

SOLICITUD DE  
PATENTE DE INVENCION

Fecha de presentación

I. Solicitante COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA  
cesionaria de

Acta N° 290067

1) Nombre ROBERTO DEL VALLE CHAIG, SILVIA BEATRIZ FRANCO, HECTOR FORTUNATO PISETTA,  
RICARDO MAXIMO PUCHER, JOSE ANTONIO VERCELLONE, FELIX VIDAL

2) Documento de Identidad:

3) Caja Jubilación:

Afiliado N°

C 235784

4) Inscrito en el Registro Industrial de la  
Nación (Decreto-Ley 19.971/72) N°.....

5) Domicilio: Real: COMPLEJO FABRIL CORDOBA  
Rodriguez Peña N° 3200  
CORDOBA

Legal: Av. del Libertador 8250  
CAPITAL

1429

II. Objeto

6) Título de la invención: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE URANIL TRICARBONATO DE AMONIO, APTO PARA LA FABRICACION DIRECTA DE PASTILLAS DE UO2 PARA ELEMENTOS COMBUSTIBLES"

7) Carácter de la Patente:

- a) Definitiva por el término de años
- b) Adicional a la Patente N°
- c) Reválida de la Patente N°
- d) Precaucional.

País

8) Ley 17.011 Fecha prioridad:

País

N°

III. Documentación acompañada

9) Se acompaña:

- a) Comprobante pago servicio requerido
- b) Impuesto de Ley por la
- c) Formulario anexo en duplicado
- d) Carátula en duplicado



VENTA

F. 15/81

- e) Memoria descriptiva en duplicado
- f) Reivindicaciones en duplicado firmadas.
- g) 2 copias de la 1ª reivindicación
- h) Dibujos en triplicado
- i) Número de planchas
- j) Clisé y reproducciones
- k) Copia certificada de la patente que se revalida
- l) Copia certificada (Ley 17.011)
- ll) Documento de cesión
- m) Dibujos informales

**IV. Mandato**

10) Sociedad, representada por: Señor Presidente Comisión Nacional de Energía Atómica Vicealmirante Dr. Carlos CASTRO MADERO

quien declara bajo juramento que inviste el carácter de

que su mandato se encuentra vigente y que la Sociedad se halla inscrita en el Registro Público de

Comercio. Fecha: \_\_\_\_\_ Nº \_\_\_\_\_ Fº \_\_\_\_\_ Lib. \_\_\_\_\_ Tº \_\_\_\_\_

11) Inscripto en el Registro de Poderes de la DNPI. Nº \_\_\_\_\_

12) Se acompaña poder

13) En este acto, autoriza a Sra. Rita CAIDAME DE GALLO

para tramitar este asunto hasta su terminación con facultades para firmar documentos, desistir si fuere menester y solicitar testimonios.

14) Caja Jubilación: Perc. Est. Serv. Pub. (Ley 4345) Afiliado Nº 2.046.151

15) Agente Nº \_\_\_\_\_

**V. Declaración**

16) A los efectos del Decreto del 7 de Junio de 1901 manifiesta que el presente invento ha sido patentado en el extranjero.

**VI. Observaciones** Los inventores: Roberto del Valle CHAIG, Silvia Beatriz FRANCO, Héctor Fortunato PISEPFA, Ricardo Máximo PUCHER, José Antonio VERCELLONE y FÉ. VIDAL, ceden sus derechos a la COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA.

  
(Firma del autorizado)

  
(Firma del solicitante)

CARLOS CASTRO MADERO  
VICEPRESIDENTE (R. E.)  
PRESIDENTE

N.º 15/87-D-

235784

47

MEMORIA DESCRIPTIVA  
DE SOLICITUD DE  
PATENTE DE INVENCION  
RELATIVA A:

"Procedimiento para la obtención de  
Uranil Tricarbonato de Amonio, apto  
para la fabricación directa de pas-  
tillas de  $UO_2$  para elementos com-/  
bustibles".

Por 15 años

A favor de:

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA  
COMPLEJO FABRIL CORDOBA

Rodríguez Peña N° 3200 - Córdoba -

Inventores:

CHAIG, Roberto del Valle

FRANCO, Silvia Beatriz

PISETTA, Héctor Fortunato

PUCHER, Ricardo Máximo

VERCELLONE, José Antonio

VIDAL, Félix

La presente invención se refiere a un procedimiento conducente a la obtención de Uranil Tricarbonato de Amonio (AUTC), ya sea partiendo de disolución de concentrados de Uranio ó directamente de soluciones clarificadas provenientes de la lixiviación de minerales uraníferos, en ambos casos, mediante "elución precipitante" de un solvente aminado cargado de Uranio, operación ésta que posibilita la formación del AUTC dentro de las Normas de Pureza Nuclear exigidas y con características físicas, químicas y mecánicas que lo hacen apto para la obtención de polvo de Dióxido de Uranio de calidad cerámica para fabricación de elementos combustibles, como así también con características metalúrgicas adecuadas para otros fines.

También la presente invención se refiere a los distintos procedimientos según los cuales a partir del Uranil Tricarbonato de Amonio (AUTC), se obtienen otros compuestos de Uranio, todos de Pureza Nuclear además del ya mencionado ( $UO_2$  cerámico), como por ejemplo: trióxido de Uranio ( $UO_3$ ), Dióxido de Uranio de calidad no cerámica ( $UO_2$  no cerámico) y  $U_3O_8$ .

Antecedentes:

En diversos países se han llevado a cabo estudios relacionados a la fabricación de Uranil Tricarbonato de Amonio, ya sea como producto principal, sub-producto ó sim-

plemente mencionado como sustancia secundaria interviniente en un proceso.

Entre las fuentes de información consultadas se // pueden mencionar las siguientes:

Merritt Robert C., "The Extractive Metallurgy of Uranium", Colorado School of Mines Research Institute, 1971, pgs. 240 a 246.

Mouret P., Sialino E., Sugier P., Vial J., "Perfectionnements étudiés en Laboratoire à la Réextraction - Séparation de l'uranium et du Molybdène de Solvant Organique par le Carbonate d'ammonium", IAEA, SM - 135/5, The Recovery of Uranium, Vienna, 1971, pgs. 253 a 266.

Hurst F.J. and Crouse D.J., "Recovery of Uranium from Amine Extractants with Ammonium Carbonate", USAEC Rep. ORNL-3064.

Macchiaverna E.G., Cadirola J.C., "Estudio de la Elución / Precipitante del Uranio en Solventes Aminados", XI Sesiones Químicas Argentinas - Bahía Blanca - Rep. Argentina, 1964.

Macchiaverna E.G., Cadirola J.C., "Normas para la Operación de la Elución Precipitante como AUTC", C.N.E.A.-MP/EL/HO 35, 1964.

Costarelli R.E., Vercellone J.A., Vidal F., Macchiaverna E.G., "Informe sobre la Obtención Industrial de AUTC en el PRU", C.N.E.A. MP/E/PC 61, 1968.

Chaig R. del V., Vercellone J.A., Vidal F., "Obtención de Cristales de AUTC Pureza Nuclear (con bajo contenido en A-

4

zufre)", C.F.C. - C.N.E.A., 1980.

Colombo D., Cravero O., Isnardi E.R., Pucher R.M., "Obtención de Cristales de Uranil Carbonato de Amonio - Estudio Metodológico para Ajuste del Control de Calidad", C.F.C.- C.N.E.A. - A.A.T.N., San Rafael - Mendoza - Rep. Arg., 1978.

Han sido de especial interés las dos últimas fuentes de información anteriormente citadas, ya que constituyeron preliminares que permitieron una orientación sobre algunas de las variables ha tener en cuenta y su posible rango de aplicación.

Sin embargo, los primeros trabajos que constituyeron la base preliminar del Desarrollo Nacional fueron los iniciados por Macchiaverna E.G. y Cadirola J.C., que en su momento buscaron en el Uranil Tricarbonato de Amonio una alternativa de purificación nuclear. Estos trabajos fueron desarrollados en el década de 1960.

Se aclara que los trabajos efectuados antes y durante parte de la década de 1960 estuvieron orientados hacia la obtención de Uranio Tricarbonato de Amonio (AUTC), como alternativa de purificación; en un principio, como etapa intermedia para mejorar la pureza química de los concentrados de Uranio de acuerdo a normas internacionales // (para concentrados) y posteriormente tratando de alcanzar márgenes más estrictos que permitieran calificarlo como un producto de "Pureza Nuclear" apto para la obtención de Te-



trafluoruro de Uranio y Uranio metálico.

A fines de la década de 1960 y en adelante se produce un cambio de enfoque en el objetivo, encarándose el estudio del AUTC como búsqueda de una materia prima apta, debido a características físicas y químicas apropiadas para la fabricación de Dióxido de Uranio, calidad combustible nuclear; lo cual, en relación a los antecedentes precitados obligó a realizar una serie de innovaciones en el proceso y en sus parámetros, que culminaron en la definición de un procedimiento original y novedoso que será aquí descripto y reivindicado como invención mediante esta patente.

También se procederá a describir y reivindicar distintos procedimientos para obtención de óxidos y compuestos derivados del AUTC; así como el procedimiento de obtención de dicha sal a partir de líquidos clarificados de lixiviación de minerales, original por el hecho de obviar la etapa de preparación de concentrado de Uranio bajo la forma de diuranato de amonio (ADU) e ingresar a planta de producción de AUTC directamente con dichos líquidos.

Descripción del Proceso de Obtención de AUTC partiendo de Disolución de Concentrado (Diuranato de Amonio):

El concentrado de Uranio (procedente de las plantas de concentración) se obtiene bajo la forma de diuranato de sodio ó diuranato de amonio. En la actualidad, preferentemente en la segunda forma, mediante precipitación amoniacal



del Uranio contenido en soluciones ácidas provenientes de la lixiviación sulfúrica de minerales uraníferos.

Este concentrado tiene una ley que fluctúa alrededor del 78% de  $U_3O_8$  sobre seco, y una gran cantidad de otros elementos que bajo distintas formas de combinación, constituyen las impurezas del concentrado. Estas impurezas, en general, están constituidas por:

$H_2O$	3-5%
$V_2O_5$	< 0,05%
$P_2O_5$	1-3%
Fe	2-5%
$F^-$	< 0,1%
Halógenos (como $Cl^-$ )	< 0,1%
Mo	< 0,1%
As	< 0,05%
B	< 0,01%
$SO_4^{=}$	4-8%
$CO_3^{=}$	0,25-0,70%
Si $O_2$	0,70-1,50%
Cu	< 0,05%
U insoluble en $NH_3H$	< 0,1%

Este es un ejemplo de la composición de un concentrado típico de plantas de resinas (San Rafael-Malargue// 1981).



Disolución del Concentrado:

El concentrado es disuelto, mediante el agregado / de ácido sulfúrico y agua hasta una concentración que osci- la alrededor de 80 a 100 gramos de Uranio por litro, y un pH de solución cercano a 1.

Normalmente el Uranio se encuentra en esta solución en su forma oxidada  $U^{VI}$ . No obstante, se efectúa una deter- minación de rutina, que permite detectar la presencia de /  $U^{VI}$  (forma reducida) que en caso de existir debe ser oxida- da mediante el agregado de dióxido de manganeso ó permanga- nato de potasio hasta que por vía analítica se logre certi- ficar su total oxidación.

Esto es sumamente importante porque el método de / purificación actualmente aplicado requiere como condición de proceso al Uranio en su forma oxidada  $U^{VI}$ .

Purificación mediante Extracción por Solvente Aminado:

La disolución concentrada, previamente filtrada, es introducida a planta donde se la diluye con agua industrial hasta una concentración que oscila entre 10 y 30 gr. U/l. Además es calefaccionada mediante vapor hasta una tempera- tura de aproximadamente 40°C.

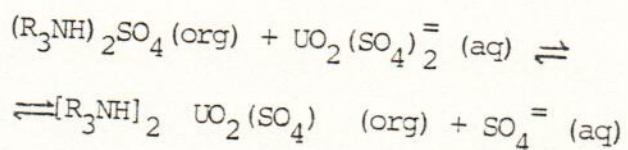
En estas condiciones es introducida a una batería de extracción de 5 etapas en contracorriente, donde se pro- duce el primer proceso de purificación del Uranio.



En este conjunto de 5 etapas, la fase acuosa va // transfiriendo el  $U^{VI}$  a la fase orgánica en forma selectiva. La fase orgánica se va enriqueciendo en Uranio.

Al final de este primer proceso de purificación, se obtiene una fase acuosa estéril con un contenido menor a / 10 ppm en Uranio y que, además, retiene en ella la mayor / parte de las impurezas precedentemente citadas. Se obtiene además una fase orgánica cargada de Uranio que aún contiene algunas de las impurezas anteriormente citadas en pequeñas proporciones (orden de ppm) y una considerable cantidad de anión sulfato inherente al proceso mismo, dado que en / esta fase el Uranio se encuentra formando un complejo amonado (con una amina terciaria; Adógen 364 ó Alamine 336), compuesto además por dos moles de sulfato por Mol de Uranio complejada.

La reacción global en esta etapa de purificación / es:



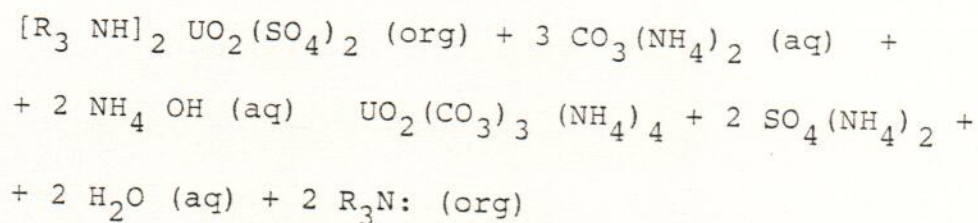
Cabe agregar que existe, además, una etapa de saturación de la fase orgánica que actúa como etapa de seguridad en forma independiente y posterior a la de purificación. Esta operación se realiza en una batería compuesta por dos etapas, donde se produce el contacto con una solución de / sulfato de uranilo pureza nuclear, con una concentración /

aproximada de 20 a 40 gr. U/l. Esta operación garantiza una carga constante de la fase orgánica en Uranio independientemente de lo que pudiera ocurrir en las operaciones anteriores; garantiza, además, consecuentemente la disminución de impurezas por desplazamiento frente al Uranio de saturación.

La importancia de esta etapa radica en la seguridad de contar con un reactivo (el complejo amina-uranio-sulfato) con una concentración siempre constante en Uranio, fundamental para mantener constantes los parámetros en la etapa siguiente (elución precipitante) asegurando así repetitividad y calidad físicas y químicas del precipitado obtenido.

Elución Precipitante:

La ecuación química que define el balance de masa en esta etapa, en línea generales, es la siguiente:



Esta etapa es de fundamental importancia; además de constituir una etapa de purificación química adicional, en la cual son disminuídas en forma drástica todas las impurezas, incluso el sulfato (este último hasta concentraciones menores a 100 ppm, según las condiciones impuestas)



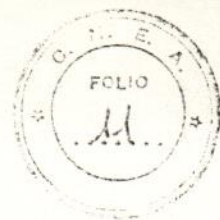
en esta etapa se controlan las propiedades físicas del Uranil Tricarbonato de Amonio obtenido: la forma (policristales ó cristales simples); los parámetros geométricos (relación base-altura); el tamaño; la distribución de tamaños / (uniformidad, mayor proporción de finos, etc.); la densidad aparente (productos de mayor ó menor densidad aparente para un mismo tamaño y distribución); la resistencia mecánica / (cristales de baja ó alta resistencia a la fractura por acción mecánica ó descomposición térmica).

Todas estas propiedades pueden ser controladas y / fijadas, controlando y fijando en su valor adecuado los parámetros de precipitación, tales como:

1- Concentración de Carbonato de Amonio en el Eluyente Fresco:

En base a la cantidad de Uranio a precipitar existe siempre un límite mínimo de concentración de carbonato de amonio por debajo del cual precipita diuranato de amonio, siempre y cuando exista hidróxido de amonio en solución.

Las cantidades mínimas de carbonato de amonio e hidróxido de amonio dependen de la cantidad de Uranio a eluir y precipitar a partir de la fase orgánica; por ejemplo, para una relación de fases orgánico/acuoso de 3 a 1 y para una concentración entre 6 y 7 gr. U/l. en fase orgánica, a concentraciones inferiores a 0,6 Molar de /



carbonato de amonio empiezan a producirse inconvenientes en la precipitación, produciéndose precipitados distintos en su composición a la del AUTC, además de alterarse la forma y distribución granulométrica del producto, llegándose en caso extremo a la obtención de diurano de amonio con exclusividad.

Otros parámetros como: diseño del reactor, velocidad de agitación, temperatura, modalidad de agregado, etc., pueden alterar este fenómeno pero nunca evitarlo.

Dentro del rango permisible de trabajo se cumple / que a medida que se incrementa la concentración de carbonato de amonio, disminuye el tamaño medio del precipitado. Esto está ligado a un aumento de la velocidad de formación del AUTC, conducente a favorecer la nucleación a expensas del crecimiento de grano. A bajas concentraciones de carbonato de amonio, dentro del rango permisible, este efecto es más sensible que a concentraciones más altas; ésto está relacionado con el orden de la reacción, a través del cual la velocidad de formación del AUTC y el tamaño de grano son una función potencial de la concentración de carbonato de amonio. El exponente / al cual está elevada la concentración de carbonato de / amonio es mayor que uno, mientras que el exponente al / cual está elevada la concentración de sulfato es igual a uno; de allí que el tamaño y la distribución son más



sensibles a la concentración de carbonato que a la concentración de sulfato.

Otro efecto de la concentración de carbonato en el eluente fresco es la desaparición de policristales con el aumento de la concentración del mismo.

2- Concentración de Sulfato de Amonio en el Eluente Fresco:

La concentración de sulfato de amonio no tiene límite inferior desde el punto de vista de la estequiometría; pero desde el punto de vista de factibilidad industrial no es conveniente trabajar por debajo de 0,3 / molar dado que al reutilizar las aguas madres (eluente agotado) se deben efectuar sangrías cada vez mayores para diluir la concentración del sulfato en el eluente // fresco a preparar. En base a la estequiometría de la reacción hay que tener en cuenta que por cada Mol de AUTC eluido de fase orgánica se incorporan a las aguas madres dos Moles de sulfato. Un aumento en el volumen de sangría significa un mayor costo y complejidad en la posterior recuperación del Uranio y otras sustancias tales / como anhídrido carbónico y amoníaco.

La concentración de sulfato como impureza en el // AUTC es directamente proporcional a la concentración de sulfato en el eluente fresco y a la relación carbonato sulfato.

Cabe agregar además, que el tamaño medio del precipitado es inversamente proporcional a la concentración de sulfato en el eluente fresco, si bien la influencia es de un orden mucho menor que la del carbonato.

3- Concentración de Hidróxido de Amonio en el Eluente Fresco:

La concentración de hidróxido de amonio en el eluente fresco está ligado directamente al grado de alcalinidad ó pH de la solución.

El hidróxido de amonio debe estar presente como mínimo en una cantidad de aproximadamente 2 Moles por Mol de Uranio a eluir; un exceso es necesario hasta cierto límite a partir del cual la reacción se puede desplazar hacia la formación de uranatos.

Por ejemplo, para una relación orgánico/eluente de 3/1 y una concentración de 6 a 7 gr. U/l. en fase orgánica, el eluente fresco debe tener un pH no superior a 10,45.

La concentración de sulfato en el AUTC precipitado también es inversamente proporcional al valor de pH. Durante la reacción debe favorecerse la rápida transición de pH ácido a alcalino, disminuyendo así la cantidad // del sulfato insoluble, el cual se forma a pH ácido (3 a 4) y su cantidad es proporcional al tiempo en el cual / la solución se ha mantenido a ese pH.



La concentración de hidróxido de amonio también tiene influencia en la morfología, tamaño y distribución // del precipitado.

4- Temperatura de Reacción:

El efecto más notable de la temperatura de reacción es la drástica disminución del sulfato como impureza en el AUTC. La concentración de sulfato en el AUTC disminuye con el aumento de temperatura.

Así es como un precipitado obtenido a 25°C puede // llegar a tener 800 ó 900 ppm de sulfato bajo determinadas condiciones de proceso, mientras que elevando la temperatura hasta los 60°C el contenido de sulfato desciende // hasta 80 ppm en el AUTC para las mismas condiciones de / proceso.

El aumento de la temperatura favorece además las // características mecánicas del cristal, el cual se hace / mucho más resistente a la ruptura por efecto mecánico ó térmico durante su posterior descomposición y conversión a  $UO_2$ .

Otro efecto de la temperatura es el aumento de la densidad aparente del cristal.

El límite máximo de temperatura es de 65°C por razones de seguridad y rendimiento de precipitación.



5 - Velocidad de Agitación:

Trabajando en un reactor con determinados parámetros geométricos, los estudios efectuados sobre la influencia de la velocidad de agitación han demostrado que existe / un límite inferior por debajo del cual el mezclado es insuficiente y los resultados erráticos, debido al margen de azar resultante de un mezclado aleatorio e incompleto.

Por otra parte, velocidades de agitación muy elevadas conducen a la formación de una emulsión cada vez más estable que dificulta la posterior separación de fases. Todo esto hace impracticable el uso de bombas centrífugas, toberas, etc., en la etapa de cristalización, a los efectos de elución precipitante y redondeo simultáneo // del precipitado.

Otro efecto de importancia de la agitación es su influencia sobre el tamaño y distribución del precipitado. Así se nota que, a medida que disminuye la velocidad de agitación, se produce un fenómeno de uniformidad de tamaño en la franja de 45 a 60 micrones a expensas de las fracciones de tamaño mayor y menor; es decir, desaparecen prácticamente los ultrafinos (5 a 15 micrones) y los muy grandes (150 a 400 micrones).

Si bien la concentración de carbonato de amonio en el eluyente fresco es la que influye en mayor medida con respecto a las de más variables sobre el incremento del



tamaño de grano, no debe despreciarse el efecto de la velocidad de agitación, ya que a medida que esta aumenta / se produce cada vez más una mayor proporción de cristales finos.

6- Velocidad de Agregado:

Para un determinado volúmen de orgánico cargado, y manteniendo constantes todos los otros parámetros de precipitación, se ha podido observar que a medida que la alimentación de una misma cantidad de eluente fresco se / hace más lenta (por ejemplo, en 20 minutos), la cantidad de sulfato presente como impureza en el AUTC aumenta (hasta un orden de 800 a 1.200 ppm). Para velocidades de agregado muy rápido (por ejemplo, agregando el volúmen total de eluente en dos a cuatro minutos), el sulfato disminuye hasta valores de 400 a 500 ppm. Lo cual significa una disminución del orden de 55 a 60%.

Esto, tal como se anunciara precedentemente, está / ligado a la velocidad de transición de pH ácido a alcalino.

Además, los precipitados obtenidos a altas velocidades de agregado, tendrán en general un tamaño medio mayor y mejores propiedades de resistencia mecánica que aquellos obtenidos a bajas velocidades de agregado.

7- Relación de Fases:

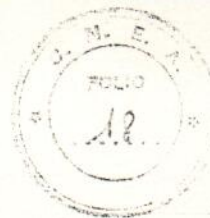


Se ha trabajado en la etapa de elución precipitante con distintas relaciones de fases. En todos los casos un incremento de la relación (por ejemplo, de 3/1 a 5/1) conduce a un aumento en el contenido de sulfato como impureza en el AUTC; todo esto relacionado entre otras cosas al tiempo de transición de pH ácido a alcalino que será mayor para una relación 5/1 que para 3/1 siendo además el pH final de eluente agotado (aguas madres) menor para la primera relación.

Si se incrementa la relación sin modificar los otros parámetros llega un momento (por ejemplo, para una relación 10/1) en que se produce la total elución de la fase orgánica, pero no se obtiene AUTC sino un eluente agotado (aguas madres) de pH ácido (cercano a 4) con una concentración variable de Uranio bajo la forma de sulfato de uranilo soluble (50 a 65 gr. U/1). Para relaciones de fases altas se forma también un precipitado muy fino, rico en sulfato, Uranio y con vestigios de carbonato y amonio, que se redisuelve transformándose en AUTC con un mayor agregado de eluente fresco.

Las relaciones orgánico-cargado/eluente fresco de trabajo permisible están comprendidas en un rango variable entre 3/1 a 6/1.

8- Acondicionamiento de Forma:



Vulgarmente denominado "redondeo", consiste en someter al AUTC precipitado conjuntamente con sus aguas madres a una agitación violenta, lográndose el pulimiento de cantos vivos y aristas por rozamiento entre cristales y partes del equipo. No es indispensable la utilización de las aguas madres como medio cortante; puede utilizarse cualquier solución saturada en Uranio.

Es conveniente refrigerar durante la operación tratando de mantener la suspensión a temperatura ambiente / para evitar la disolución del Uranio por aumento de su / solubilidad con el aumento de temperatura.

En el Complejo Fabril Córdoba se han efectuado ensayos de redondeo con distintas densidades de pulpa y a tiempos variables. Se constató que a medida que aumenta el tiempo de agitación para una misma densidad de pulpa aumenta el porcentaje de cristales redondeados, aumentando también cada vez más el porcentaje de las fracciones más finas (pasante Malla 400) a expensas de las fracciones más gruesas (mayores de 106 micrones). Sin embargo, en todos los casos tiende a mantenerse constante la proporción de las fracciones medias (45 a 60 micrones), debido a que la cantidad en peso que pasa a engrosar la // fracción más fina es compensada por la cantidad en peso que se transfiere desde la fracción más gruesa.

Pulpas muy diluídas no pueden ser redondeadas aún



sometiendo a circulación por bomba centrífuga durante muchas horas de agitación. Además, las pulpas excesivamente concentradas y sometidas a agitación violenta producen / al rompimiento de los cristales.

La influencia del redondeo sobre el precipitado se manifiesta en:

- \* Aumento de la fluidéz del precipitado.
- \* Ligero aumento de la densidad aparente.
- \* Cambio en el perfil de distribución granulométrica, según las tendencias precedentemente explicadas, que permite entre otras cosas mejorar la / densidad y compacidad del producto.

Ejemplo de Aplicación del Procedimiento y Caracterización del Producto:

De un conjunto numeroso de operaciones similares entre sí, se ha tomado a modo de ejemplo una de ellas codificada como EG 218/219/222, sobre la cual se especifica en // forma detallada y sintética el modo en que ha sido efectuada y la caracterización del producto obtenido.

- Se procedió a efectuar las etapas de Disolución de Concentrado y Purificación mediante solvente aminado tal como se ha especificado en la Descripción General del Proceso.
- De la etapa de purificación por solvente aminado; se obtuvieron 3150 lts. de solución de orgánico cargado en Uranio



con una concentración de 6,7 g U/l.

- El volúmen de orgánico cargado anteriormente citado se /  
introdujo en un reactor con una capacidad de 5 m<sup>3</sup> calefac-  
cionado a 35°C.

- En el mismo reactor precitado se introdujeron 1.050 lts.  
de solución de eluyente fresco con la siguiente composi-/  
ción:

Carbonato de Amonio 1,5 M, sulfato de amonio 0,3 M,  
alcalinidad pH 9,85, contenido de Uranio 2,97 g U/l; tam-  
bién calefaccionado a 35°C.

- La relación en el reactor fue de 3 volúmenes de fase orgá-  
nica a 1 volúmen de eluyente fresco.

- Se agitó el contenido del reactor durante 60 minutos, con  
una velocidad de agitación de 110 RPM.

- Se dejó decantar el contenido del reactor durante 45 mi-/  
nutos.

- Se procedió a evacuar el contenido, reteniendo el AUTC //  
precipitado en un filtro.

- Se procedió a introducir el AUTC precipitado en un reci-/  
piente provisto de una bomba de recirculación con una ca-  
pacidad de 20 m<sup>3</sup>/h, mezclándolo con parte de sus aguas /  
madres, hasta alcanzar una relación de pulpa de 1 Kg. de  
AUTC por 2 litros de aguas madres; se procedió a recircu-  
lar la pulpa durante 180 minutos.

- Se evacúa el contenido del recipiente procediendo a fil-/  
-



trar el AUTC y lavarlo primero con solución de bicarbonato de amonio al 20% y luego con alcohol metílico.

- Se efectúa la caracterización física y química del mismo obteniéndose los siguientes parámetros:

1. Composición Estequiométrica

Uranio (UO<sub>2</sub>) : 51,58%

Amonio (NH<sub>4</sub>) : 14,17%

Carbonato (CO<sub>3</sub>) : 34,25%

Total analizado 100,00%

Contenido en Azufre (S) 287 ppm

2. Composición Granulométrica

Retenido en malla 270: 0%

Retenido en malla 400: 1,12%

Pasante malla 400 : 98,88%

Total analizado 100,00%

Un ejemplo de transformación de este AUTC, en UO<sub>2</sub> sinterizable y la caracterización del mismo se dará al final de la descripción del procedimiento en cuestión.

Descripción del Proceso de Obtención de AUTC partiendo de Líquidos de Lixiviación de Minerales Uraníferos:

Los minerales de Uranio son tratados con ácido sulfúrico, mediante lixiviación en pilas ó lixiviación en cubas provistas de agitación; el líquido lixiviado en ambos casos consiste en una solución ácida pH = 0,95-1,40 con un

contenido de Uranio soluble de 0,4 g.U/l. a 1,7 g. U/l., / densidad 1-1,25 g/l e impurezas constituídas principalmente por hierro 2-20 g/l, sulfato 80-200 g/l, cobre 5-20 g/l, etc. Las concentraciones de Uranio e impurezas en el lixiviado / dependen de la naturaleza y composición del mineral a tra- / tar. El lixiviado es filtrado hasta su total clarificación e inmediatamente introducido a la etapa de purificación me- / diante extracción por solvente aminado, donde en caso de ne- / cesidad puede trabajarse a molaridades de amina en kerosene variables 0,05 M y 0,1 M a los efectos de lograr una mejor transferencia de Uranio desde el lixiviado y minimizar la / transferencia de otros elementos impurificantes.

Este procedimiento es similar en todas sus etapas / al ya descrito para obtención de AUTC partiendo de la diso- / lución de concentrado (Diuranato de Amonio); siendo novedo- / so en cuanto a eliminar las operaciones de precipitación de diuranato y disolución posterior del mismo, haciendo ingre- / sar a la etapa de purificación directamente el lixiviado // clarificado por filtración, y es novedoso en la etapa de pu- / rificación por cuanto se trabaja según sea necesario a con- / centraciones de amina en kerosene por cuanto se trabaja se- / gún sea necesario a concentraciones de amina en kerosene / variables entre 0,05 M a 0,1 M.

Descripción General Procedimientos, Ejemplos de Aplicación



y Caracterización de Compuestos de Uranio que se obtienen a partir del AUTC

Una vez obtenido el Uranil Tricarbonato de Amonio / (AUTC) según la metodología ya explicada y ejemplificada, se puede a partir de él obtener una serie de compuestos de Uranio todos de Pureza Nuclear con diversas aplicaciones y en cada caso a través de un procedimiento adecuado.

Estos procedimientos desarrollados en el Complejo / Fabril Córdoba son los que se describen a continuación, /// siendo también objeto de reivindicación de esta Patente.

Procedimiento de Obtención de  $UO_2$  Pureza Nuclear apto para Combustible Nuclear

Existen dos procedimientos que permiten de igual / modo obtener  $UO_2$  Pureza Nuclear apto como combustible para reactores nucleares a partir de AUTC también apto para tal fin. La diferencia entre ambos procedimientos radica en el tipo de horno utilizado, que por su naturaleza y funciona- / miento condiciona también la forma de cada procedimiento en cuestión. Ambos se describen a continuación:

1 - Procedimiento de obtención de  $UO_2$  apto para combustible nuclear mediante horno de lecho fijo:

El procedimiento consiste en introducir AUTC en // bandejas rectangulares, con una altura de capa de 1,0- 2,0 cm de material. Esta bandejas son cargadas en una /



estructura metálica ad-hoc, denominada rack, la cual es introducida a un horno de reducción, a una temperatura / variable entre 680°C y 700°C procediéndose a tratar el material introducido entre 15 y 30 minutos en atmósfera de amoníaco disociado (75% H<sub>2</sub> y 25% N<sub>2</sub>); 20 a 40 minutos a la misma temperatura en atmósfera de Nitrógeno, anhídrido carbónico ó vapor sobrecalentado y luego nuevamente a la misma temperatura durante 15 a 30 minutos en atmósfera de amoníaco disociado; terminada esta operación se traslada el conjunto de bandejas con su estructura / soporte a la zona de enfriamiento, en la cual el material se vuelve a someter al mismo tratamiento indicado para / la zona caliente pero a una temperatura variable entre / 110°C y 140°C.

Finalmente, el material es introducido a una zona de pasivado donde se lo mantiene hasta que llegue a temperatura ambiente bajo atmósfera de nitrógeno ó anhídrido carbónico.

El material así obtenido es luego prensado en prensa de doble efecto a temperatura ambiente y a presiones comprendidas entre 3 y 6,5 T/cm<sup>2</sup>, obteniéndose "compactos" denominados verdes que luego son sometidos a sinterización en hornos de cuba ó en hornos horizontales soportados en bandejas de molibdeno y a temperaturas crecientes hasta permanecer en un "plateau" de 1700 a 1750°C duran-

te 2 a 4 horas, para luego descender hasta temperatura ambiente (ciclo térmico entre 15 y 24 horas) obteniéndose los compactos sinterizados cuyas características se detallan a continuación:

Densidad de sinterizado 10,50-10,65 gr/cm<sup>3</sup>, tamaño de grano promedio 5-25 micrones; porosidad intergranular uniformemente repartida.

A modo de ejemplo se transcribe a continuación una operación típica de transformación de AUTC a UO<sub>2</sub> en horno de bandejas:

- Se procedió a cargar bandejas con el mismo AUTC codificado EG 218/219/222 cuyo procedimiento de obtención y caracterización correspondientes fueran tomados como ejemplo en el punto correspondiente a tal fin.
- Se procedió a introducir un rack de 3 bandejas, con una capacidad de 1,3 Kg. de AUTC por bandeja, y una altura de capa de 1,5 cm, haciéndole el tratamiento anunciado precedentemente en las siguientes condiciones:  
30 minutos en atmósfera de amoníaco disociado (75% // H<sub>2</sub>O ó 25% N<sub>2</sub>) con un caudal de 3 NM<sup>3</sup>/h a una temperatura de 695°C, luego se cortó la inyección de amoníaco disociado, procediéndose a inyectar durante 20 minutos Nitrógeno con un caudal de 3 NM<sup>3</sup>/h a la misma temperatura, posteriormente se cortó el suministro de nitrógeno y se volvió a repetir el primer tratamiento a la



misma temperatura y en atmósfera de amoníaco disociado durante 30 minutos; posteriormente se trasladó el material así tratado a la zona de enfriamiento del // horno donde se volvió a repetir el mismo tratamiento de la zona caliente pero a una temperatura de 120°C. Finalmente se retiró el material así tratado y se introduzco en una caja de guantes donde se dejó enfriar hasta temperatura ambiente en atmósfera de nitrógeno, procediéndose a tamizar en el mismo lugar a través de malla 100 Tyler.

El material así tratado fue analizado química y físicamente obteniéndose la siguiente caracterización:

Caracterización Química

Relación oxígeno/Uranio = 2,16

Humedad : 0,29%

Contenido en Azufre: <100 ppm

Caracterización física

Anál. granulométrico: 100% pasante malla 400

Densidad aparente : 1,81 g/cm<sup>3</sup>

Densidad TAP : 2,57 g/cm<sup>3</sup>

Superficie específica: 6,5 m<sup>2</sup>/g

Fluidéz : 1 seg. para 20 g.

Este material fue prensado y sinterizado tal como se especificó en la descripción general obteniéndose, para un horno de sinterizado a escala piloto instalado /

en el Complejo Fabril Córdoba, los siguientes resultados:

Presión de prensado en T/cm <sup>2</sup>	Densidad de pastillas sinterizadas g/cm <sup>3</sup>
5,04	10,63
4,52	10,59
3,56	10,47

En horno de sinterizado a escala industrial (instalado en Fábrica de Elementos Combustibles CONUAR-EZEIZA- Buenos Aires), con este mismo material se obtuvieron los siguientes resultados:

Presión de prensado en T/cm <sup>2</sup>	Densidades de pastillas dinterizadas
5,04	10,68
4,52	10,61
3,56	10,50

Es necesario tener presente que la densidad media / requerida para reactores tipo Atucha es 10,5 g/cm<sup>3</sup> y para reactores tipo Candú 10,55 g/cm<sup>3</sup>.

2 - Procedimiento de obtención de UO<sub>2</sub> apto para combustible nuclear mediante horno rotatorio continuo

Consiste en procesar AUTC en forma continua, a tra-

vés de hornos rotatorios, ingresando el mismo a una tolva de carga desde la cual es introducido mediante un // sistema de alimentación a la retorta consistente en un tubo giratorio con velocidad de rotación variable entre 2 a 5 RPM e inclinación de 1 a 2° provisto de una zona de calefacción eléctrica central siendo la temperatura de trabajo de 650-700°C y desplazándose el amoníaco disociado (75% H<sub>2</sub> - 25% N<sub>2</sub>) en contracorriente con un caudal de ingreso variable entre 1,5 y 3 NM<sup>3</sup>/h, recibiendo se el material reducido en un depósito instalado en la boca de salida del horno, el cual una vez lleno es sustituido por otro vacío, efectuándose el pasivado del material en el mismo depósito ya colmado, mediante introducción de nitrógeno ó anhídrido carbónico con un caudal de 0,6 NM<sup>3</sup>/h hasta su total estabilización.

Debido a la naturaleza y sistema de funcionamiento del horno el UO<sub>2</sub> producido con este equipamiento debe / ser afectado por un tratamiento adicional que consiste en efectuar una micronización del mismo ó una molienda y granulado para luego ser pastillado.

En el Complejo Fabril Córdoba se utilizó un molino a barras a escala piloto con una capacidad de carga de 4 Kg. de material por molienda, y una duración de la operación de 2 a 4 horas, alcanzándose para el producto molido un diámetro medio de 5 μ.



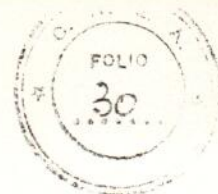
A modo de ejemplo se detallan a continuación las // condiciones operacionales y caracterización del producto obtenido en una de las producciones típicas a escala piloto:

- Material de ingreso para reducción: AUTC pureza nuclear.
- Gas reductor: amoníaco disociado (75% H<sub>2</sub>- 25% N<sub>2</sub>) 1,600 / NM<sup>3</sup>/h.
- Temperatura de reducción: 700°C
- Producción: 5,83 Kg/h UO<sub>2</sub>
- Velocidad de rotación de retorta: 5 RPM
- Diámetro de retorta: 150 mm
- Longitud de retorta: 4200 mm
- Angulo de inclinación de retorta: 1° 30'
- Pasivado en bidones de carga hasta total estabilización en atmósfera nitrógeno 0,6 NM<sup>3</sup>/h.
- Molienda en molino de barras escala piloto, (ya descrito) durante 210 minutos.

La caracterización del producto obtenido fue la siguiente:

Determinaciones físicas

Distribución granulométrica: 100% malla 400  
Densidad aparente : 2,44 g/cm<sup>3</sup>  
Densidad TAP : 3,05 g/cm<sup>3</sup>  
Fluidéz : 0,53 segundos para 20 grs.  
Superficie específica: 6,81 m<sup>2</sup>/g



Determinaciones químicas

Contenido en Uranio: 87,03%

Relación Oxíg./Uranio: 2,15

Humedad : 0,28%

Este material fue pastillado y sinterizado en prensa y horno de sinterizado del Complejo Fabril Córdoba/ de acuerdo al procedimiento habitual ya descrito, obteniéndose los siguientes resultados:

Presión de prensado T/cm <sup>2</sup>	Densidad de sinterizado en g/cm <sup>3</sup>
3,19	10,62
2,70	10,50

Procedimiento de Obtención de UO<sub>3</sub> Pureza Nuclear

Partiendo de AUTC Pureza Nuclear puede obtenerse / UO<sub>3</sub> Pureza Nuclear, ya sea para posterior reducción a UO<sub>2</sub> ó como materia prima para otros usos (Uranio Enriquecido, a-/ leaciones especiales, etc.).

En el Complejo Fabril Córdoba se ha utilizado una / mufla de calcinación con una capacidad de procesamiento de aproximadamente 4 Kgs. en la cual se procede a introducir / un (rack) portador de 3 bandejas cargadas con AUTC con una altura de capa variable entre 1 y 2 cm. en atmósfera de ai- re ó de nitrógeno a una temperatura en rampa de calentamien- to variable entre 100°C a 300°C durante 3 a 4 horas, al ca-



bo de las cuales se dé por concluída la operación.

A modo de ejemplo se transcribe una operación típica de planta y la correspondiente caracterización del producto obtenido.

- Se introdujo a la mufla de calcinación un rack de 3 bandejas de AUTC Pureza Nuclear, en atmósfera de aire con un caudal de  $0,5 \text{ NM}^3/\text{h}$ . El espesor de capa del AUTC fue de  $1,75 \text{ cm}$ ; una vez que la mufla alcanzó una temperatura de  $100^\circ\text{C}$  se procedió a incrementar dicha temperatura en rampa de  $50^\circ\text{C}$  cada media hora y una vez llegado a  $300^\circ\text{C}$  se mantuvo durante 1 hora, al cabo de la cual se extrajo la carga de mufla dejando enfriar hasta temperatura ambiente, sobre una plataforma destinada a tal efecto.

El producto obtenido fue analizado y caracterizado de la siguiente forma:

Determinaciones físicas

Superficie específica:  $27,55 \text{ m}^2/\text{g}$

Densidad aparente :  $1,29 \text{ g}/\text{cm}^3$

Determinaciones químicas

Humedad: 3,02%

gr%  $\text{CO}_3^{=}$ : 4,81

gr%  $\text{NH}_4^+$ : 2,87

gr%  $\text{UO}_3$  : 89,30

Procedimiento de obtención de  $\text{UO}_2$  cerámico a partir de ///  
AUTC Pureza Nuclear pasando por  $\text{UO}_3$  como producto terminado



La primera etapa de conversión a  $UO_3$  a partir de /  
AUTC Pureza Nuclear ya ha sido descripta en el punto ante-  
rior incluidos ejemplo de aplicación y caracterización del  
producto obtenido.

A partir de  $UO_3$  puede obtenerse  $UO_2$  por reducción /  
en horno de bandejas a una temperatura de 680 a 700°C en //  
atmósfera para reductora de amoníaco disociado (75%  $H_2$  - 25%  
 $N_2$ ), procediéndose exactamente en la misma forma que la ya  
descripta para obtención de  $UO_2$  a partir de AUTC en horno  
de lecho fijo (bandejas), tanto en la descripción general /  
como en el ejemplo de aplicación, obteniéndose un  $UO_2$  de /  
las siguientes características:

Determinaciones físicas

- Densidad aparente : 1,98 g/cm<sup>3</sup>
- Densidad TAP : 2,41 g/cm<sup>3</sup>
- Fluidéz : 3,72 seg. para 20 grs.
- Superficie específica: 6,37 m<sup>2</sup>/g

Composición granulométrica

Malla ASTM	Abertura micrones	% retenido
140	106	1,34
230	63	6,34
325	45	19,80
400	38	4,70
<400	<38	67,82

Determinaciones químicas

Relación Oxíg./Uranio: 2,11

Humedad : 0,43%

Contenido en azufre : 78 ppm

Este material fue pastillado y sinterizado en prensa y horno de sinterizado de Planta Piloto Fabricación Elementos Nucleares Combustibles PPFENC, de acuerdo al procedimiento habitual ya descrito, obteniéndose los siguientes resultados:

Presión de prensado T/cm <sup>2</sup>	Densidad de sinterizado g/cm <sup>3</sup>
5,3	10,55
4,6	10,48

Las pastillas sinterizadas entran en especificaciones en cuanto densidad, altura, peso y diámetro; el aspecto general es excelente.

Obtención de U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> Pureza Nuclear a partir de UO<sub>3</sub>

Se puede obtener U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> a partir de UO<sub>3</sub>, fabricado a su vez partiendo de AUTC según fuera ya descrito, ejemplificado y caracterizado en el punto correspondiente.

El procedimiento consiste en transformar el UO<sub>3</sub> a U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> en un horno bajo atmósfera oxidante (aire) y a una temperatura entre 550°C y 850°C. El producto obtenido por



este procedimiento es apto como materia prima para la obtención de  $UO_2$  grado cerámico (a través de disolución nitríca);  $UO_2$  Pureza Nuclear (ya descrito), y otros usos que requieran óxidos de Pureza Nuclear (ver figura N° 1).

A continuación se dá un ejemplo de aplicación típico con la correspondiente caracterización del producto obtenido:

- Horno rotativo
- Temperatura 800°C-850°C
- Inclínación de retorta: 1°30'
- Velocidad rotación de retorta: 3,1 RPM
- Caudal de aire inyectado: 5 NM<sup>3</sup>/h
- Producción: 17,5 Kg/h  $U_3O_8$

En este caso particular se trabajó a las temperaturas señaladas con el objeto de eliminar al máximo el azufre contenido en el  $UO_3$  procesado asegurando así la máxima pureza en el  $U_3O_8$ .

El producto así obtenido fue caracterizado en la siguiente forma:

Determinaciones físicas

Densidad aparente : 1,60 g/cm<sup>3</sup>

Densidad TAP : 1,90 g/cm<sup>3</sup>

Fluidéz : 17,2 seg. para 20 gr.

Superficie específica: 8,67 m<sup>2</sup>/g.

Composición granulométrica



100% pasante malla 140 ASTM (106 micrones) según detalle:

Malla ASTM	Abertura micrones	% retenido
140	106	---
230	63	14,68
325	45	25,38
400	38	8,40
<400	<38	51,54

Determinaciones químicas

Relación Oxíg./Uranio = 2,57 (valor teórico 2,66)

Humedad : 0,42%

Obtención de  $UO_2$  Pureza Nuclear a partir de  $U_3O_8$

Se puede obtener  $UO_2$  Pureza Nuclear apto para la fabricación de Tetrafluoruro, hexafluoruro, Uranio enriquecido, ó aleaciones especiales, a partir de  $U_3O_8$  en hornos de reducción estáticos ó rotativos, trabajando en atmósfera reductora de amoníaco disociado a una temperatura variable entre 690°C y 700°C.

A continuación se describe un ejemplo de aplicación típico y la correspondiente caracterización del producto obtenido:

- Horno rotatorio
- Angulo inclinación retorta: 2°
- Velocidad rotación retorta: 3,5 RPM



- Temperatura: 700°C
- Caudal amoníaco disociado: 3,25 NM<sup>3</sup>/h
- Producción: 25 Kg/h UO<sub>2</sub>

El producto obtenido fue caracterizado de la siguiente forma:

Determinaciones físicas

- Superficie específica: 2,91 m<sup>2</sup>/g
- Granulometría : Pasante malla 400 (38 μ) 63,43%
- Densidad aparente : 1,99
- Densidad TAP : 2,71

Determinaciones químicas

- Relación Oxíg./Uranio: 2,02
- Contenido en azufre : 31 ppm
- Humedad : 0,08%

A continuación se transcribe a modo de ejemplo una /  
operación típica de reducción de U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> en horno de lecho fijo:  
- Se procedió a introducir U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> en un horno de bandejas con  
una altura de capa de 1 cm. a una temperatura de 700°C y /  
en atmósfera reductora de amoníaco disociado (75% H<sub>2</sub>- 25%  
N<sub>2</sub>), con un caudal de 3,5 NM<sup>3</sup>/h durante 3 horas, pasando /  
luego a zona de enfriamiento provista de una camisa refri-  
gerada por agua fría manteniéndose en la misma también du-  
rante 3 horas en atmósfera reductora de amoníaco disociado.  
Finalmente el producto ingresó a una cámara de pasivado //  
manteniéndose en atmósfera Nitrógeno durante 15 minutos.



El producto obtenido fue caracterizado de la siguiente forma:

Propiedades físicas

Densidad aparente:  $1,89 \text{ g/cm}^3$

Densidad TAP :  $2,96 \text{ g/cm}^3$

Fluidéz :  $<3 \text{ seg.}$

Propiedades químicas

Relación Oxíg./uranio: 2,10

Humedad : 0,10%

Obtención de  $\text{UO}_3$  Pureza Nuclear por descomposición térmica de AUTC en solución

Es posible obtener  $\text{UO}_3$  Pureza Nuclear a partir de / AUTC por descomposición térmica del mismo, disolviéndolo en agua desionizada hasta alcanzar una concentración de Uranio en solución variable entre 20 y 50 g/l, siempre con agitación procediendo a calefaccionar la solución hasta alcanzar el punto de ebullición, lo cual se logra a una temperatura / de aproximadamente  $110^\circ\text{C}$ , manteniendo la solución en ebullición y con agitación durante 3 a 5 horas. Durante la operación se producen emanaciones de amoníaco y anhídrido carbónico fruto de la descomposición térmica, cuando el pH de la solución se aproxima a un valor de 7 a 8 se efectúan determinaciones de Uranio y se dá por concluída la operación /// cuando la concentración es inferior a 10 ppm. A continuación



se procede a decantar, lavar y filtrar el precipitado obtenido, el cual finalmente es secado en hornos apropiados para tal fin.

El agua desionizada utilizada en la operación no deberá contener una concentración de calcio y sílice mayor a 0,1 ppm.

A modo de ejemplo se transcribe una operación típica de planta:

- Volúmen inicial agua desionizada: 4 m<sup>3</sup>
- AUTC agregado hasta concentración de 47 g U/l
- Temperatura de ebullición: 112°C
- Durante de la operación: 4 horas 20 minutos

El material obtenido fue previamente filtrado y lavado con agua desionizada; fue secado en horno de bandejas durante 4 horas a 300°C. Su caracterización arrojó los siguientes resultados:

Sustancia	% en peso
U	80,60
H <sub>2</sub> O	2,71
CO <sub>3</sub> <sup>=</sup>	0,72
NH <sub>4</sub> <sup>=</sup>	0,42
SO <sub>4</sub>	210 ppm
Si	19 ppm
Fe	18 ppm
Ca	30 ppm



REIVINDICACIONES

Habiendo así especialmente descripto y determinado la naturaleza de la presente invención y la forma como la misma ha de ser llevada a la práctica, se declara reivindicar como propiedad y derecho exclusivo:

- 1.- Un procedimiento que consiste en la obtención / de AUTC (Uranil Tricarbonato de Amonio) dentro de las normas de Pureza Nuclear exigidas y con características físicas y químicas que lo hacen apto para la obtención de Dióxido de Uranio de calidad cerámica para la fabricación de elementos combustibles, como así también apto para la fabricación de otros compuestos de Uranio como Trióxido de Uranio ( $UO_3$ ), Dióxido de Uranio de calidad no cerámica y  $U_3O_8$ , todos de utilización en procesos que requieren compuestos de alta Pureza Nuclear, como aleaciones especiales y fabricación de Uranio enriquecido; procedimiento consistente en la obtención de AUTC ya sea a partir de la disolución de concentrados de Uranio ó directamente de soluciones clarificadas provenientes de la lixiviación de minerales uraníferos; en ambos casos mediante "elución precipitante" caracterizado por eluir una solución de kerosene, la cual tiene 3% de isodecanol y una concentración de amina terciaria variable entre 0,05 M y 0,15 M, con una carga de Uranio variable entre 3 y 8 g/l, con solución acuosa de eluyente fresco, la cual tiene una concentración de carbonato de amonio, variable entre 0,6 M-



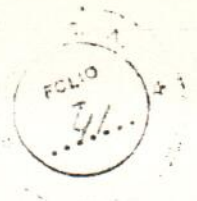
2 M, sulfato de amonio variable entre 0,3 M y 2 M, Uranio / variable entre 3 g/l y 8 g/l y una alcalinidad oscilante entre 8,5 y 10,5 unidades de pH; reaccionando ambos reactivos (fase orgánica y fase acuosa) con una relación de fases orgánico acuoso variable entre 3/1 a 6/1, un rango de temperatura de reacción variable entre 20°C y 60°C y velocidad de agitación comprendida entre 110 RPM y 400 RPM; proceso / este que puede ser realizado en forma continua ó en discontinuo; procediéndose luego a acondicionar el precipitado obtenido mediante una bomba que recircula el material, siendo el caudal de trabajo de dicha bomba variable entre 10 m<sup>3</sup>/h y 60 m<sup>3</sup>/h para densidades de pulpa oscilantes entre 1/1 a / 1/6 de relación sólido líquido; finalmente se separan los / cristales de AUTC mediante proceso de filtración.

2.- Un procedimiento según reivindicación 1, caracterizado por trabajar durante la etapa de precipitación a / una temperatura de 30°C.

3.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por trabajar en la etapa de precipitación a pH 10.

4.- Un procedimiento de acuerdo a las reivindicaciones 1, 2 y 3, caracterizado por trabajar durante la precipitación a velocidad de agitación de 110 RPM.

5.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1, 2, 3 y 4, caracterizado por trabajar durante la etapa de e-



lución precipitante a una concentración de carbonato de amonio de 1 M.

6.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1, 2, 3, 4 y 5, caracterizado por trabajar durante la // precipitación a una concentración sulfato de amonio de / 0,3 M.

7.- Un procedimiento de acuerdo a las reivindicaciones 1, 2, 3, 4, 5 y 6, caracterizado por trabajar / durante la etapa de precipitación con una relación de fa ses orgánico/eluyente de 3/1.

8.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1, 2, 3, 4, 5, 6 y 7, caracterizado por efectuar el acondicionamiento de forma en una etapa posterior a la de // precipitación, mediante la recirculación de una suspen- sión de cristales en eluyente agotado a través de una bom ba centrífuga, con un caudal de  $30 \text{ m}^3/\text{h}$  y una relación / sólido/líquido de 0,5.

9.- Un procedimiento de acuerdo a reivindicacio nes 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 y 8, caracterizado por la obten ción de  $\text{UO}_2$  Pureza Nuclear apto para Combustible Nuclear mediante la descomposición térmica de AUTC en horno de / lecho fijo, con una altura de capa de 1 a 2 cm, tempera tura de  $680^\circ\text{C}$  a  $700^\circ\text{C}$ , manteniendo el material en atmós- fera reductora de amoníaco disociado ( $75\% \text{ H}_2$ - $25\% \text{ N}_2$ ) du- rante 15 a 30 minutos en atmósfera Nitrógeno o anhídrido carbónico

durante 20 a 40 minutos, luego nuevamente durante 15 minutos en atmósfera de amoníaco disociado, posteriormente procediendo a repetir las tres fases precitadas a una temperatura de 110°C a 140°C y finalmente sometiendo al producto a una operación de pasivado en atmósfera de nitrógeno ó anhídrido carbónico hasta temperatura ambiente.

10.- Un procedimiento de acuerdo a reivindicaciones 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 y 8, consistente en la obtención de  $UO_2$  Pureza Nuclear a partir de AUTC Pureza Nuclear en horno rotatorio, caracterizado por trabajar a una temperatura de 650°C a 700°C en atmósfera de amoníaco disociado (75%  $H_2$  - 25%  $N_2$ ) con un caudal de 1,5 a 3  $NM^3/h$  con una velocidad de rotación de revolorta de 2 a 5 RPM y un ángulo de inclinación de la misma a 1° a 2° procediéndose finalmente a pasivar el  $UO_2$  obtenido en atmósfera de nitrógeno ó anhídrido carbónico con un caudal de 0,3 a 0,6  $NM^3/h$  hasta total estabilización, procediéndose finalmente a acondicionar el material así obtenido mediante molienda, en molino apropiado para tal fin, hasta alcanzar en el  $UO_2$  molido un diámetro medio de // 2-10 micrones.

11.- Un procedimiento de acuerdo a reivindicaciones 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 y 8, consistente en la obtención de  $UO_3$  Pureza Nuclear a partir de AUTC Pureza Nuclear en mufla de calcinación caracterizado por trabajar con una altura de capa de 1 a 2 cm, en atmósfera de aire ó Nitrógeno //

con un caudal de 0,3-0,8  $\text{NM}^3/\text{h}$  y a una temperatura variable entre  $100^\circ\text{C}$  y  $300^\circ\text{C}$  en rampa ascendente de  $50^\circ\text{C}$  cada 30 minutos, manteniendo durante 1 hora a la temperatura final.

12.- Un procedimiento de acuerdo a reivindicaciones 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 y 8, consistente en la obtención de  $\text{UO}_2$  apto para combustible nuclear a partir de  $\text{UO}_3$  Pureza Nuclear en horno de reducción de lecho fijo, caracterizado por trabajar con una altura de capa de 1 a 2 cm, temperatura de //  $680^\circ\text{C}$  a  $700^\circ\text{C}$ , manteniendo el material en atmósfera reductora de amoníaco disociado ( $75\% \text{H}_2 - 25\% \text{N}_2$ ) durante 15 a 30 minutos en atmósfera de Nitrógeno ó anhídrido carbónico durante 20 a 40 minutos, luego nuevamente durante 15 a 20 minutos en atmósfera de amoníaco disociado, posteriormente // procediendo a repetir las tres fases precitadas a una temperatura de  $110^\circ\text{C}$  a  $140^\circ\text{C}$  y finalmente sometiendo al producto a una operación de pasivado en atmósfera de nitrógeno ó anhídrido carbónico hasta temperatura ambiente.

13.- Un procedimiento de acuerdo a reivindicaciones 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 y 11 consistente en la obtención de  $\text{U}_3\text{O}_8$  a partir de  $\text{UO}_3$ , caracterizado por trabajar en horno apropiado bajo atmósfera oxidante (aire filtrado) a una temperatura de  $550^\circ\text{C}$  a  $850^\circ\text{C}$  con un caudal de aire de 0,3 a //  $0,8 \text{NM}^3$  por kilogramo de  $\text{U}_3\text{O}_8$  obtenido, y un tiempo de 2 a 4 horas a la temperatura de trabajo elegida.

14.- Un procedimiento de acuerdo a reivindicaciones

1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 y 13, consistente en la obtención / de  $UO_2$  Pureza Nuclear a partir de  $U_3O_8$  caracterizado por / trabajar en horno rotativo a una temperatura de  $690^{\circ}C$  a //  $700^{\circ}C$  en atmósfera de amoníaco disociado ( $75\% H_2 - 25\% N_2$ ) con un caudal de  $0,08$  a  $0,16$   $NM^3$  por kilogramo de  $UO_2$  producido con una velocidad de rotación de retorta de 2 a 4 / RPM y un ángulo de inclinación de  $1^{\circ}$  a  $2^{\circ}$ .

15.- Un procedimiento de acuerdo a reivindicaciones 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 y 13 consistente en la obtención de  $UO_2$  Pureza Nuclear a partir de  $U_3O_8$  caracterizado por trabajar en horno de lecho fijo a temperatura de  $690^{\circ}C$  a  $700^{\circ}C$  en atmósfera reductora de amoníaco disociado, con un caudal de 2 a 4  $NM^3/h$  durante 2 a 4 horas y posterior enfriamiento en atmósfera reductora durante 3 horas para finalmente ser pasivado en atmósfera de nitrógeno durante 15 a 30 minutos.

16.- Un procedimiento de acuerdo a reivindicaciones 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 y 8 que consiste en la obtención / de  $UO_3$  Pureza Nuclear a partir de AUTC por descomposición térmica del mismo en solución acuosa caracterizado por trabajar a una concentración de Uranio en solución de 20 a 50 g U/l, con agitación continua y en ebullición a temperatura de  $100^{\circ}C$  a  $120^{\circ}C$  durante 3 a 5 horas, utilizando agua / desionizada con una concentración de calcio y sílice menor de 0,1 ppm como solvente y dando por concluida la opera-//

ción cuando el tenor de Uranio en aguas madres llega a ser inferior a 10 ppm, procediendo finalmente a decantar, filtrar, lavar y secar el precipitado obtenido.

*Tracy*