recuperaciones.

5.1.3. Planteo de experiencias.

Las ventajas de los diseños factoriales ya han sido ampliamente valoradas (3, 4).

Los ensayos de lixiviación se realizaron según planteos factoriales completos de tres y cuatro factores en dos niveles (2^n), salvo en la primera serie de ensayos en medio ácido donde se emplearon tres niveles de la dosis de ácido.

5.2. Lixiviación ácida.

Aunque se consideraba que este mineral era un caso típico a tratar por proceso alcalino, se pensó que podría resultar interesante estudiar la lixiviación ácida, pues si bien los ensayos de tanteo hacían previsible consumos de ácido del orden de 300 Kg/t, aparecían concentraciones altas de fosfatos en el líquido, cuya recuperación podría ser interesante estudiar para considerar los diagramas completos de lixiviación alcalina-precipitación frente al de lixiviación ácida-extracción de uranio y recuperación de fósforo.

5.2.1. Diseño de experiencias.

Con el objeto de centrar el campo que debía investigarse de forma sistemática se efectuaron previamente algunos ensayos de tanteo.

De acuerdo con los resultados obtenidos se decidió realizar una primera serie de ensayos estudiando las siguientes variables en los niveles que se indican :

Variable		Niveles		
Símbolo utilizado		1	2	3
D	Dosis de ácido sulfúrico, Kg/t	200	250	300
C	Temperatura, °C	25	50	-
B	Duración de ataque, h	12	24	-
A	Dosis de manganesa, Kg/t	0	5	-

El resto de las variables se mantuvieron fijas en todos los ensayos a los valores siguientes :

Granulometría, mallas Tyler	:	- 35
Relación L/S	:	1,5/1

Las variables se estudiaron con un plan factorial completo sin repetición y por consiguiente se hicieron 24 ensayos.

Posteriormente, en la segunda serie de ensayos, se consideró conveniente ampliar el estudio incluyendo la variable granulometría en dos niveles y eliminar el factor dosis de manganesa, pues su efecto no había resultado significativo en la solubilización del uranio. A continuación se resumen las variables y niveles adoptados :

Variable		Niveles	
Símbolo utilizado		1	2
D	Dosis de ácido sulfúrico, Kg/t	225	250
C	Temperatura, °C	20	30
B	Duración de ataque, h	24	48
A	Granulometría, mallas Tyler	-20	-35

La relación L/S se mantuvo constante en todos los ensayos e igual a 1,5/1, ya que en los ensayos de tanteo se habían presentado dificultades con relaciones menores.

Las variables se estudiaron con un plan factorial completo sin repetición y por consiguiente en este caso se hicieron dieciséis ensayos.

5.2.2. Resultados obtenidos y cálculos.

La tabla 2 da, para cada combinación de tratamientos de lixiviación, los valores de potencial redox, pH, concentraciones de uranio e impurezas en los líquidos, pérdida de peso porcentual y pérdida de uranio en los residuos, ley recompuesta del mineral en cada ensayo y recuperación de uranio correspondientes a la primera serie de ensayos. La tabla 5 da los valores de dichas características para la segunda serie de ensayos. Las leyes de los residuos se determinaron por duplicado, indicándose en las ta-

blas los valores medios. Se agrega la media de las leyes recompuestas de todos los ensayos, su desviación típica y sus límites de confianza del 95 %.

Como respuestas se consideran las pérdidas de uranio en los residuos y las recuperaciones, y para establecer la significación de los efectos de las variables, se efectuaron análisis de las varianzas de las pérdidas de uranio en los residuos (tablas 3, 4 y 6).

Estas pérdidas, las recuperaciones y las leyes recompuestas para cada ensayo se calcularon aplicando el programa FSL, para la calculadora electrónica, que proporcionó además la ley promedio y su desviación típica. Los cálculos para los análisis de las varianzas se efectuaron en base al método de Fisher y Yates (3) con el programa F2N.

5.2.3. Discusión.

El examen de las tablas 2 y 5 muestra que los porcentajes de uranio solubilizados son elevados, pues están por encima del 86 % en todos los casos.

Con respecto al fósforo la recuperación más baja fué del 94 %.

En las tablas 3 y 4, que dan los análisis de las varianzas de las pérdidas de uranio en los residuos para la primera serie de ensayos, se ve que alcanzaron significación los efectos de los factores : dosis de ácido, tiempo de ataque y temperatura. Se observa además que el primero interacciona con uno de los otros en cada intervalo considerado, resultando independiente el efecto restante. La dosis de manganesa dentro del intervalo estudiado, no ejerce influencia. Los residuales se han estimado englobando las interacciones de tres y cuatro factores, dando un valor de $226(g/t)^2$ en el primer caso y de $867(g/t)^2$ en el segundo, es decir, desviaciones típicas del error = 15 y 9,3 g/t respectivamente.

En la segunda serie de ensayos (tablas 5 y 6) solamente se observó la influencia de la temperatura y ésta al nivel de significación del 10 %. El residual, estimado englobando las interacciones de tres y cuatro factores da un valor de 2247 (g/t)^2 es decir una desviación típica del error = 475 g/t. Esto puede deberse a algún ligero efecto de las interacciones mencionadas, dando cuadrados medios elevados que quitan precisión al análisis de la varianza. Este mineral presenta, además, algunas dificultades de manipuleo, como por ejemplo su baja velocidad de filtración, que podría provocar pérdidas de material al repetir los repulados y filtraciones.

Con respecto a los potenciales redox, las tablas 2 y 5 muestran que los valores de las pulpas al finalizar los ensayos sin agregado de manganesa son, salvo en un caso, bastante superiores a 450 mV, lo que confirma que dicho reactivo no es necesario.

Los valores del pH, dados en las tablas 2 y 5, están en una zona donde dicha medida tiene poca sensibilidad. En algunos ensayos correspondientes a la dosis de 200 Kg de ácido sulfúrico por tonelada, alcanza el valor 1,7 lo que se deberá tener en cuenta pues podrían ocurrir precipitaciones.

La ley media del mineral, calculada a partir de las leyes recompuestas de los veinticuatro ensayos de la primera serie y de los dieciséis de la segunda son $2085 \pm 28 \text{ g U}_3\text{O}_8/\text{t}$ y $2169 \pm 50 \text{ g U}_3\text{O}_8/\text{t}$ respectivamente.

Los pesos de los residuos están comprendidos entre 96 y 110 g para 100 g iniciales. El aumento podría deberse a la transformación de los carbonatos en sulfatos.

5.3. Lixiviación alcalina.

5.3.1. Diseño de experiencias.

En una primera serie de ensayos se investigó el efecto de tres variables, como se indica a continuación :

Variable	Niveles	
Símbolo utilizado	1	2
D, Dosis de reactivo, Kg/t	50	100
C, Temperatura, °C	60	80
A, Dosis de permanganato potásico, Kg/t	0	5

■ Mezcla de CO_3Na_2 (80 %) y CO_3HNa (20 %)

El resto de las variables se mantuvieron fijas en todos los ensayos a los valores siguientes :

Granulometría, mallas Tyler	:	- 35
Duración del ataque, horas	:	24
Relación líquido/sólido	:	1,5/1

Las variables se estudiaron según un plan factorial 2^3 sin repetición y por consiguiente se hicieron ocho ensayos.

Posteriormente en la segunda serie de ensayos se consideró conveniente estudiar el efecto de las variables tiempo de ataque y granulometría, eliminando en cambio el factor dosis de permanganato potásico, que no había mostrado un efecto positivo en la solubilización. A continuación se resumen las variables y niveles adoptados

Variable	Niveles	
Símbolo utilizado	1	2
D, Dosis de reactivo, Kg/t	75	100
C, Temperatura, °C	80	90
B, Duración del ataque, horas	12	24
A, Granulometría, mallas Tyler	-35	-100

■ Mezcla de CO_3Na_2 (80 %) y CO_3HNa (20 %)

Se mantuvo la relación líquido/sólido = 1,5/1 en todos los ensayos.

Las variables se estudiaron con un plan factorial completo sin repetición y por consiguiente se hicieron diez y seis ensayos.

5.3.2. Resultados obtenidos y cálculos.

Las tablas 7 y 9 dan, para cada combinación de tratamientos, los valores del pH, concentraciones de uranio en los líquidos, cambios porcentuales de peso y pérdida de uranio en los residuos, ley recompuesta del mineral en cada ensayo y extracción de uranio, en por ciento. Se indican además la media de las leyes recompuestas de todos los ensayos y su desviación típica. Se determinaron por duplicado, en la primera serie de ensayos, las leyes de los residuos solamente, y en la segunda las leyes de los líquidos y de los residuos, indicándose en estos casos en las tablas las medias respectivas.

Como respuestas se consideran las pérdidas de uranio en los residuos y las recuperaciones, y para establecer la significación de los efectos de las variables se efectuaron análisis de las varianzas de dichas pérdidas (tablas 8 y 10).

Además para la segunda serie de ensayos de lixiviación, se consideró de interés efectuar el análisis de la varianza de las leyes recompuestas

de cada ensayo y la pérdida de peso de los residuos, pues si estos factores resultaran afectados por alguna combinación de tratamientos, esto podría influir en las respuestas.

La tabla 11 da el análisis de la varianza de las leyes de U_3O_8 re-compuesta del mineral. Un análisis previo, se efectuó en base al cuadrado medio del error estimado a partir de las interacciones de tres y cuatro factores. Se obtiene la misma significación para el efecto de la granulometría, pero aparecen interacciones simples con los otros tres factores (al nivel del 10 % con el tiempo y la dosis de carbonato, y al nivel del 5 % con la temperatura). Se consideró sin embargo, que el único factor cuya influencia tiene significado físico en este caso, es la granulometría, pues en la preparación de las muestras pueden producirse diferencias, por ejemplo pequeñas pérdidas de finos con contenidos altos de uranio, durante los tamizados intermedios de la molienda. Por ello se realizó luego el análisis que se indica, calculando el cuadrado medio del error con todos los tratamientos distintos del citado, con lo que se confirmó la significación de su efecto.

En cuanto al análisis de la varianza de las pérdidas de peso de los residuos, aunque el efecto de la granulometría resultó significativo al 1 %, no se incluye la tabla correspondiente pues el efecto es pequeño, y es posible que los ensayos realizados no sean suficientes para apreciarlo con la precisión necesaria.

El análisis de la varianza de las pérdidas de uranio en los residuos correspondiente a la primera serie de ocho ensayos, se ha efectuado englobando los cuadrados medios de las interacciones de dos y tres factores. Si bien los efectos señalados alcanzan una significación del 5 %, se debe tener en cuenta las limitaciones del procedimiento empleado. El

análisis realizado teniendo en cuenta sólo el cuadrado medio de la interacción de tres factores, detectó los mismos efectos con idéntica significación.

Con respecto a los métodos de cálculo se emplearon los mismos programas y métodos que en el caso de los ataques ácidos (5.1.2.).

5.3.3. Discusión.

El examen de las tablas 7 y 9 muestra que los porcentajes de uranio solubilizado son altos pues, salvo en algunos casos correspondientes a la dosis más baja de carbonato, todos los rendimientos están por encima de 80 %.

Según se ve en las tablas 8 y 10, del análisis de la varianza de las pérdidas de uranio en los residuos, las variables que afectan la solubilización son : Dosis de carbonato, cuyo efecto no interacciona con los otros en los intervalos ensayados. Temperatura, que en el intervalo de 60 a 80 °C, con la granulometría fija en -35 mallas, sólo parece afectar en forma independiente, mientras que en el intervalo de 80 °C a 90 °C estudiado luego, con dos granulometrías, sólo se nota su efecto como interacción con esta última. El tiempo, mantenido fijo en la primera serie, resulta significativo en el intervalo estudiado en la segunda, interaccionando con la granulometría. Finalmente ésta interacción con los otros dos factores antedichos, produciendo en todos los casos la disminución de tamaños, una disminución en la ley de los residuos.

El efecto de la dosis de oxidante en la primera serie de ensayos se mantuvo por debajo del error del método, no habiéndose estudiado luego.

El cuadrado medio del error se ha estimado en el primer caso, como ya se dejó en base a los cuadrados medios de las interacciones de dos y tres factores, y en el segundo en base las interacciones de tres y cuatro

factores, resultando iguales a 8428 (g/t)^2 en el primer caso y 271 (g/t)^2 en el segundo. Las desviaciones típicas son ± 92 y $\pm 16,4$ respectivamente. El valor alto del cuadrado medio del error en el primer caso no debe atribuirse exclusivamente a problemas operatorios, debiendo tenerse en cuenta que alguna de las interacciones de dos factores podría resultar significativa en un análisis realizado en base a un mayor número de ensayos.

En lo relativo a los pH se puede observar su escasa variación a lo largo de todos los ensayos, estando comprendidos entre 9,3 y 9,6 en todos los casos. El potencial redox no se pudo medir, pues los valores correspondientes quedaban por debajo de la escala del potenciómetro.

La ley media del mineral, calculada a partir de las leyes compuestas de los ocho ensayos de la primera serie y de los dieciseis de la segunda, dan valores ligeramente diferentes : 2178 ± 45 y $2210 \pm 60 \text{ g U}_3\text{O}_8/\text{t}$.

6. SEPARACION SOLIDO-LIQUIDO.

Se efectuó un estudio de sedimentación, ensayándose los flocculantes Separán NP 10 y Karachigum F, en dosis de 50, 100 y 200 g/t, en los dos medios, ácido y alcalino.

Se empleó la técnica normalizada en este laboratorio (5), utilizándose las condiciones indicadas en el caso general. Se prepararon pulpas individuales para cada tubo, lixiviándose en las condiciones que se consideraron óptimas en los dos medios, empleándose cantidades de mineral variable, alrededor de 340 g, según la capacidad de cada tubo. Se efectuaron previamente las determinaciones de densidad del mineral con muestras molidas a -20 y -400 mallas.

La tabla 12 da las áreas y concentraciones finales correspondientes al medio alcalino. Se observa que la mejor respuesta corresponde al Separán en la dosis de 200 g/t.

En medio ácido, la velocidad de sedimentación fué tan baja, en las condiciones ensayadas, que se consideró innecesario efectuar los cálculos de todos los ensayos. Los datos que se reproducen a continuación corresponden al caso más favorable.

Floculante	:	Karachigum F
Dosis	:	200 g/t
Area	:	2,2 m ² /t/día
Concentración final	:	29,3 % P/P
Condiciones de lixiviación		
Dosis de ácido sulfúrico	:	250 Kg/t
Temperatura	:	Ambiente
Tiempo de ataque	:	24 h (con 8 h de reposo)
Granulometría	:	-35 mallas Tyler
Relación líquido/sólido	:	1,5
pH final	:	1,1 - 1,7
Densidad de los sólidos secos	:	2,7 g/c.c.
Concentración de sólidos en la pulpa inicial	:	20 % P/P
Altura inicial	:	430 mm
Concentración de las soluciones de floculante	:	0,2 g/l

7. CALIDAD DE LAS SOLUCIONES

Se dan a continuación los contenidos de algunos elementos en los líquidos de lixiviación ácida, indicándose los valores máximos y mínimos observados.

U ₃ O ₈	:	1,8 - 2,1	Kg/t	de mineral
P ₂ O ₅	:	31 - 38	Kg/t	de mineral
Fe total	:	2 - 7,3	Kg/t	de mineral
SO ₄	:	58 - 148	Kg/t	de mineral

En los líquidos alcalinos el contenido de U₃O₈ osciló entre 1,36 y 2,03 Kg por tonelada de mineral.

8. DISCUSION GENERAL

8.1. Bases de comparación.

En el capítulo 5 se han visto las variables que desde un punto de vista químico y físico, ejercen influencia significativa sobre la recuperación de uranio.

En este apartado se considera en especial la significación económica de los efectos observados, para elegir finalmente las condiciones que resulten mas adecuadas para el tratamiento.

Se han tenido en cuenta los siguientes valores :

1130

- a) Precio del concentrado de uranio : 1.060 pts/Kg U_3O_8
- b) Precio del ácido sulfúrico puesto en fábrica : 1,65 pts/Kg
- c) Precio del hidróxido de sodio puesto en fábrica : 6,60 pts/Kg
- d) Coste de la elevación de temperatura : 1,30 pts/°C sobre las bases siguientes : relación líquido/sólido : 1,5, precio del vapor 0,30 pts/Kg, calor específico de los sólidos : 0,25 Kcal/Kg °C. Se suponen despreciables las pérdidas.

- e) Coste de 12 horas de agitación : 5,4 pts/t
- Coste de 24 horas de agitación : 9,7 pts/t

Se tomaron como base los costes de construcción y operación de ocho tanques pachuca, en los que se procesan 1.000 t/día de un mineral, y se determinó lo que costaría instalar y operar tanques para procesar 1000 t/día con 12 y 24 h de retención, en las condiciones del mineral en estudio. Los costes de instalación, según las distintas capacidades se efectuaron aplicando la fórmula de Dickson (8) con lo que se calcularon los costes de amortización por tonelada tratada. A esto se sumó el coste del aire comprimido por tonelada tratada en cada caso.

En el diagrama alcalino se ha supuesto la recuperación del uranio a partir de la solución de lixiviación por precipitación directa con HONa. La solución estéril se recarbonata con anhídrido carbónico y se la recircula nuevamente al ataque, considerándose en este trabajo, que en cada ciclo se gasta el 30 % del hidróxido de sodio que va a la lixiviación. El precio del anhídrido carbónico no se tomó en cuenta, considerándose que se aprovecharía el producido en la caldera.

La recuperación en las etapas posteriores a la lixiviación se considera aproximadamente igual en ambos casos.

Los costes de molienda por tonelada tratada no se tuvieron en cuenta, pues las diferencias de coste entre los tratamientos, motivados por otros conceptos, son muy superiores a las diferencias de coste de la molienda.

Sobre estas bases y teniendo en cuenta las magnitudes de los efectos significativos dados en las tablas 3, 4, 6 y 8 se han efectuado las estimaciones económicas que se indican a continuación.

8.2. Condiciones óptimas.

8.2.1. Lixiviación ácida.

a) Intervalo 200 - 250 - 300 Kg SO_4H_2 /t.

En la tabla 13 se indican los costes de cada combinación de tratamientos, considerándose iguales en todos los casos, los gastos que no se detallan.

b) Intervalo de 225 a 250 Kg SO_4H_2 /t.

Con respecto a los anteriores, los niveles de B y C son diferentes, y se introduce el factor granulometría en lugar de la dosis de oxidante.

Sólo se nota el efecto independiente del aumento de temperatura de 20 a 30 °C que disminuye las leyes de los residuos en 53 g U_3O_8 /t con lo que se ganan 56 pts/t con un gasto de 10 pts/t.

De (a) resulta que el tratamiento más económico corresponde a las siguientes condiciones :

Dosis de ácido sulfúrico, Kg/t	:	250
Temperatura, °C	:	25
Tiempo de ataque, h	:	24

Además no se emplearía oxidante (5.2.2), la relación L/S sería de 1,5/1 y la granulometría -35 mallas Tyler.

En esas condiciones las pérdidas de uranio en los residuos resultan, teniendo en cuenta los efectos de las tablas 3 y 4, y los límites de confianza del 95 %.

1 ^{er} . intervalo	:	$37 \pm 19,4$	g U_3O_8 /t
2º intervalo	:	30 ± 12	g U_3O_8 /t

Si se tiene en cuenta además (b) con las limitaciones que se dijeron antes, las condiciones serían :

Dosis de ácido sulfúrico, Kg/t	:	225
Temperatura, °C	:	30
Tiempo de ataque, h	:	24
Granulometría, mallas Tyler	:	-20

No se emplearía oxidante y la relación líquido/sólido será de 1,5.

Sin embargo la respuesta sería una pérdida de uranio en el residuo de 149 ± 61 g U_3O_8 /t lo que, pese a los menores gastos dejaría un saldo negativo por lo que se considera apropiado aceptar por ahora sólo las condiciones que se dan en primer término.

8.2.2. Lixiviación alcalina.

a) Intervalo 50 - 100 Kg reactivo/t.

Hay dos efectos independientes, el de aumentar la temperatura de 60 a 80 °C que reduce la pérdida de uranio en los residuos en 217 g U_3O_8 /t con ganancia de 204 pts/t y el de aumentar la dosis de reactivo de 50 a 100 Kg/t, reduce dicha ley en 216 g U_3O_8 /t con una ganancia de 58 pts/t. Para el cálculo de los costes se tendrá en cuenta sólo los ensayos de la otra serie, dadas las limitaciones que presenta ésta.

b) Intervalo 75 - 100 Kg reactivo/t.

En la tabla 14 se indican los costes de cada combinación de tratamientos, considerando iguales en todos los casos, los gastos que no se detallan.

El tratamiento más económico corresponde a las condiciones :

Dosis de mezcla $CO_3Na_2 - CO_3HNa$ (80-20 %), Kg/t :	75 (52,4 Kg HONa/t)
Tiempo de ataque, h	: 24
Temperatura, °C	: 80
Relación líquido/sólido	: 1,5
Sin oxidante	

La respuesta a obtener en estas condiciones es un residuo con 241 ± 21 g U_3O_8 /t (límites de confianza del 95 %) equivalente a una solubilización del $88,5 \pm 1$ % del total existente en la alimentación.

8.3. Comparación.

Resumiendo lo anterior se comparan a continuación los costes de lixiviación ácida y alcalina, teniendo en cuenta las recuperaciones de uranio y los gastos ocasionados por los reactivos, temperatura y tiempo de ataque, y considerando que los gastos restantes (salvo la molienda) eran similares en ambos tipos de tratamiento.

a) Tratamiento ácido.

Dosis de ácido sulfúrico, Kg/t	:	250
Temperatura, °C	:	25
Tiempo de ataque, h	:	24
Granulometría, mallas Tyler	:	-35
Relación líquido/sólido	:	1,5
Ley del residuo	:	$37 \pm 19,4$ ó 30 ± 12 g U_3O_8 /t
Recuperación de uranio	:	98 ± 1 %
Coste parcial	:	entre 455 y 463 pts/t

b) Tratamiento alcalino

Dosis de mezcla $CO_3Na_2 - CO_3HNa$ (80 %-20 %), Kg/t:	75 (HONa 52,4 Kg/t)
Temperatura, °C	: 80
Tiempo de ataque, h	: 24
Granulometría, mallas Tyler	: -100
Relación líquido/sólido	: 1,5
Ley del residuo	: 241 ± 21 g U_3O_8 /t
Recuperación, %	: $88,5 \pm 1$
Coste parcial	: 442 pts más el coste de molienda.

De todo lo cual resulta que el tratamiento alcalino no resulta marcadamente más económico que el ácido.

Se debe tener en cuenta además que la separación sólido-líquido en medio ácido resulta muy difícil en las condiciones ensayadas (cap. 6). La menor área unitaria determinada en medio alcalino es la que correspondió a 200 g de Separán NP 10 por tonelada de mineral tratado, mientras que, en medio ácido, el valor menor fué de $2,2 \text{ m}^2/\text{t}/\text{día}$, correspondiente a la dosis de 200 g de Karachigum por tonelada de mineral.

En cuanto a la recuperación de fósforo en medio ácido resultó superior al 94 % en todos los casos.

8.4. Consideraciones finales.

Finalmente se considera que, en caso de continuarse el estudio de tratamiento en medio ácido, se justificaría la búsqueda de economías

y, por lo tanto, el estudio de la recuperación de fósforo.

Con respecto a las dificultades halladas para la separación sólido-líquido en ese medio, se sugiere estudiar la tostación del mineral previa a la lixiviación, lo que también sería interesante para el tratamiento alcalino, dado que, como ya se ha visto, (tabla 12) estas pulpas sólo responden a dosis elevadas de flocculantes.

Todo lo cual hace pensar en la necesidad de estudiar los dos diagramas completos, para efectuar las comparaciones técnico-económicas que permitirían tomar la decisión final.

Agradecimiento.

Deseo dejar constancia del reconocimiento debido a la Junta de Energía Nuclear, en cuyos laboratorios de la Dirección de Plantas Piloto e Industriales se efectuó este trabajo, así como a la Comisión Nacional de Energía Atómica de la República Argentina y al Organismo Internacional de Energía Atómica que hicieron posible la realización de este estudio.

Referencias.

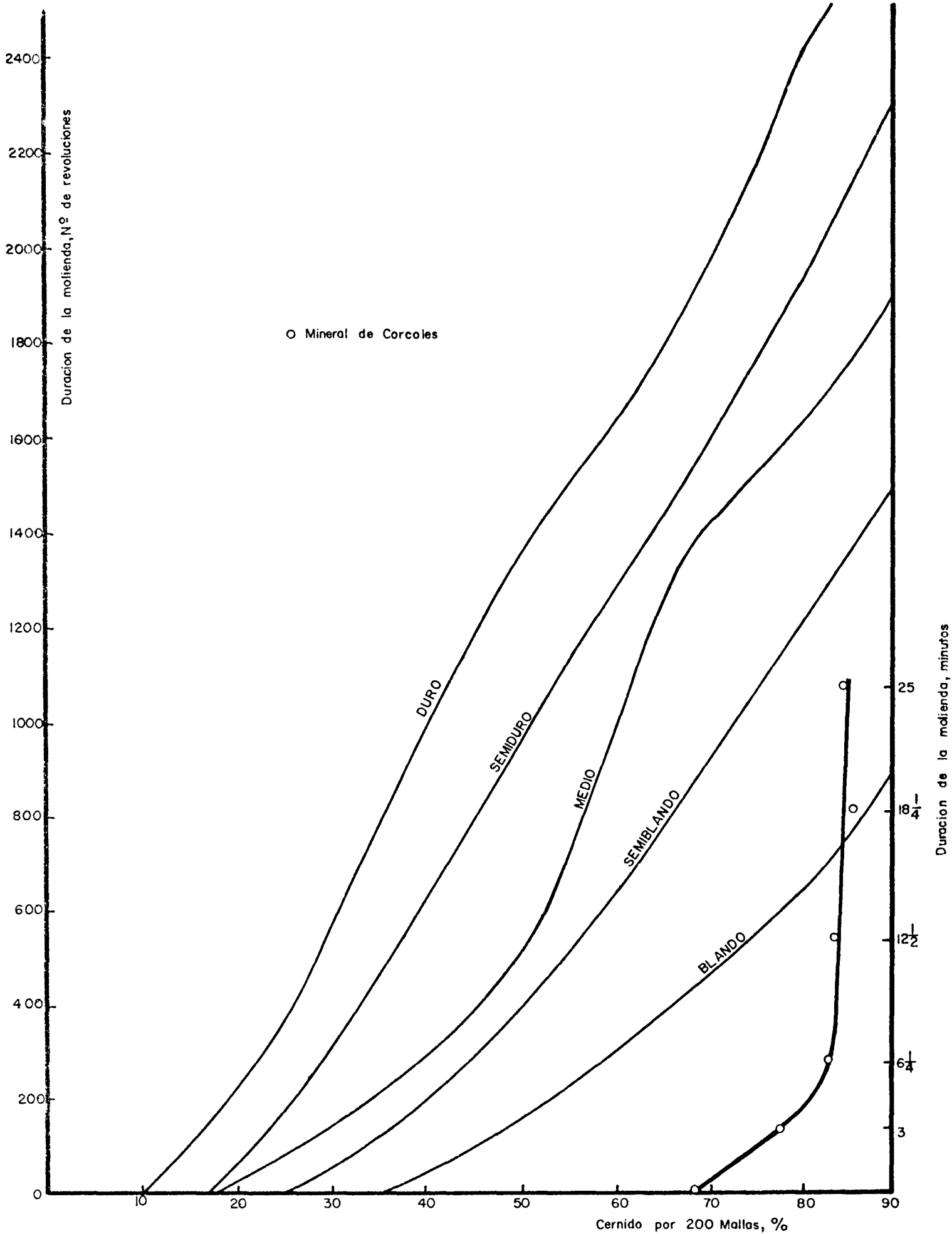
- 1) Casós, P., Ensayos de Molienda. Normas - JEN, IM, SPP, Madrid, 1962
- 2) Hernández, B.R. y J. R. Suarez del Rey. Sobre los métodos espectrofotométricos para determinar uranio en muestras con gran contenido en impurezas. XI Reunión Bienal de la R.S.E.F.Q., Bilbao, Octubre 1963.
- 3) Davies, O.L. The Design and Analysis of Industrial Experiments. Oliver and Boyd. London, 1956.

- 4) Gasós, P y Josa, J.M., Los diseños estadísticos en investigación aplicada, 1ª Asamblea CENIM, Madrid, 1965.
- 5) Gasós, P. Ensayos de sedimentación en tubos. Normas, JEN, DM, SPP, Madrid, 1962.
- 6) Vilbrandt, F.C., Chemical Engineering Plant Design, Mc Graw-Hill Co, New York, 1949.

T A B L A S . -

Tabla 1. Análisis granulométrico.

Tamices mallas Tyler	Fracción molida a (mallas Tyler)							
	- 20		- 35		- 100			
	% parcial	% Acumulado	% parcial	% acumulado	% parcial	% Acumulado		
+ 48	9,0	9,0	2,2	2,2	-	-		
+ 65	1,7	10,7	1,6	3,8	-	-		
+100	2,5	13,2	3,3	7,1	0,3	0,3		
+150	4	17,2	7,7	14,8	7,9	8,2		
+200	9,8	27,0	8,9	23,7	11,5	19,7		
+270	12,7	39,7	12,0	35,7	13,3	33,0		
-270	60,3	100,0	64,3	100,0	67,0	100,0		



Curva característica de molienda

Tabla 2. Lixiviación ácida. Condiciones y resultados, (1ª serie de ensayos).

Condiciones de lixiviación				pH	mV	Contenidos en líquidos, Kg/t				Residuos		Ley recom- puesta Kg U ₃ O ₈ /t	Extra- ción U ₃ O ₈ %
H ₂ SO ₄ Kg/t	Tº, °C	tº, h	MnO ₂ Kg/t			U ₃ O ₈	Fe(t)	P ₂ O ₅	SO ₄	Peso %	Pérdida Kg U ₃ O ₈ /t		
200	25	12	0	-	-	1,86	1,98	31,2	58,0	99,8	0,182	2,042	91,2
		24	5	-	-	1,89				100,0	0,156	2,046	92,5
			0	1,3	610	1,86				102,6	0,189	2,049	90,9
			5	1,4	570	1,95				101,6	0,162	2,112	92,2
50		12	0	-	-	2,00				100,0	0,175	2,175	91,6
		24	5	0,9	645	1,99				103,1	0,135	2,125	93,5
			0	1,7	530	2,00				100,0	0,114	2,114	94,5
			5	1,7	640	1,95				100,0	0,121	2,071	94,2
250	25	12	0	1,1	650	2,00	2,64	32,7	93,4	100,0	0,076	2,076	96,3
		24	5	1,05	660	2,00				100,0	0,074	2,074	96,4
			0	0,8	650	1,98				104,0	0,037	2,017	98,2
			5	0,9	720	2,06				106,0	0,038	2,098	98,2
50		12	0	-	-	2,01				99,8	0,076	2,086	96,3
		24	5	1,0	660	2,00				102,0	0,089	2,089	95,7
			0	1,4	570	2,04				98,2	0,051	2,091	97,5
			5	1,4	578	2,03	4,83	33,7	107	97,6	0,051	2,081	97,6
300	25	12	0	0,5	760	2,06				102,1	0,032	2,092	98,5
		24	5	0,6	770	2,05				102,6	0,041	2,091	98,0
			0	0,7	640	1,98				99,9	0,052	2,032	97,5
			5	0,8	750	1,91				96,1	0,029	1,939	98,6
50		12	0	1,2	670	2,06				100,0	0,069	2,129	96,7
		24	5	1,3	685	2,02				100,0	0,080	2,100	96,1
			0	0,5	450	1,82				97,7	0,053	1,873	97,5
			5	0,5	450	2,13	7,33	31	148	98,1	0,059	2,189	97,2
Ley media recalculada 2074,5 g U ₃ O ₈ /t. Desviación típica : 66,2 g U ₃ O ₈ /t													

Tabla 3 • Análisis de la varianza de las pérdidas de uranio en los residuos. Lixiviación ácida. Primera serie de ensayos.

Causa de la variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Significación del cuadrado medio	Efecto U_3O_8/t
A	1	390	390		
B	1	2.576	2.576	0,05	- 25,4
C	1	564	564		
D	1	33.581	33.581	0,001	- 91,6
AB	1	116	116		
AC	1	46	46		
AD	1	588	588		
BC	1	203	203		
BD	1	315	315		
CD	1	2.139	2.139	0,05	23,1
ABC	1	86	86		
ABD	1	233	233		
ACD	1	0,06	0,06		
BCD	1	564	564		
ABCD	1	248	248		

Efectos	Efecto en la ley del residuo $U_3O_8, g/t$
B, aumento del tiempo, horas De 12 a 24	- 25,4
D, aumento del ácido, Kg/t De 200 a 250 a 25 °C a 50 °C	- 114 - 68
C, aumento de la temperatura, °C De 25 a 50 con 200 Kg H_2SO_4/t con 250 Kg H_2SO_4/t	- 23 23

Tabla 4 . Análisis de la varianza de las pérdidas de uranio en los residuos. Lixiviación ácida. Primera serie de ensayos.

Causa de la variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Significación del cuadrado medio	Efecto $g\ U_3O_8/t$
A	1	11	11		
B	1	1.620	1.620	0,01	- 20,1
C	1	1.502	1.502	0,01	19,4
D	1	333	333		
AB	1	127	127		
AC	1	116	116		
AD	1	2	2		
BC	1	46	46		
BD	1	798	798		
CD	1	264	264		
ABC	1	11	11		
ABD	1	46	46		
ACD	1	18	18		
BCD	1	264	264		
ABCD	1	95	95	0,05	14,1

A, Dosis de manganesa, 0-5 Kg/t; B, tiempo, 12-24 h; C, Temperatura, 25-50 °C; D, Dosis de ácido, 250-300 Kg/t.

Efectos

Efecto en la ley del residuo
 $U_3O_8, g/t$

C, aumento de la temperatura, °C

De 25 a 50 °C

+ 19,4

B, aumento del tiempo, h

De 12 a 24

con 250 Kg SO_4H_2/t

con 300 Kg SO_4H_2/t

- 34

- 6

D, aumento del ácido, Kg/t

De 250 a 300

con 12 h

con 24 h

- 14

+ 14

Tabla 5. Lixiviación ácida. Condiciones y resultados. (2ª serie de ensayos).

Condiciones de lixiviación				pH	mV	Contenidos en líquidos, K _E /t				Resíduo		Ley re-compuesta g U ₃ O ₈ /t	Extracción U ₃ O ₈ , %	
H ₂ SO ₄	T°, °C	t°,h	Mallas Tyler			U ₃ O ₈	Fe (t)	P ₂ O ₅	SO ₄	Peso, %	Pérdida g U ₃ O ₈ /t			
225	20	24	-20	0,8	640	1,91	4,19	36,0	97,8	106,9	228	2138	89,5	
			-35	1,0	640	1,89	-	-	-	107,2	267	2157	87,7	
		48	-20	0,9	610	1,94	-	-	-	107,0	167	2107	92,3	
			-35	1,4	590	2,02	-	-	-	107,8	291	2311	86,6	
	30	24	-20	0,8	650	1,98	-	-	-	107,6	210	2189	90,4	
			-35	0,7	640	2,05	4,4	36,5	89,0	107,95	172	2222	92,1	
		48	-20	1,3	340	1,89	-	-	-	104,0	110	2000	94,9	
			-35	1,3	480	1,99	-	-	-	105,5	138	2128	93,6	
	250	24	24	-20	0,6	680	2,02	-	-	-	106,9	167	2187	92,3
				-35	0,9	650	2,09	-	-	-	109,5	237	2327	89,1
			48	-20	1,3	610	2,03	4,3	36,5	90,9	103,4	139	2169	93,6
				-35	1,3	610	1,85	-	-	-	103,45	137	1987	93,7
30		24	-20	0,6	680	2,01	-	-	-	105,0	187	2129	94,5	
			-35	0,7	660	2,15	-	-	-	106,0	127	2277	94,1	
		48	-20	0,9	650	2,06	-	-	-	106,5	145	2205	93,3	
			-35	1,0	630	2,02	4,5	38,0	89,5	105,4	173	2193	92,0	

Ley media recalculada : 2169,2 g U₃O₈/t;

Desviación típica : 94,1 g U₃O₈/t.

Ley media recalculada : 2169,2 g U₃O₈/t; Desviación típica : 94,1 g U₃O₈/t.

Tabla 6 . Análisis de la varianza de las pérdidas de uranio en los residuos. Lixiviación ácida.

Causa de la variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Significación del cuadrado medio	Efecto $g\ U_3O_8/t$
A	1	3.660	3.660	0,10	- 53
B	1	2.756	2.756		
C	1	11.236	11.236		
D	1	6.480	6.480		
AB	1	812	812		
AC	1	2.209	2.209		
AD	1	72	72		
BC	1	484	484		
BD	1	600	600		
CD	1	2.304	2.304		
ABC	1	196	196		
ABD	1	2.970	2.970		
ACD	1	961	961		
BCD	1	6.084	6.084		
ABCD	1	1.024	1.024		

A, Granulometría, - 20 y - 35 mallas Tyler; B, Tiempo, 24 - 48 horas; C, Temperatura, 20 - 30 °C;
D, Dosis de ácido, 225 - 250 Kg/t.

Tabla 7. Lixiviación alcalina. Condiciones y resultados. (1ª serie de ensayos).

Reactivo Kg/t (1)	Condiciones de lixiviación		Líquidos g U_3O_8 /t	Resíduos		Ley com Extracción	
	Tª, °C	MnO_4^- Kg/t		Peso %	Pérdida Kg U_3O_8 /t	puesta Kg U_3O_8 /t	% U_3O_8
50	60	0	1,48	99,5	0,622	2,102	71,5
		5	1,36	100,0	0,799	2,159	63,3
	80	0	1,88	100,5	0,316	2,196	85,5
		5	1,68	100,0	0,495	2,175	77,3
100	60	0	1,80	100,5	0,396	2,196	81,8
		5	1,74	100,7	0,420	2,160	80,7
	80	0	1,96	99,7	0,294	2,254	86,5
		5	1,92	100,7	0,265	2,185	87,8

(1) Mezcla de CO_3Na_2 , 80 % y CO_3HNa , 20 %. Tiempo de ataque : 24 horas. Ley media recalculada : 2178 g U_3O_8 /t. Desviación típica : 43 g U_3O_8 /t.

Tabla 8 . Análisis de la varianza de las pérdidas de uranio en los residuos. Limivación alcalina. (1ª serie de ensayos).

Causa de la variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Significación del cuadrado medio	Efecto $g U_3O_8/t$
A	1	14.965	14.965	0,05	- 217
B	1	94.178	94.178	0,05	- 216
C	1	93.312	93.312		
AB	1	288	288		
AC	1	16.562	16.562		
BC	1	16.381	16.381		
ABC	1	481	481		

A, Dosis de MnO_4K , 0 - 5 Kg/t; B, Temperatura, 60 - 80 °C; C, Dosis de CO_3Na_2/CO_3HNa , 50 - 100 Kg/t

Tabla 9 . Lixiviación alcalina. Condiciones y resultados (segunda serie de ensayos).

Condiciones de lixiviación				pH	mV	Líquidos Kg U ₃ O ₈ /t de mine- ral	Resíduos		Ley com- puesta Kg U ₃ O ₈ /t	Extrao- ción U ₃ O ₈ %
Reactivo Kg/t (1)	T°. °C	t°. h	mallas Tyler				Peso %	Pérdida Kg U ₃ O ₈ /t		
75	80	12	-35	9,5	-	1,97	98,6	0,350	2,320	84,2
			-100	9,5	-	1,77	99,5	0,281	2,051	87,3
		24	-35	9,4	-	2,03	98,5	0,329	2,354	85,1
			-100	9,4	-	1,80	99,6	0,257	2,052	88,4
	90	12	-35	9,4	-	1,98	98,2	0,337	2,317	84,8
			-100	9,4	-	1,90	98,8	0,308	2,208	86,1
		24	-35	9,3	-	1,93	98,1	0,306	2,236	86,2
			-100	9,5	-	1,82	99,7	0,246	2,066	88,9
100	80	12	-35	9,6	-	1,95	98,6	0,324	2,269	85,3
			-100	9,6	-	1,83	99,7	0,263	2,093	88,1
		24	-35	9,5	-	2,01	98,4	0,321	2,331	85,5
			-100	9,5	-	1,82	99,9	0,239	2,059	89,2
	90	12	-35	9,4	-	1,92	98,9	0,283	2,198	87,2
			-100	9,5	-	2,02	98,5	0,321	2,336	85,5
		24	-35	9,3	-	2,01	98,6	0,280	2,285	87,3
			-100	9,5	-	1,95	99,9	0,234	2,179	89,4

(1) Mezcla de CO₃Na₂, 80 % y CO₃Mn 20 %.

Ley media recalculada : 22109 U₃O₈/t. Desviación típica : 114 g U₃O₈/t.

Tabla 10. Análisis de la varianza de las pérdidas de uranio en los residuos. Lixiviación alcalina (2).

Causa de la variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Significación del cuadrado medio, nivel	Efecto $g\ U_3O_8/t$
A	1	9073	9073	0,01	-47,6
B	1	4064	4064	0,05	-31,9
C	1	150	150		
D	1	1388	1388	0,10	-18,6
AB	1	1208	1208	0,10	-17,4
AC	1	2186	2186	0,05	23,4
AD	1	390	390		
BC	1	770	770		
BD	1	28	28		
CD	1	5	5		
ABC	1	518	518		
ABD	1	315	315		
ACD	1 5	431	431		
BCD	1	14	14		
ABCD	1	17	77		

Efectos	Efecto en la ley del residuo, $U_3O_8, g/t$
A, Granulometría, mallas Tyler de -35 a -100	
con 12 h y 80 °C	- 54
con 12 h y 90 °C	- 6
con 24 h y 80 °C	- 88
con 24 h y 90 °C	- 42
B, Aumento del tiempo, horas de 12 a 24	
con -35 mallas	- 15
con -100 mallas	- 49
C, Aumento de la temperatura, °C de 80 a 90	
con -35 mallas	- 24
con 100 mallas	24
D, Aumento de la dosis de carbonato, Kg/t de 75 a -100	-18,6

Tabla 11. Análisis de la varianza de las leyes de U_3O_8 recompuestas. Lixiviación alcalina. 2ª Serie

Causa de la variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Significación del cuadrado medio	Efecto $\epsilon U_3O_8/t$
A	1	100.172	100.172	0,01	- 158
B	1	2.756	2.756		
C	1	12.882	12.882		
D	1	5.476	5.476		
AB	1	37.249	37.249		
AC	1	7.056	7.056		
AD	1	2.401	2.401		
BC	1	1.332	1.332		
BD	1	11.772	11.772		
CD	1	1.722	1.722		
ABC	1	4.422	4.422		
ABD	1	2.401	2.401		
ACD	1	2.209	2.209		
BCD	1	2.025	2.025		
ABCD	1	1.225	1.225		
	14				

A, Granulometría - 35 y - 100 mallas Tyler.

Tabla 12. Ensayos de sedimentación en medio alcalino.

Floculante		Area	Concentración final,
		$m^2/t/día$	% p/p
Clase	Dosis, g/t		
Separán NP 10	50	1,5	43,9
	100	1,0	44,1
	200	0,2	56,3
Karachigum F	50	1,4	43,5
	100	0,9	47,3
	200	0,5	49,0

Concentración de sólidos en la pulpa inicial : 20 % P/P

Altura inicial : 430 mm

Concentración de las soluciones de floculantes : 0,2 g/l

Densidad de los sólidos secos : 2,7 g/c.c.

Concentración de sólidos en la descarga : 73 % P/V

Altura correspondiente a esta concentración : 135 mm

Condiciones de lixiviación

Dosis de mezcla $CO_3Na_2 - CO_3HNa$ (80 % - 20 %), Kg/t : 75

Temperatura, °C : 80

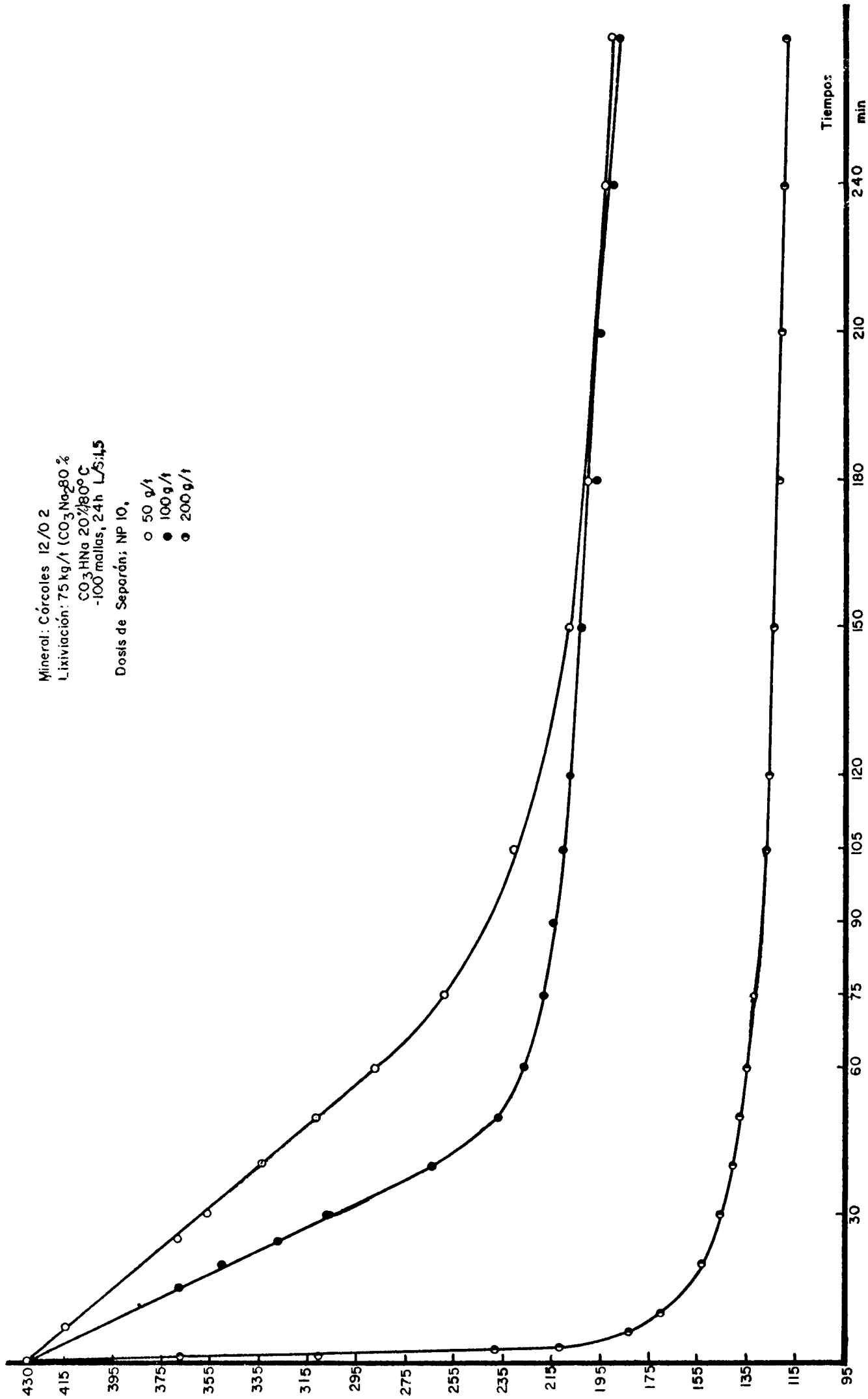
Tiempo de ataque, h : 24 (8 h en reposo)

Granulometría, mallas Tyler : - 35

Relación líquido/sólido : 1,5

pH final : 9,4

Alturas de
interfase (m.m.)



Mineral: Córcoles 12/0 2
Lixiviación: 75 kg/t (CO_3Na 80 %
 CO_3HNa 20 %) 80° C
-100 mallas, 24 h L/S:1.5

Dosis de Separán: NP 10,

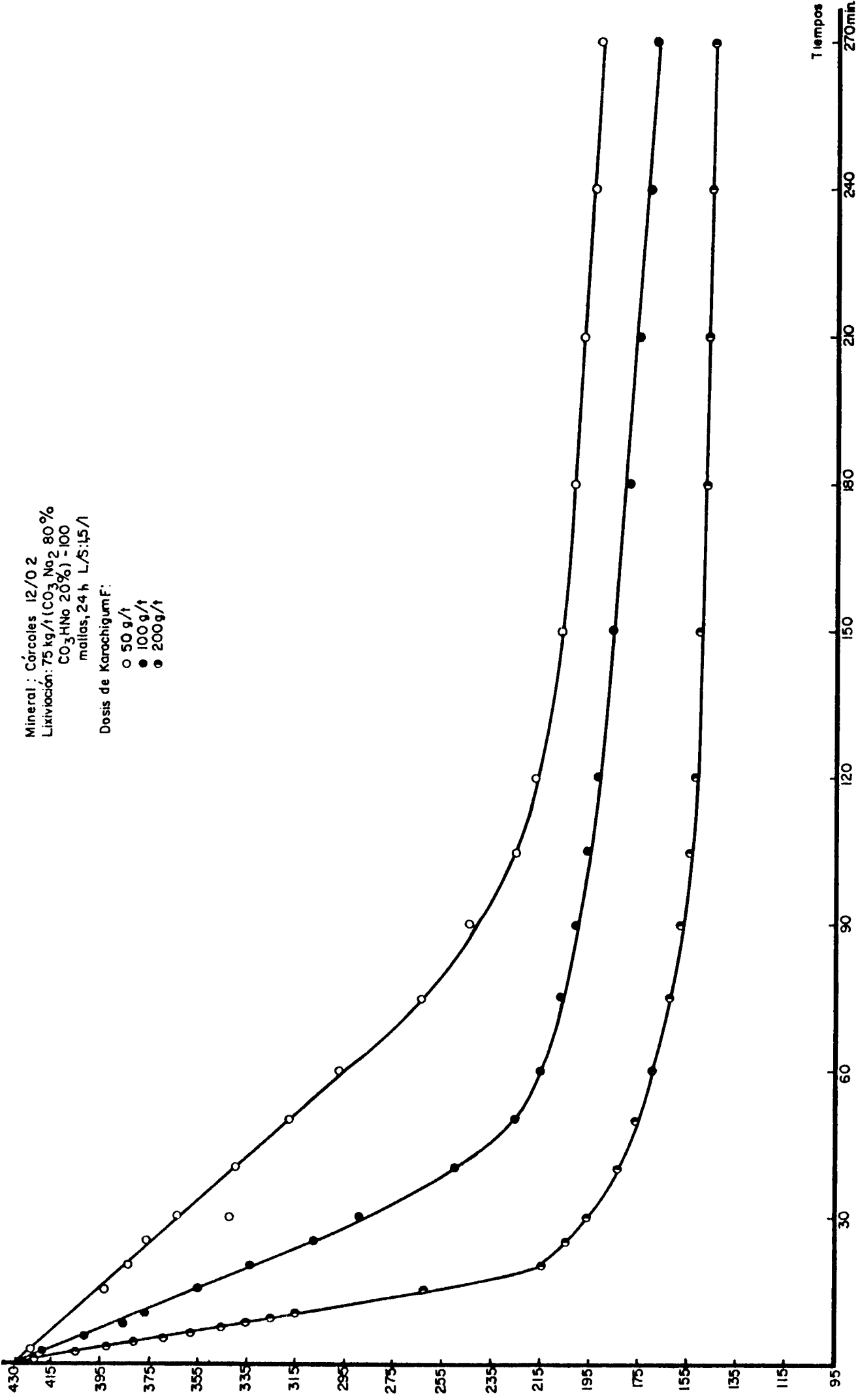
Ensayos de sedimentación

Alturas
interfase
mm.

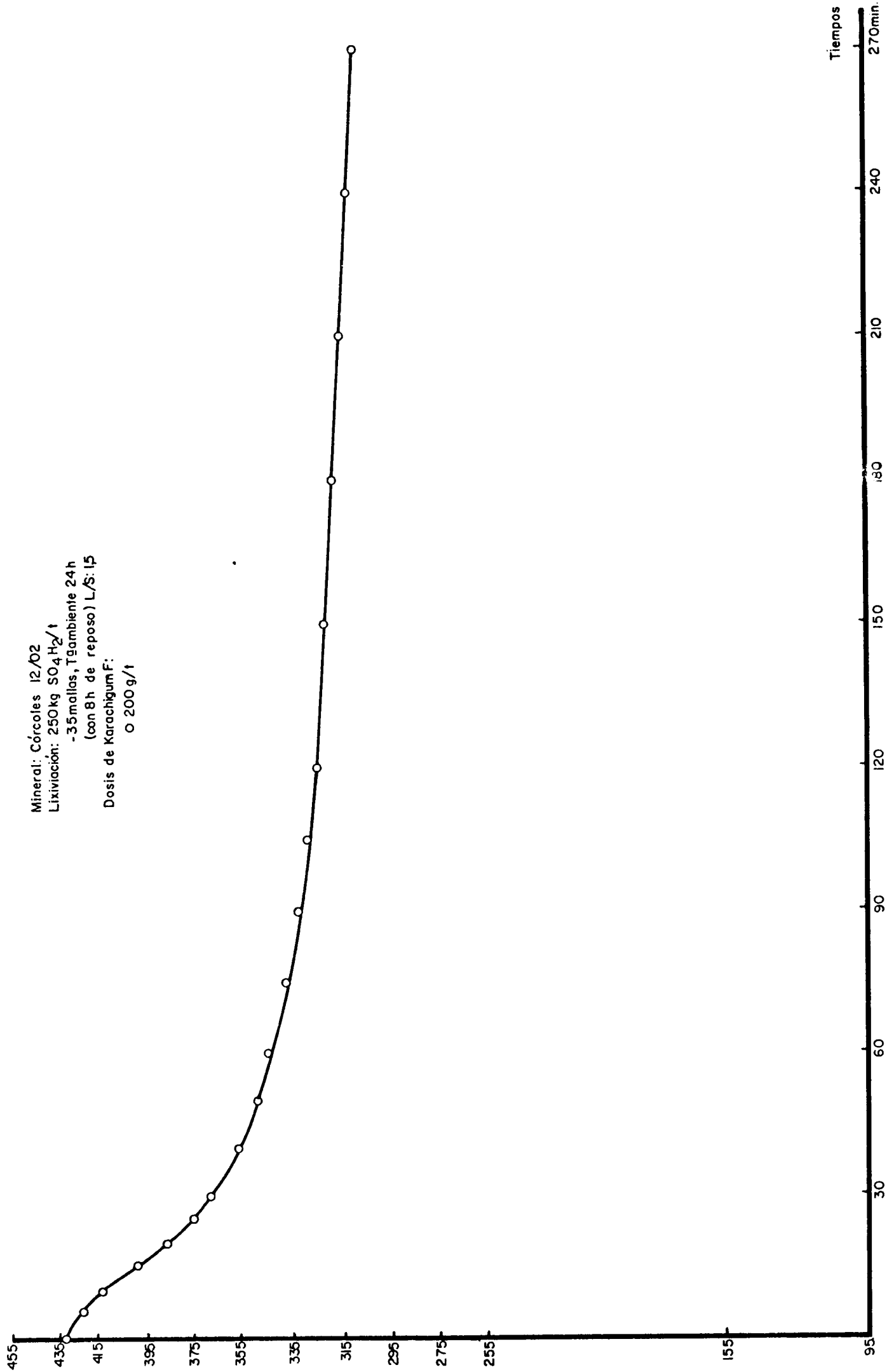
Mineral : Córcoles 12/O 2
Lixiviación: 75 kg/l (CO_3Na_2 80 %
 CO_3HNa 20 %) - 100
mallos, 24 h L/S: 15/1

Dosis de Karachigum F:

- 50 g/t
- 100 g/t
- 200 g/t



Ensayos de sedimentación



Mineral: Córcoles 12/02
Lixiviación: 250kg $\text{SO}_4\text{H}_2/\text{t}$
-35 mallas, Tgambiente 24 h
(con 8 h de reposo) L/S: 15
Dosis de Karachigum F:
O 200 g/t

Tabla 13 • Coste de lixiviación ácida.

Tratamiento	Costes, pts/t				
	Pérdida de U_3O_8 g/t c)	Pérdida U_3O_8	Acido	Temperatura	Tiempo
Intervalo de dosis de ácido de 200 a 250 Kg H_2SO_4 /t (a)					
BoCoDo	176,7	187	330	0	5,4
BoCoD1	62,7	66	413	0	5,4
BoC1Do	153,7	163	330	33	5,4
BoC1D1	85,7	91	413	33	5,4
B1CoDo	151,3	160	330	0	9,7
B1CoD1	37,3	40	413	0	9,7
B1C1Do	128,3	136	330	33	9,7
B1C1D1	60,3	64	413	33	9,7
Total (a)					
BoCoDo	522				
BoCoD1	484				
BoC1Do	531				
BoC1D1	542				
B1CoDo	500				
B1CoD1	463				
B1C1Do	509				
B1C1D1	520				
Intervalo de dosis de ácido de 250 a 300 Kg H_2SO_4 /t (b)					
BoCoDo	64,3	68	413	0	5,4
BoCoD1	50,3	53	495	0	5,4
BoC1Do	83,7	89	413	33	5,4
BoC1D1	69,7	74	495	33	5,4
B1CoDo	30,3	32	413	0	9,7
B1CoD1	44,3	47	495	0	9,7
B1C1Do	49,7	53	413	33	9,7
B1C1D1	63,7	67,5	495	33	9,7
Total (b)					
BoCoDo	481				
BoCoD1	553				
BoC1Do	540				
BoC1D1	607				
B1CoDo	455				
B1CoD1	552				
B1C1Do	509				
B1C1D1	605				

a) Interaccionan : la temperatura (Co = 25°C; C1 = 50°C) y la dosis de ácido (Do = 200; D1 = 250 Kg/t).

Efecto independiente : tiempo de ataque Bo = 12 h; B1 = 24 h.

b) Interaccionan : el tiempo (Bo = 12 h; B1 = 24 h) y la dosis de ácido (Do = 250; D1 = 300 Kg/t).

Efecto independiente : la temperatura, Co = 25°C; C1 = 50°C.

c) Calculadas en base a la ley media y a los efectos significativos.

d) Se consideran iguales los gastos restantes.

Tabla 14. Lixiviación alcalina.

Tratamiento	Pérdida de U_3O_8 g/t (a)	Coste, pts/t			Tiempo	Total (b)
		Pérdida de U_3O_8	Reactivo	Temperatura		
AoBoCoDo	344	364	104	72	5,4	545,4
AoBoCoD1	326	346	138	72	5,4	561,4
AoBoC1Do	320	339	104	85	5,4	533,4
AoBoC1D1	302	320	138	85	5,4	548,4
AoB1CoDo	329	348	104	72	9,7	533,7
AoB1CoD1	311	330	138	72	9,7	549,7
AoB1C1Do	306	324	104	85	9,7	522,7
AoB1C1D1	288	305	138	85	9,7	537,7
A1BoCoDo	290	307	104	72	5,4	488,4
A1BoCoD1	272	288	138	72	5,4	503,4
A1BoC1Do	314	332	104	85	5,4	526,4
A1BoC1D1	296	314	138	85	5,4	542,4
A1B1CoDo	241	256	104	72	9,7	441,7
A1B1CoD1	223	236	138	72	9,7	455,7
A1BoC1Do	264	280	104	85	9,7	478,7
A1B1C1D1	246	260	138	85	9,7	492,7

Interaccionan : la temperatura (Co = 80°C, C1 = 90°C), el tiempo (Bo = 12 h, B1 = 24 h) y la molienda (Ao = 35 mallas, A1 = 100 mallas)

Efecto independiente : dosis de reactivo (Do = 75 Kg/t, D1 = 100 Kg/t).

(a) Calculada en base a la ley media y a los efectos significativos.

(b) Se consideran iguales los gastos restantes. No se incluyen los costes de molienda.

Apéndice

Determinación mineralógica de los compuestos de una muestra del mineral de Córcoles, zona San José 1ª (lote 12/02), realizada por el Laboratorio de Mineralogía.

La muestra contiene aproximadamente un 20 % de calcita, 50 % de arcillas y un 25 % de cuarzo. El resto está constituido principalmente por restos óseos de mamíferos y pigmentos ferruginosos. Como minerales de uranio contiene tyuyamunita cuyo porcentaje aproximado es de 0,4 %. Con carácter de trazas hay circón y turmalina.

Casi la totalidad de la tyuyamunita se libera entre 75 y 100 micras; aunque también a mayores tamaños se libera parcialmente.

Los granos mixtos están compuestos por fragmentos de caliza arcillosa o restos óseos; unos y otros a veces con tyuyamunita.

La textura es micro-criptocristalina. La roca se clasifica como una marga arcillosa con restos óseos de mamíferos y mineralizada en vanadato de uranio.