PRÉSIDENCE DU CONSEIL

COMMISSARIAT A
L'ÉNERGIE ATOMIQUE

MINERAI DES BOIS - NOIRS

Récupération de l'uranium des solutions d'attaques acides. Résultats des essais industriels effectués à l'usine de Gueugnon

par

J. LE BRIS

Rapport CEA No **1091**

CENTRE D'ÉTUDES
NUCLÉAIRES DE SACLAY
SERVICE DE DOCUMENTATION
Boîte postale n° 2 - Gif-sur-Yvette (S.-et-O.)

LE BRIS J.

Rapport C.E.A. n° 1091

Minerai des Bois-Noirs

Sommaire.- Le présent rapport concerne les essais industriels de deux procédés de récupération de l'uranium de solutions d'attaque sulfurique du minerai des Bois-Noirs à l'usine de Gueugnon.

Le stade final pour ces deux procédés étant l'uranate de sodium, une première partie est consacrée aux essais de séparation de l'uranium des métaux étrangers par précipitation fractionnée ; une deuxième partie est consacrée aux essais de séparation de l'uranium des métaux étrangers par carbonatation des solutions d'attaque du minerai.

1959

LE BRIS J.

Report C.E.A. n° 1091

"Bois-Noirs" ore

Summary.- The present report concerns industrial scale tests of the efficiency of two recovery processes for the separation of uranium from sulphuric acid pickling solutions used on ore from Bois-Noirs, at the Gueugnon works.

The final stage of each process being uranate of sodium, the earlier part of the report deals with tests of the separation of uranium from foreign metals by fractional precipitation. The second part deals with the separation of uranium from these metals by carbonatation of the solutions.

1959

- Rapport C.E.A. n° 1091 -

Département de Chimie

Section d'Etude des Traitements
Chimiques de Minerais

MINERAI DES BOIS-NOIRS

RECUPERATION DE L'URANIUM DES SOLUTIONS D'ATTAQUES ACIDES
RESULTATS DES ESSAIS INDUSTRIELS EFFECTUES A L'USINE DE GUEUGNON

par

J. LE BRIS

R.59.297/HB

- Avril 1959 -

MINERAI DES BOIS - NOIRS

RECUPERATION DE L'URANIUM DES SOLUTIONS D'ATTAQUES ACIDES

1° Par précipitation fractionnée.

2° Par carbonatation et précipitation à la soude.

RESULTATS DES ESSAIS INDUSTRIELS EFECTUES A L'USINE DE GUEUGNON

du 12 au 30 décembre 1955.

Les minerais des Bois-Noirs entrant dans le cadre des minerais justiciables de traitements chimiques classiques par suite de leur teneur suffisamment élevée en uranium (de l'ordre de un pour cent), une étude a été effectuée en laboratoire en vue de la récupération de l'uranium à partir des solutions d'attaque sulfurique du minerai, d'une part par précipitation fractionnée, et d'autre part par carbonatation directe des solutions, suivie au sein de la solution claire, d'une précipitation à la soude. Les deux procédés ayant donné en laboratoire des résultats encourageants (Cf. rapports de Mme KREMER et M. GUILLET), il fut décidé de transposer ces essais à l'échelle industrielle à l'usine de Gueugnon. Les essais qui se sont déroulés du 12 au 30 décembre 1955 devaient permettre de plus dans le cas d'une reproductibilité de résultats d'un ou des procédés chimiques de connaître les possibilités de production respective de l'usine dans le cadre de l'installation existante et permettre, à l'aide de ces éléments, de déterminer une extension éventuelle correspondant au plein emploi de celle-ci.

Le présent rapport a pour but de décrire les résultats des essais industriels effectués avec la collaboration des services de la D.R.E.M. à l'usine de Gueugnon.

I - RECUPERATION DE L'URANIUM PAR PRECIPITATION FRACTIONNEE

Mode opératoire déterminé au laboratoire

Le mode opératoire consiste essentiellement à préneutraliser à chaud (80°C) la solution de jus forts, contenant l'uranium à la valence 6, par une solution de carbonate de sodium concentrée (concentration de l'ordre de 350 g/l) jusqu'à pH 3 ; à poursuivre la précipitation des hydroxydes par une solution de soude à 200 g/l jusqu'à pH 3,8 ; à séparer les hydroxydes précipités par filtration, puis au sein du filtrat, auquel sont jointes les eaux de lavage des hydroxydes, à précipiter à chaud (80°C) l'uranium par addition de soude jusqu'à pH 6,8 ; et finalement récupérer l'uranate par filtration et lavage.

A) CONDUITE DES ESSAIS

Précipitation des hydroxydes

La précipitation des hydroxydes est effectuée alternativement dans chacune des cuves de réduction ; les jus forts à raison de 10 m^3 par opération sont introduits dans les cuves dans lesquelles on maintient l'agitation pendant la durée totale de l'opération, chauffés par injection de vapeur directe (mode de chauffage actuel qui a l'inconvénient de diluer la solution), la température étant limitée à 60°C afin de ne pas nuire à la bonne tenue du matériel. La solution de carbonate de sodium employée (concentration 343 g/l) préparée dans une cuve en fer du "circuit uranate" dite cuve de stockage des concentrés uraneux (implantation plancher 9 m) est introduite dans les cuves de "réduction" par gravité à l'aide d'une tuyauterie provisoire en caoutchouc ; il se produit des mousses abondantes lors de l'addition du carbonate et il est nécessaire de limiter le débit ; le pH de la solution est contrôlé jusqu'à environ pH 2 au moyen de papier indicateur de pH, puis ensuite par des mesures effectuées à l'aide d'un pH mètre (pH mètre Beckman), le premier pH atteint, la solution de soude est alors ajoutée ; celle-ci a été préparée dans la cuve réservée à cet usage dans le "circuit uranate" (cuve de 1000 l implantation rez-de-chaussée) puis envoyée par l'intermédiaire de la pompe Kestner correspondante et une tuyauterie provisoire dans une cuve intermédiaire de stockage (confectionnée spécialement pour l'essai à l'aide d'un fût de 200 l) située au plancher 9 m (au-dessus des cuves de réduction) ce qui a permis l'introduction de la solution de soude par gravité au moyen d'une tuyauterie souple ; une fois le pH désiré atteint (contrôle au pH mètre) l'agitation est maintenue environ une demi-heure avant de procéder à la filtration.

Filtration et lavage des hydroxydes

Les hydroxydes sont filtrés sur le filtre-presse à "phosphate uraneux" n° 1 (filtre placé près du long pan) à l'aide de la pompe à membrane STAINS correspondante, et le filtrat envoyé alternativement dans l'une ou l'autre des cuves d'attente où s'effectue la précipitation de l'uranium. Lorsque le filtre est plein le gâteau est lavé par de l'eau à la température ordinaire à raison d'un volume égal à 5 fois celui du filtre ; les eaux de lavage sont jointes au filtrat.

Précipitation de l'uranium

La précipitation de l'uranium s'effectue à la température de 60°C (chauffage par injection de vapeur vive) dans les cuves d'attente où l'on maintient l'agitation en permanence, la soude étant introduite à l'aide du circuit monté pour la précipitation des hydroxydes. La neutralisation de la solution est suivie au pH mètre et lorsque le pH correspondant à la précipitation complète de l'élément intéressant est atteint, on poursuit l'agitation pendant une demi-heure environ avant de filtrer.

Filtration et lavage des uranates

Les uranates sont filtrés sur les filtres-presse à "phosphate uraneux" n° 2 et n° 3 à l'aide des pompes à membrane STAINS correspondantes. En ce qui concerne les lavages et pour des raisons qui seront indiquées plus loin, deux uranates seulement ont été lavés.

B) RESULTATS DES ESSAIS

Les essais ont porté sur 40 m^3 de jus forts, 4 précipitations d'hydroxydes ont été effectuées à partir de 10 m^3 de jus, et ont conduit à deux démoulages d'hydroxydes ; le premier hydroxyde correspondant à 15 m^3 de jus fort environ, les 2/3 du filtre-presse furent seulement utilisés pour le second. 5 précipitations d'uranium ont été faites sur les filtrats des hydroxydes auxquels ont été jointes les eaux de lavage des gâteaux précédents et ont conduit à 12 démoulages d'uranate. Un contrôle technique et un contrôle chimique ont été établis. Ce dernier a porté essentiellement sur la détermination de la teneur en uranium des hydroxydes, des uranates et des jus de filtration des uranates. Les différents résultats de l'opération se trouvent réunis dans les tableaux suivants.

Précipitation des hydroxydes

N° de l'opération	1	2	3	4
Volume jus forts	10 m^3	10 m^3	10 m^3	10 m^3
Teneur en U en g/l	4,2	4,2	4,2	4,2
Acidité libre en normalité	0,67	0,62	0,78	0,65
Température	54°C	58°C	58°C	58°C
Addition de la solution de carbonate de sodium — Titre de la solution	343g/l	343 g/l	343 g/l	343 g/l
Addition de la solution de carbonate de sodium — Volume ajouté	1000 l	900 l	1100 l	1300 l
Addition de la solution de carbonate de sodium — Poids en CO_3Na_2	343 kg	309 kg	378 kg	446 kg
Addition de la solution de carbonate de sodium — Temps de l'opération	2 h	2 h	45 mn	55 mn
pH après addition de CO_3Na_2	2,1	2,5	3,1	3,35
Addition de la soude à 200 g/l — Volume ajouté	210 l	240 l	80 l	16 l
Addition de la soude à 200 g/l — Poids en NaOH	42 kg	48 kg	16 kg	3,2 kg
Addition de la soude à 200 g/l — Temps de l'opération	1h50mn	1h15mn		
pH après addition de la soude	3,75	4,2	3,7	3,6

Filtration et lavage des hydroxydes

N° de l'hydroxyde	1	2
N° des opérations correspondantes	n° 1 ; n° 2 moitié n° 3	moitié n° 3 n° 4
Volume de jus fort correspondant	25 m^3	15 m^3
Temps de filtration — Opération n° 1	1 h 15 mn	
Temps de filtration — Opération n° 2	1 h 55 mn	
Temps de filtration — Opération n° 3		
Temps de filtration — Opération n° 4		
Lavage des hydroxydes — Volume d'eau	3 m^3	
Lavage des hydroxydes — Temps	6 h 10 mn	

Hydroxydes obtenus

N°	Poids humide	pour cent H_2O	Poids sec	Teneur en U sur sec en pourcentage	Poids d'U	U cumulé
	kg		kg		kg	kg
1	645	76	154	2	3,08	
2	381	80	76	2,06	1,56	4,64

Précipitation des uranates

N° de l'opération	1	2	3	4	5
Température	63°C	63°C	63°C	62°C	63°C
Addition de soude à 200g/l — Volume ajouté	675 l	590 l	375 l	290 l	445 l
Addition de soude à 200g/l — Poids de NaOH	135 kg	118 kg	75 kg	58 kg	89 kg
Addition de soude à 200g/l — Temps de l'opération	2 h 40mn	1 h 50mn	1 h 30mn	1 h 25mn	2 h
pH à la fin de l'opération	5,7	7,2	7,7	6,85	7,5

Filtration des uranates

N° de l'opération de précipitation	N° de l'uranate	Temps de filtration	Observations
1	1	1 h 10 mn	Pas de lavage
1	2		-
1 et 2	3		-
2	4		-
2	5		Lavage par 3 m^3 d'eau à 60°C
2	6	1 h 40 mn	Pas de lavage
3	7	2 h 45 mn	-
3 et 4	8		-
4	9		-
4 et 5	10		-
5	11		Lavage par 3 m^3 d'eau à 60°C
5	12		Pas de lavage

Uranates obtenus

N°	Poids humide en kg	H_2O en pourcentage	Poids sec en kg	Teneur en U en pourcentage	Poids d'uranium en kg	Uranium cumulé en kg	Jus de filtration			
							Volume en m^3	Teneur en U en pour mille	U perdu en kg	U perdu cumulé en kg
1	400	81,0	76	12,7	9,65	9,65	4	0,030	0,12	0,12
2	655	82,3	116	11,9	13,8	23,5	4	0,030	0,12	0,24
3	565	81,6	104	12,95	13,47	37,0	4	0,226	0,90	1,14
4	401	83,0	68	13,45	9,15	46,1	4	0,226	0,90	2,04
5	543	82,3	72	14,7	10,6	56,7	4	0,046	0,18	2,22
6	187	82,0	34	12,9	4,38	61,2	4	0,031	0,12	2,34
7	625	78,8	133	10,5	13,96	75,0	4	0,056	0,22	2,56
8	297	79,6	61	12,4	7,57	82,6	4	0,080	0,32	2,88
9	437	83,6	72	17,4	12,55	95,2	4	0,080	0,32	3,20
10	384	83,4	64	11,5	7,38	102,6	4	0,060	0,24	3,44
11	535	83,4	89	19,7	17,53	120,1	4	0,029	0,12	3,56
12	233	86,8	31	16,3	5,05	125,1	4	0,020	0,08	3,64

BILAN

Nous avons établi le rendement par rapport aux pertes mesurées et à l'uranium produit.

Pertes en U dans les hydroxydes	:	4,64 kg
Pertes en U dans le filtrat des uranates	:	3,64 kg
Pertes totales	:	8,28 kg
U produit	:	125 kg

U reconstitué : 125 + 8,3 = 133,3

Rendement : $\frac{125}{133,3} \times 100 = 94$ pour cent

A titre indicatif, mentionnons que les dosages effectués sur les jus forts traités ont donné :

U dans jus forts = 168 kg

Consommation et dépense en produits chimiques par kg d'uranium

Consommation totale en carbonate de sodium	:	1 475 kg
Consommation totale en soude en écailles	:	585 kg
Uranium produit	:	125 kg
Consommation en CO_3Na_2 par kg d'U	:	11,8 kg
Consommation en soude par kg d'U	:	4,7 kg
Prix du CO_3Na_2 (par 100 kg rendu Gueugnon)	:	1 690 F
Prix de la soude en écailles (par 100 kg rendue Gueugnon)	:	2 500 F
Dépense en produits chimiques par kg d'U	:	320 F

Interprétation des résultats

Point de vue chimique

En se référant à l'essai n° III effectué au laboratoire sur 10 litres de solution, on peut constater que, en ce qui concerne :

1° Les hydroxydes.

Leur teneur en U est de l'ordre de celle trouvée en laboratoire (2 pour cent contre 1,6 pour cent).

2° Les uranates.

Leur teneur en U est relativement faible : 13 pour cent en moyenne sur produit sec contre 44 pour cent en laboratoire (un essai en laboratoire a même conduit à un uranate titrant 61,7 pour cent d'uranium). Ceci s'est traduit par une production importante d'uranates qui pour 40 m^3 de jus forts traités a conduit à 12 démoulages représentant plus de 5 tonnes de produit humide ; afin d'augmenter le volume des essais, il fut décidé de ne pas laver la totalité des uranates ; seuls les uranates 5 et 11 ont été lavés, et de ce fait vraiment représentatifs ; il n'en demeure pas moins que la teneur en U des uranates obtenus n'a pas dépassé 20 pour cent sur produit sec.

Afin de comparer les résultats de l'atelier et du laboratoire, nous avons établi le tableau suivant :

	Teneur en U des jus forts	Poids d'hydroxydes rapporté à 10 m^3 de jus forts		Poids d'uranates rapporté à 10 m^3 de jus forts		Poids secs hydroxydes + uranates
		Poids humide	Poids sec	Poids humide	Poids sec	
Résultats essais laboratoire	4,6 g/l	135 kg	30 kg	419 kg	88 kg	118 kg
Résultats essais ateliers	4,2 g/l	256 kg	57 kg	1315 kg	230 kg	237 kg

Ce tableau montre que pour des teneurs des jus forts en uranium de même ordre, les quantités de précipités secs obtenus à l'atelier sont environ deux fois et demie plus importantes que celles obtenues en laboratoire ; ceci montre que les jus forts de l'atelier avaient une composition différente de ceux employés pour les essais en laboratoire. A noter l'incidence de la quantité relativement importante de bioxyde de manganèse introduite à l'attaque (1 pour cent par rapport au minerai). De plus, il ne faut pas perdre de vue que les essais de précipitation fractionnée en atelier n'ont porté que sur un volume relativement faible de jus, qu'ils correspondaient à un début de traitement du minerai, ce qui a entraîné un chevauchement inévitable des minerais de Bauzot et des Bois Noirs, et que d'autre part on a introduit dans le circuit utilisé une fabrication toute différente de la précédente (le circuit a été au préalable nettoyé, mais il n'était pas possible de le restaurer en son état primitif).

3° Les filtrats d'uranate.

Leur teneur en uranium est plus élevée que celle trouvée en laboratoire ; cela est imputable aux filtrations troubles qui se sont produites ainsi qu'il ressort des dosages effectués sur plusieurs échantillons filtrés à nouveau au laboratoire, et dont les résultats sont consignés dans le tableau suivant :

N° du filtrat (correspondant au n° de l'uranate)	Teneur en U en parties pour mille	
	Filtrat brut	Après filtration au laboratoire
7	0,056	0,0025
8	0,080	0,006
9	0,080	0,009
10	0,060	0,010
11	0,029	0,005
12	0,020	0,005

Les pertes imputables à la solubilité de l'uranium sont faibles et de l'ordre de celles des essais en laboratoire.

Point de vue technique

En ce qui concerne la conduite des essais les conditions déterminées au laboratoire ont été appliquées sauf en ce qui concerne la température pour les raisons qui ont été expliquées plus haut, ce qui a pu avoir une incidence sur les résultats.

En ce qui concerne le point de vue industriel il aurait été intéressant de pouvoir déterminer la capacité de l'installation, mais les éléments indispensables au calcul sont actuellement incomplets ou non représentatifs ; les essais ont été trop peu nombreux pour qu'une conduite rationnelle des opérations ait pu être effectuée ; de plus, comme il a été vu plus haut, une condition indispensable à la viabilité du procédé est l'obtention d'uranate à haute teneur en U, condition qui, si elle était remplie, aurait comme conséquence l'augmentation importante de la capacité du circuit correspondant. En bref, d'une manière générale, les renseignements valables ne pourraient être réunis qu'avec une complète mise au point du procédé.

Conclusion

Si les résultats obtenus ne sont pas très satisfaisants, un jugement définitif ne peut être formulé sur le procédé ; pour ce faire il serait nécessaire d'effectuer des essais sur une plus grande échelle et sur des solutions d'attaque plus représentatives du minerai. Néanmoins en ce qui concerne plus particulièrement d'une part le rendement de l'opération, il est permis de penser qu'il est possible de l'améliorer, d'autre part la dépense en produits chimiques est raisonnable et sensiblement du même ordre que celle trouvée en laboratoire.

Il eut été intéressant de poursuivre plus avant l'étude industrielle de ce procédé mais le temps total qui nous était imparti n'étant que de trois semaines, était-il plus raisonnable de passer immédiatement aux essais du second procédé.

II - RECUPERATION DE L'URANIUM DES JUS D'ATTAQUE DU MINERAI DES BOIS-NOIRS PAR CARBONATATION ET PRECIPITATION A LA SOUDE

Les essais qui se sont déroulés du 16 au 30 décembre ont permis de récupérer 1 283 kg d'uranium sous forme d'uranate de soude titrant de 55 à 63 pour cent d'U.

Mode opératoire

Le mode opératoire consiste essentiellement à ajouter dans une cuve agitée à un excès d'une solution de carbonate de sodium concentrée et préalablement chauffée à 80°C, la solution chaude à traiter, qui doit contenir l'uranium, à la valence 6, à maintenir la température de 80°C et l'agitation pendant une demi-heure, à séparer les précipités d'hydroxydes - carbonates par filtration, à laver ces derniers, puis au sein de la solution claire, qui contient l'uranium sous forme de complexe uranyl - carbonate de sodium, à précipiter à la température de 80°C dans une cuve agitée par addition de soude, l'uranium sous forme d'uranate de sodium, à maintenir la température de 80°C et l'agitation pendant une demi-heure et finalement à filtrer et à laver le produit obtenu.

A) CONDUITE DES ESSAIS

Nous examinerons successivement le circuit carbonatation et le circuit précipitation de l'uranate.

1° Circuit carbonatation

Nous décrirons successivement les généralités et le détail des opérations effectuées.

a) Généralités

Après avoir examiné le circuit utilisé dans son ensemble, nous traiterons dans ce chapitre de la détermination de la quantité de carbonate de sodium utilisé et du recyclage des eaux de lavage des hydroxydes.

- Circuit utilisé

Les carbonatations ont été effectuées dans les cuves de réduction, les précipités obtenus ont été filtrés sur les trois filtres-presse à phosphate uraneux par l'intermédiaire des pompes STAINS correspondantes et les filtrats obtenus stockés avant précipitation dans les cuves d'attente (les jus provenant des filtres-presse 1 et 2 sont recueillis par gravité, ceux du 3ème filtre sont envoyés dans les cuves d'attente par l'intermédiaire d'une cuve et d'une pompe placées au rez-de-chaussée.

- Détermination de la quantité de CO_3Na_2 nécessaire à chaque carbonatation

On détermine la quantité stoéchiométrique de CO_3Na_2 nécessaire pour neutraliser la solution, complexer l'uranium et l'on ajoute un excès de réactif.

La détermination de la quantité stoéchiométrique de CO_3Na_2 correspondant à l'acidité totale de la solution est effectuée au laboratoire comme suit : à un volume connu de jus fort on ajoute un volume connu et en excès d'une solution de soude titrée, on chauffe vers 70°C en agitant quelques minutes afin de rendre la précipitation des éléments insolubles complète - il est recommandé de tarer au préalable le vase dans lequel on effectue la précipitation avec les solutions, afin de corriger une évaporation possible - on filtre, on laisse refroidir, puis sur une partie aliquote du filtrat on dose en retour par une solution acide, on en déduit le titre de l'acidité totale (libre et combiné) de la solution d'attaque uranifère que l'on exprime en normalités. Soit N ce titre on a : quantité de CO_3Na_2 de neutralisation par m^3 de jus fort = 53 N. La détermination de la quantité stoéchiométrique de CO_3Na_2 pour complexer l'uranium s'établit en écrivant que l'uranium se trouve après neutralisation sous la forme hypothétique de CO_3UO_2.

La réaction $CO_3UO_2 + 2\ CO_3Na_2 \longrightarrow (CO_3)_3\ UO_2\ Na_4$ montre que 212 g de CO_3Na_2 sont nécessaires pour complexer 238 g d'U soit sensiblement poids pour poids ; en prenant comme teneur moyenne des jus forts 5 kg d'U par m^3 cela conduit à employer 5 kg de CO_3Na_2 par m^3 de jus forts.

En ce qui concerne la quantité de CO_3Na_2 correspondant à l'excès, nous avons décidé en nous basant sur des essais antérieurs de fixer celle-ci à 25 kg par m^3 de jus acide ; cette quantité étant susceptible d'être modifiée à la suite des résultats obtenus à l'atelier.

Les quantités précédentes étant exprimées en CO_3Na_2 pur, il y a lieu de tenir compte du titre du carbonate technique employé. Afin d'éviter des dosages très fréquents nous avons décidé de considérer le carbonate Solvay comme titrant 85 pour cent de CO_3Na_2 pur et de faire les corrections en conséquence.

- Recyclage des eaux de lavage des gâteaux d'hydroxydes - carbonates

Les eaux de lavage des gâteaux d'hydroxydes-carbonates obtenus, que nous appellerons désormais hydroxydes pour plus de commodité sont avantageusement employées à la dissolution du carbonate de sodium d'une opération suivante ; cette manière d'opérer évite d'autant une dilution des solutions d'uranyl-carbonate de sodium et permet une meilleure précipitation de l'uranium. Comme il y a intérêt à travailler en solution de CO_3Na_2 concentrée, c'est un volume d'eau pratiquement constant qui est recyclé, et par conséquent il ne dépend que de la quantité d'eau de lavage introduite pour que le recyclage soit total.

Appelons V le volume d'eau de lavage correspondant à une opération de carbonatation, E celui nécessaire à la dissolution du CO_3Na_2 pour une même opération.

Si $V = E$ recyclage total

Si $V > E$ recyclage partiel, la fraction (V-E) eau de lavage est dirigée vers le circuit précipitation.

Si $V < E$ recyclage total et apport d'eau fraîche pour la carbonatation correspondant à $E - V$,

lorsque le second cas se présente il peut y avoir intérêt afin de ne pas trop diluer la solution d'uranyl - carbonate de sodium, à diminuer le volume du lavage et à consentir une légère perte en uranium supplémentaire dans les hydroxydes qui peut se trouver compensée par un rendement de précipitation de l'uranate plus élevé; inversement si l'on se trouve dans le dernier cas, il est permis d'augmenter le lavage et de par cela le rendement de l'opération.

Lors des premiers essais nous nous sommes trouvés dans le premier cas ; la mise au point du procédé faite nous nous sommes trouvés dans le dernier, ce qui nous a permis, lors des dernières opérations, d'augmenter les lavages.

b) Description des essais

Les essais ont porté sur 34 carbonatations généralement effectuées sur 10 m^3 de jus forts et ont conduit à l'obtention de 45 hydroxydes. Nous traiterons dans ce chapitre des différentes techniques employées au cours des essais, des difficultés rencontrées, des modifications que nous avons effectuées au mode opératoire et dans le cadre de l'installation actuelle afin d'améliorer et de simplifier l'ensemble des opérations.

Premières carbonatations

Elles concernent les 8 premières carbonatations auxquelles correspondent les hydroxydes 1 à 19 (Cf. tableau n° 1, 1ère série de carbonatation : précipitation des hydroxydes et consommation en CO_3Na_2 ; tableau n° 2, 1ère série de carbonatation : pertes en uranium dans les hydroxydes).

1° Précipitation des hydroxydes

Technique des carbonatations 1 à 6

Une solution de carbonate de sodium d'une concentration de l'ordre de 350 g/l est préparée à chaud dans la cuve dite de stockage des concentrés de phosphates uraneux (implantation plancher 9 m) et maintenue à la température de 60°C(chauffage par serpentin). Le volume nécessaire à une carbonatation (de l'ordre de 3 m^3 pour 10 m^3 de jus forts) est envoyé par gravité dans une des cuves de réduction où l'on ajoute ensuite les jus forts (7,4 et 6,5 m^3 respectivement pour les deux premières carbonatations, 10 m^3 pour les suivantes) en mettant l'agitation en route dès que possible l'addition terminée on chauffe jusqu'à 60 °C et on maintient cette température ; celle-ci atteinte on poursuit l'agitation pendant 1/2 heure, puis on procède à la filtration en maintenant l'agitation pendant la durée de celle-ci.

Quantité de CO_3Na_2 employée

Dans un esprit d'essais industriels il y avait intérêt à opérer au début avec une marge de sécurité assez large afin d'éviter l'obtention d'hydroxydes riches en uranium par suite d'une solubilisation incomplète de cet élément. A cet effet pour la première carbonatation on a majoré de 10 pour cent la quantité de CO_3Na_2 déterminée comme il a été indiqué plus haut, et ainsi qu'il ressort du tableau suivant, 120 kg de carbonate de sodium technique ont été employés par m^3 de jus fort.

Acidité totale des jus forts : 1,16 N

CO_3Na_2 de neutralisation	: 53 x 1,16	= 61,5	kg/m^3/jus fort
CO_3Na_2 nécessaire à complexer l'uranium		= 5	kg/m^3/jus fort
CO_3Na_2 libre		= 25	kg/m^3/jus fort
CO_3Na_2 sécurité supplémentaire (10 pour cent)		= 9,5	kg/m^3/jus fort
Poids total exprimé en CO_3Na_2 pur		= 102	kg/m^3/jus fort

soit $\frac{102}{0,85}$ = 120 kg de carbonate de soude technique.

Afin d'éviter une consommation inutile en CO_3Na_2 qui en plus de la répercussion sur le coût de l'opération peut nuire ultérieurement à la précipitation de l'uranate, des essais ont été effectués en laboratoire afin de s'assurer que la marge de sécurité précédemment fixée était suffisante ; toutefois, dans l'attente de ces résultats, il a été décidé d'effectuer les opérations industrielles suivantes sans marge de sécurité supplémentaire, celle précédemment fixée nous semblant à priori suffisante : cette manière d'opérer présentant de plus l'avantage de pouvoir comparer utilement les essais de laboratoire et de l'atelier. Dans ces conditions, la deuxième carbonatation à l'atelier a été effectuée à raison de 110 kg de CO_3N par m^3 de jus fort.

Essais de laboratoire

1er essai

Carbonatation effectuée à raison de 110 kg de CO_3Na_2 technique par m^3 de jus fort (quantité primitivement fixée).

Teneur en U de l'hydroxyde lavé : 0,65 pour mille sur sec.

2ème essai :

Carbonatation effectuée à raison de 90 kg de CO_3Na_2 technique par m^3 de jus fort (soit environ 20 pour cent de moins que la quantité de carbonate de sodium primitivement fixée).

Résultat : défaut de carbonate de sodium, pH de la solution voisin de 8.

L'examen de ces essais permet de dire que :

- la quantité de CO_3Na_2 primitivement fixée conduit à un excellent rendement de carbonatation.
- la marge de sécurité choisie n'est pas démesurée.

En conclusion de ces essais il a été décidé de poursuivre les carbonatations à l'atelier en employant les quantités de CO_3Na_2 primitivement fixées. Cette manière d'opérer a permis, ainsi qu'on le verra par ailleurs, d'obtenir d'excellents rendements de carbonatation.

Consignes pour le calcul du poids de CO_3Na_2

Dans le but d'éviter une erreur grossière et préjudiciable dans la détermination du poids de CO_3Na_2 (qui pourrait être la conséquence d'une erreur de dosage) était-il raisonnable de fixer une quantité minimum ; l'acidité des jus forts était de 1,16 N au début des essais et devant logiquement augmenter jusqu'à ce que la fabrication ait atteint son équilibre, il a été décidé de fixer la quantité minimum de carbonate de sodium technique à employer à 110 kg par m^3 de jus acide.

Consignes

- Pour la carbonatation de 10 m^3 de jus forts et si l'acidité totale de ces jus est inférieure ou égale à 1,2 N, employer 1 100 kg de carbonate de sodium (soit 22 sacs de 50 kg).

- Pour la carbonatation de 10 m^3 de jus forts et si l'acidité totale de ces jus représentée par N est supérieure à 1,2 N le poids de carbonate de sodium sera calculé à l'aide de la formule suivante et arrondi aux 50 kg immédiatement supérieurs (ceci afin d'éviter l'emploi de fraction de sac) :

$$\text{Poids de } CO_3Na_2 = \frac{1\,100 \times N}{1,2}$$

(Remarque : Cette formule ne tient pas compte de la fraction de CO_3Na_2 constante, nous en avons fait abstraction afin de ne pas compliquer le calcul ; ceci se traduit par ailleurs par une marge de sécurité supplémentaire).

Technique des carbonatations 7 et 8

Elle se différencie des précédentes carbonatations essentiellement en ce qui concerne la préparation de la solution de carbonate de sodium qui a été effectuée comme suit, dans le but de simplifier le mode opératoire et les manipulations.

A partir de la carbonatation n° 7 les eaux de lavage des hydroxydes, recyclées pour la dissolution du CO_3Na_2 sont stockées, chauffées et maintenues à la température de 60°C dans la cuve de stockage des concentrés de phosphate

uraneux ; pour chaque carbonatation on introduit 3 000 l de ces eaux dans la cuve de réduction, puis par la trémie servant auparavant à l'introduction du fer, le carbonate de sodium ; la suite des opérations est identique à la précédente.

2° Filtration et lavage des hydroxydes

Nous examinerons plus particulièrement dans ce paragraphe les difficultés rencontrées lors de la filtration, leurs causes, les modifications que nous avons préconisées afin d'y remédier ; nous traiterons également du problème des quantités d'eau de lavage employées.

Les toutes premières opérations de carbonatation furent dans l'ensemble assez satisfaisantes puis les suivantes conduisirent à des précipités filtrant difficilement, passant au travers des toiles et colmatant ces dernières ; il fut impossible de remplir complètement les filtres-presse , les lavages devinrent très difficiles (et de peu d'utilité, les presses n'étant pas remplies) ou impossibles (malgré une pression d'eau de 4 kg) ; il fut indispensable de laver les toiles à chaque démoulage ; les difficultés augmentèrent en fonction du temps de séjour des précipités dans les cuves.

Il eut été souhaitable d'effectuer les carbonatations en se conformant au mode opératoire décrit au début de ce rapport, mais pour des raisons de résistance de matériau et d'appareillage on dut opérer dans des conditions différentes.

On peut noter les points suivants :

- différence de température de carbonatation : 60°C au lieu de 80°C (ceci afin de ne pas détériorer le caoutchoutage des cuves et les toiles de thermovyl des filtres-presse).

- impossibilité de maintenir la température des cuves pendant la filtration (chauffage par injection de vapeur directe qui se serait traduit par une dilution supplémentaire ; de plus la position de l'injecteur placé en haut de cuve n'aurait permis un chauffage qu'en début de filtration, et il n'était pas indiqué de descendre celui-ci par suite du risque de détérioration du caoutchoutage du fond de cuve).

- temps de brassage des précipités, plus long.

Afin de concrétiser ces différences, nous avons comparé les vitesses de filtration sur büchner de carbonatation effectuées au laboratoire, et d'échantillons provenant de carbonatation à l'atelier. Les résultats sont consignés dans le tableau suivant :

Référence de la carbonatation	Essai de laboratoire	Carbonatation n° 6 (échantillon de l'atelier)	Carbonatation n° 7 (échantillon de l'atelier)
Volume de jus fort	500 cm^3		
Volume de solution de CO_3Na_2	185 cm^3		
Volume total avant filtration	685 cm^3	500 cm^3	500 cm^3
Température de carbonatation	80°C	60°C	60°C
Durée d'agitation avant filtration	30 mn	environ 1 h	environ 1 h
Température avant filtration	80°C	60°C	60°C
Diamètre du büchner	115 mm	115 mm	115 mm
Durée de filtration	2 mn 30 s	15 mn	11 mn 30 s

Afin de préciser l'influence de la température nous avons effectué un essai de filtration en laboratoire sur un échantillon de carbonatation de l'atelier préalablement chauffé à 80°C.

Référence de la carbonatation	Echantillon de la carbonatation de l'atelier n° 6
Température de carbonatation	60°C
Température avant filtration	80°C
Volume avant filtration	500 cm^3
Diamètre du büchner	115 mm
Temps de filtration	6 mn 10 s

Ces chiffres montrent que le mode opératoire employé à l'atelier est bien la cause des mauvais résultats obtenus.

A la suite de ces essais nous nous sommes efforcés de nous rapprocher le plus possible des conditions idéales de carbonatation en modifiant :

1° la température,

2° les conditions d'agitation.

A cet effet nous avons consulté la firme HUTCHINSON pour une éventuelle utilisation des cuves à une température supérieure à 60°C; cette firme nous a indiqué qu'il n'était pas souhaitable de dépasser une température de 80°C mais que l'on pouvait utiliser les cuves en continu à 70°C sans crainte de détérioration du revêtement.

En ce qui concerne l'agitation, qui est assez violente, l'absence de variateur ne permet pas de modifier la vitesse de l'arbre, aussi ne peut-on jouer que sur la durée.

En ce qui concerne d'autre part plus particulièrement les conditions mécaniques de filtration, un facteur important est celui de la pression de refoulement choisie ; une pression de refoulement trop grande peut engendrer un colmatage des toiles et rendre impossible un lavage ; par ailleurs la pression maximum adoptée doit être inférieure à celle de l'eau de lavage ; aussi pour les opérations suivantes et dans un but de contrôle exact des pressions de service désirées avons-nous demandé que les cloches des pompes à membrane STAINS soient équipées de manomètre à graduations plus sensibles que celles de ceux existants. Les pompes STAINS n° 2 et 3 ont pu être équipées en conséquence, pour la première pompe nous nous sommes servis du manomètre primitif.

En conséquence de ce qui précède nous avons modifié le mode opératoire des carbonatations suivantes ; celui-ci sera décrit dans le paragraphe correspondant.

Problème de lavage des hydroxydes

Dans les essais en laboratoire les gâteaux d'hydroxydes ont été lavés par 6 fois leur volume d'eau. Les filtres-presse de l'usine ayant un volume de 600 litres, cela se traduit par extrapolation à employer 3,5 m^3 d'eau de lavage par filtre et en prenant un chiffre moyen de deux démoulages par carbonatation, cela conduit à 7 m^3 d'eau de lavage par opération de carbonatation ; le volume d'eau nécessaire à la préparation de la solution de CO_3Na_2 étant de 3 m^3 pour 10 m^3 de jus forts, ce sont 4 m^3 d'eaux de premiers lavages qu'il est nécessaire de joindre au filtrat d'uranyl-carbonate de sodium, ce qui diminue d'autant leur teneur et de par cela même le rendement de la précipitation. Ce processus

a nécessité de réaliser par ailleurs les filtrations, les premiers lavages et les seconds lavages simultanément sur les 3 filtres-presse et ce avec toutes les combinaisons possibles ; ceci a été réalisé après quelques modifications de l'installation existante et la pose de tuyauteries provisoires supplémentaires ; les différentes eaux de lavage ont été recueillies avant leur envoi dans la cuve de stockage ou dans les cuves d'attente ou dans des cuves placées au rez-de-chaussée et préalablement jaugées.

En regard du volume de jus fort traité, la quantité d'eau de lavage employée étant relativement importante, était-il raisonnable de limiter cette dernière à une quantité compatible avec un rendement de lavage acceptable ; les premiers hydroxydes obtenus ayant une teneur en U assez faible nous avons diminué les quantités d'eau de lavage qui sont passées de 3,5 m^3 à 3 m^3 puis à 2 m^3 par filtre ; ce qui précède est d'ailleurs assez théorique car comme il a été indiqué plus haut, plusieurs hydroxydes ont été peu ou pas du tout lavés, ce qui explique la teneur en U élevée de certains hydroxydes (Cf. tableau n° 1). Aussi pour ces premiers essais une interprétation des résultats concernant l'influence de la quantité d'eau de lavage employée n'était guère possible.

Carbonatations suivantes

Elles sont au nombre de 26 (n° 9 à 34) pour lesquelles 26 hydroxydes (n° 20 à 45) ont été obtenus.

Les nouvelles conditions de précipitation et de filtration employées ont donné pleine satisfaction, les filtrations ont été dans l'ensemble excellentes, les gâteaux d'hydroxydes bien formés et n'adhérant pas aux toiles, les lavages effectués normalement (à part quelques exceptions d'ordre principalement mécanique) ; elles se sont traduites de plus par une diminution du nombre des hydroxydes (sensiblement un par carbonatation) ce qui a augmenté considérablement la capacité du circuit filtration et simplifié le problème de l'emploi des eaux de lavage.

Nous avons réuni ci-dessous sous forme de consigne, les nouvelles conditions de marche de l'atelier.

A partir de la 9ème carbonatation il sera procédé comme suit :

- Les eaux de lavage des hydroxydes seront recyclées en leur totalité, envoyées dans la cuve de stockage des concentrés uraneux, chauffées et maintenues à la température de 70°C.

- Si la quantité d'eau de lavage est inférieure à celle nécessaire pour dissoudre le carbonate de sodium, il sera effectué dans la cuve de stockage

un apport d'eau fraîche correspondant ; de toute façon, avant chaque carbonatation, on veillera à ce que la cuve de stockage contienne un volume d'eau à 70°C suffisant de manière à ne pas retarder la suite des opérations.

- Pour effectuer une carbonatation, la cuve de réduction étant vide, introduire par gravité 3 000 litres d'eau provenant de la cuve de stockage, mettre l'agitation en route puis introduire par la trémie du plancher 9 m la quantité de CO_3Na_2 préalablement déterminée, ajouter ensuite 10 m^3 de jus forts, arrêter l'agitateur, chauffer en agitant par intermittence (10 secondes d'agitation toutes les 3 minutes), lorsque la température atteint 70°C, remettre l'agitation en continu pendant 15 minutes en maintenant la température à 70°C, arrêter ensuite l'agitation et le chauffage.

Une fois la précipitation des hydroxydes terminée, filtrer immédiatement.

- Effectuer la totalité de la filtration agitation stoppée.

- Limiter la pression maximum de refoulement des pompes à membrane à 1 kg.

- Un filtre étant plein, le mettre immédiatement en lavage ; les lavages seront effectués par 2 m^3 d'eau (cette quantité a été portée à 3 m^3 pour les dernières opérations) - lavage croisé avec un seul changement de sens (1 m^3 ou 1,5 m^3 dans chaque sens suivant les cas).

Résultats des essais

On trouvera les résultats des contrôles chimiques et techniques des différentes opérations dans les tableaux suivants :

- Tableau n° III : 2ème série de carbonatation
  Précipitation des hydroxydes et consommation en CO_3Na_2.
- Tableau n° IV : 2ème série de carbonatation : pertes en uranium dans les hydroxydes.

Observations générales

Il est à noter que la filtration d'une opération étant effectuée assez rapidement, il ne s'est pas produit une baisse de température aussi considérable que lors des premières carbonatations. On a pu observer, d'autre part, que les températures maxima des filtrats à la sortie des presses étaient situées aux alentours de 65°C.

Observations particulières aux essais de la 2ème série de carbonatation

Carbonatation

- Carbonatation n° 30

En dépit des indications mentionnées, cette opération n'a pas été effectuée réellement avec la quantité de CO_3Na_2 indiquée ; il y a eu défaut de réactif qui s'est traduit par un taux en uranium très élevé de l'hydroxyde n° 40.

Filtration et lavages des hydroxydes

- Hydroxyde n° 23

Un arrêt a dû être effectué en cours de filtration, les cuves d'attente étant pleines.

- Hydroxyde n° 24

La filtration n'a pas été excellente ; quantité d'eau de lavage limitée à 250 litres.

- Hydroxyde n° 29

Lavages impossibles : tuyauteries obstruées ou filtre-presse mal remonté.

- Hydroxyde n° 30

Malgré les indications mentionnées les gâteaux n'ont pas été lavés, erreur dans les combinaisons de vannes.

- Hydroxyde n° 34

Lavages impossibles (Cf. hydroxyde n° 29).

- Hydroxyde n° 39

Lavages impossibles (Cf. hydroxyde n° 29).

- Hydroxyde n° 40

Taux en U élevé (Cf. carbonatation n° 30).

- Hydroxydes n° 42 à 45

Lavés avec 3 m^3 d'eau.

Essais de filtration au laboratoire

Nous avons pensé qu'il serait utile, afin de préciser l'amélioration réalisée, d'effectuer des essais de filtration en laboratoire sur plusieurs échantillons de la 2ème série de carbonatation. Les résultats sont consignés dans le tableau ci-dessous :

Référence de la carbonatation de l'atelier	Carbonatation n° 9	Carbonatation n° 27	Carbonatation n° 32
Volume filtré	500 cm^3	500 cm^3	685 cm^3
Température avant filtration	70°C	70°C	70°C
Diamètre du büchner employé	115 mm	115 mm	115 mm
Temps de filtration	2 mn 5 s	2 mn 15 s	2 mn 32 s

Les résultats précédents recoupent bien ceux obtenus avec des carbonatations effectuées en laboratoire.

2° Circuit précipitation de l'uranate

La précipitation des uranates a été effectuée en utilisant l'installation réservée à cet usage et dans les conditions générales préconisées au mode opératoire ; 43 précipitations ont été effectuées, les 15 premières sur 10 m^3 de solution d'uranyl-carbonate de sodium, les suivantes sur 11 m^3 ; 5 uranates (plus un de récupération) ont été obtenus.

Technique des opérations

Nous examinerons successivement la précipitation et la filtration des uranates.

a) Précipitation des uranates

Nous traiterons dans ce paragraphe de la détermination de la quantité de soude à employer, du contrôle immédiat de la précipitation et du mode opératoire employé.

Détermination de la quantité de soude

Des essais de précipitation de l'uranium ont été effectués au laboratoire sur les solution d'uranyl - carbonate de sodium de l'atelier avec des quantités croissantes de soude ; ces essais ont montré qu'il était nécessaire d'utiliser environ 40 kg de soude par m^3 de solution à précipiter pour obtenir une précipitation acceptable.

Contrôle immédiat de la précipitation

Les contrôles immédiats de précipitation ont été effectués par la méthode colorimétrique du percarbonate d'uranyle.

Mode opératoire

La cuve à précipitation étant vide, introduire la solution à précipiter, chauffer dès que la première spire du serpentin de chauffe est recouverte, mettre l'agitation dès que possible ; l'introduction terminée continuer le chauffage ; dès que la température atteint 70°C commencer l'addition de soude, sous forme d'une solution à 400 g/l préparée au préalable dans la cuve réservée à cet usage ; lorsque la température atteint 80°C, maintenir à cette température ; après 10 minutes à cette température porter un échantillon au laboratoire pour vérification ; si la précipitation se révèle pratiquement complète, filtrer 20 minutes après la prise d'échantillon ; dans le cas contraire ajouter une quantité de soude supplémentaire sous forme solide (généralement fixée à 40 ou 50 kg de soude par opération) et filtrer 30 minutes après cette nouvelle addition.

Observation

Marche défectueuse de la pompe à soude (pompe KESTNER) ; difficulté d'amorçage, fréquents désamorçages en cours d'opération.

b) Filtration et lavage des uranates

La filtration des uranates s'est effectuée uniquement par gravité et s'est déroulé normalement ; ne disposant que d'un seul filtre nous avons été obligés de limiter les lavages des uranates au strict nécessaire afin de paralyser au minimum les circuits précédents ; il en est résulté une diminution du titre en uranium des uranates obtenus.

c) Résultats des essais de précipitation

On trouvera les résultats des précipitations dans les tableaux suivants :

Tableau n° V : Précipitation des uranates : pertes en uranium dans les filtrats, consommation en soude.

Tableau n° VI : Production.

B) RENDEMENT DES OPERATIONS

Les rendements suivants ont été établis par rapport aux pertes mesurées et à l'uranium produit.

- Pertes en uranium dans les hydroxydes	24,8	kg
- Pertes en uranium dans les filtrats des uranates	20,3	kg
- Pertes totales en U	45,1	kg
- Uranium produit	1 283	kg
- Uranium reconstitué avant uranatation	1 303	kg
- Uranium reconstitué avant carbonatation	1 328	kg

Rendement de carbonatation

(rendement de précipitation et rendement de lavage)

$$= \frac{1\,303}{1\,328} \times 100 = 98{,}1 \text{ pour cent}$$

rendement d'uranation $= \frac{1\,283}{1\,303} \times 100 = 98{,}5$ pour cent

rendement global $= \frac{98{,}1 \times 98{,}5}{100} = 96{,}6$ pour cent

(On trouvera en annexe les résultats d'ensemble du traitement du minerai des Bois-Noirs)

C) CONSOMMATION ET DEPENSE EN PRODUIT CHIMIQUE PAR kg D'URANIUM

- Consommation totale en carbonate de sodium	43 300	kg
- Consommation totale en soude en écailles	19 950	kg
- Uranium produit	1 283	kg
- Consommation en CO_3Na_2 par kg d'U	33,75	kg
- Consommation en soude par kg d'U	15,55	kg
- Prix du CO_3Na_2 (par 100 kg rendus Gueugnon)	1 690	F
- Prix de la soude en écailles (par 100 kg rendus Gueugnon)	2 500	F
- Dépense en produits chimiques par kg d'uranium	960	F

D) CALCUL DE LA CAPACITE DES DIFFERENTS CIRCUITS DANS LE CADRE DE L'INSTALLATION ACTUELLE

La capacité des différents circuits a été déterminée à l'aide des mesures de temps effectuées sur différentes opérations et à l'aide des données suivantes :

- Minerai total traité (opération fractionnement et carbonatation) — 211 tonnes
- Minerai sec traité — 194 tonnes
- Jus fort produit — 370 m^3
- Jus fort produit par 100 tonnes de minerai sec — 192 m^3
- Jus fort carbonaté — 330 m^3
- Volume de solution d'uranyl-carbonate de sodium produit — 460 m^3
- Volume de solution d'uranyl-carbonate de sodium produit par 100 tonnes de minerai sec — 270 m^3

N° de la carbonatation	n° 28	n° 29	n° 33	n° 34
Durée addition eau de recyclage	0 h 15	0 h 10	0 h 20	0 h 30
Durée addition CO_3Na_2	0 h 30	0 h 45	0 h 20	0 h 40
Durée addition jus forts	0 h 25	0 h 15	0 h 20	0 h 15
Durée de chauffage	0 h 30	0 h 30	0 h 30	0 h 15
Durée d'agitation	0 h 15	0 h 15	0 h 15	0 h 15
Durée de l'opération	1 h 55	1 h 55	1 h 45	1 h 55

Durée moyenne d'une opération : 1 h 52 mn

Durée moyenne d'une filtration d'hydroxydes : à partir des contrôles effectués sur la filtration des carbonations suivantes :

N° de la carbonatation	9	10	13	14	15	16	17	18	19	20
Durée de filtration	2h10	2h55	2h30	2h25	2h10	2h05	2h20	4h35	2h30	2h05

N° de la carbonatation	22	24	25	26	27	28	30	31	32	33
Durée de filtration	2h45	2h20	2h05	2h15	2h10	3h	2h30	2h	2h25	2h05

Durée moyenne d'une filtration : 2 h 30 mn

Durée moyenne du lavage des hydroxydes : déterminée à partir des contrôles effectués sur les lavages des hydroxydes suivants :

N° de l'hydroxyde	20	21	23	25	26	27	31	32	33
Durée de lavage	3h20	3h05	2h30	1h30	2h20	1h30	1h40	1h55	1h35

N° de l'hydroxyde	35	36	37	38	40	41	42	43	44
Durée de lavage	2h30	5h05	2h35	1h55	1h45	0h50	2h10	1h35	1h55

Durée moyenne du lavage : 2 h 15 mn

Durée moyenne d'une opération de précipitation des uranates : déterminée à partir des contrôles effectués sur les uranatations suivantes :

N° de l'uranatation	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42
Durée addition des jus à précipiter	0h20	0h20	0h20	0h20	0h25	0h15	0h20	0h25	0h15	0h20	0h20
Durée de chauffage	0h40	0h20	0h10	0h30	0h10	0h10	0h10	0h20	0h10	0h15	0h15
Durée addition de soude	0h30	0h30	0h20	0h50	0h20	0h45	0h20	0h25	0h55	0h20	0h20
Durée d'agitation	0h30	0h30	0h30	0h30	0h30	0h30	0h40	0h30	0h40	0h30	1h30
Durée de l'opération	2h	1h40	1h20	2h10	1h25	1h40	1h30	1h40	2h	1h25	2h25

Durée moyenne de l'opération : 1 h 45 mn

Durée moyenne d'une filtration d'uranatation : déterminée à partir des contrôles effectués sur les uranatations suivantes :

N° de l'uranatation	15	16	17	18	19	20	21	22
N° de l'uranate correspondant	2	2	2	2	2	2	2	2
Durée de filtration	2h20	1h50	1h20	1h20	1h	1h15	1h30	3h30

N° de l'uranatation	23	24	25	26	27	28	29	30
N° de l'uranate correspondant	3	3	3	3	3	3	3	3
Durée de filtration	1h15	1h15	1h15	1h35	1h40	1h40	1h45	3h

N° de l'uranatation	31	32	33	34	35	36	37	38
N° de l'uranate correspondant	4	4	4	4	4	4	4	4
Durée de filtration	1h40	1h40	0h55	0h55	1h10	1h20	3h	2h

N° de l'uranatation	39	40	41	42	43
N° de l'uranate correspondant	5	5	5	5	5
Durée de filtration	1h20	1h25	1h30	1h40	1h10

Durée moyenne d'une filtration : 1 h 40 arrondie à 1 h 45 mn

Calcul de la capacité des cuves de carbonatation (cuves de réduction)

Durée moyenne d'une précipitation : 1 h 52 (soit pratiquement 2 h)
Durée moyenne d'une filtration : 2 h 30
Durée du cycle : 4 h 30
Volume de jus fort traité par opération : 10 m^3
Nombre de cuves : 2

Capacité journalière des cuves exprimée en jus forts :

$$\frac{10 \times 24 \times 2}{4,5} = 106 \text{ m}^3/\text{jour.}$$

Capacité journalière des cuves exprimée en minerai sec :

$$\frac{100 \times 106}{192} = 55 \text{ tonnes/jour.}$$

Calcul de la capacité des filtres-presse à hydroxydes (filtres à phosphate uraneux)

Durée moyenne d'une filtration : 2 h 30
Durée moyenne d'un lavage : 2 h 15
Durée débâtissage/remontage : 1 h 15
Durée du cycle : 6 h
Volume de jus filtré par opération (exprimé en jus fort) : 10 m^3
Nombre de filtres : 3

Capacité journalière des filtres exprimée en jus forts :

$$\frac{10 \times 24 \times 3}{3} = 120 \text{ m}^3/\text{jour.}$$

Capacité journalière des filtres exprimée en minerai sec :

$$\frac{100 \times 120}{192} = 62 \text{ tonnes/jour.}$$

Calcul de la capacité de la cuve à uranatation

Durée moyenne d'une précipitation : 1 h 45
Durée moyenne d'une filtration : 1 h 45
Durée du cycle : 3 h 30
Volume de jus traité par opération (exprimé en jus fort) : 7,75 m^3

Capacité journalière de la cuve à uranatation exprimée en jus forts :

$$\frac{7,75 \times 24}{3,5} = 53 \text{ m}^3/\text{jour.}$$

Capacité journalière de la cuve à uranatation exprimée en minerai sec :

$$\frac{100 \times 53}{192} = 28 \text{ tonnes/jour.}$$

Calcul de la capacité du filtre-presse à uranate

Le calcul de la capacité du filtre-presse à uranate a été effectué à partir des éléments suivants :

N° des uranates	2	3	4	5
Durée totale des filtrations correspondantes	14 h	13 h 30	12 h 30	7 h
Durée du lavage	1 h 30	1 h 10	3 h	2 h 30
Durée débâtissage/remontage	4 h (extrap.)	4 h	4 h	4 h
Durée du cycle	19 h 30	18 h 40	19 h 30	13 h 30
Uranium produit	226 kg	303 kg	305 kg	194 kg
Uranium produit à l'heure	11,6 kg	16,2 kg	15,6 kg	14,4 kg

Moyenne U produit à l'heure : 14,5 kg
Moyenne U produit/jour : 348 kg/jour
U total produit pendant les essais de carbonatation : 1 283 kg
Minerai sec traité pour les opérations de carbonatation : $\frac{194 \times 330}{370} = 173$ tonnes.

Capacité journalière du filtre à uranate exprimée en minerai sec :

$$\frac{173 \times 348}{1\ 283} = 47 \text{ tonnes/jour}$$

Récapitulatif

Capacité des différents circuits exprimée en tonnes/jour de minerai des Bois-Noirs sec.

Cuves de réduction	: 55 tonnes/jour
Filtres-presse à phosphate uraneux	: 62 tonnes/jour
Cuve à uranatation	: 28 tonnes/jour
Filtre-presse à uranate	: 47 tonnes/jour

E) INTERPRETATION DES RESULTATS

En ce qui concerne le point de vue chimique on peut constater que :

1° La teneur des hydroxydes est plus faible que celle trouvée en laboratoire.
2° La teneur des uranates s'est élevée jusqu'à près de 63 pour cent contre 67 pour cent en laboratoire ; il eut été possible d'ailleurs d'augmenter leur teneur par un lavage plus poussé, ainsi l'uranate n° 2 relavé au laboratoire a vu sa teneur passer de 56 à 65,7 pour cent en uranium.
3° La teneur des filtrats d'uranates est plus élevée que celle trouvée dans les essais de laboratoire : 40 mg/l contre 10 mg/l. Ceci est en partie la conséquence d'un emploi de carbonate de sodium plus grand à l'atelier qu'au laboratoire.

F) CONCLUSIONS

La carbonatation mise au point, les résultats ont dans leur ensemble été satisfaisants et ont reproduit ceux du laboratoire.

Les essais ont montré d'autre part que l'installation actuelle pouvait s'adapter au procédé.

°Il faut souligner que les conditions n'ont pas toujours été très favorables par suite du séjour souvent important du minerai dans les cuves d'attaque, mais malgré cette répercussion sur les essais, les diverses difficultés rencontrées, les incidents de marche et les tâtonnements inhérents à toute mise en route, il a été possible dans les derniers jours d'augmenter le rythme de production de l'usine qui a traité les 26, 27, 28 et 29 décembre 1955, 190 m^3 de jus fort, représentant environ 100 tonnes de minerai sec, soit à une cadence moyenne de 25 tonnes/jour avec une pointe de 32 tonnes le 27 décembre.

- ANNEXE -

On trouvera résumés dans les tableaux suivants, les résultats d'ensemble du traitement du minerai des Bois-Noirs correspondant aux essais de précipitation fractionnée et de carbonatation directe, ainsi qu'un rappel de la production et des pertes mesurées de ces essais.

A - MINERAI

a) Minerai traité

Date	Minerai traité			Teneur en U sur sec en pourcentage	Poids d'U en kg	Uranium cumulé en kg
	Poids humide tonnes	H_2O en pourcentage	Poids sec tonnes			
12.12.1955	36	5,5	34	0,99	337	357
15.12.1955	8	5,5	7,6	1,19	91	428
19.12.1955	25	8,3	22,9	0,93	213	641
22.12.1955	12	8,3	11	1,12	124	765
23.12.1955	12	8,3	11	1,17	129	894
26.12.1955	43	8,3	39,4	1,16	457	1 351
27.12.1955	47	7,6	43,4	1,30	562	1 913
28.12.1955	26	6,9	24,2	1,24	300	2 213

Poids de minerai humide total = 211 tonnes
Poids de minerai sec total = 193 tonnes

b) Pertes à l'attaque et au lavage

Date	Poids de stérile sec en tonnes	Pertes à l'attaque en kg			Pertes au lavage en kg			Pertes totales en kg
		par tonne stérile	par jour	cumulées	par tonne stérile	par jour	cumulées	
12.12.55	31,6	0,063	1,99	1,99	0,077	2,43	2,43	4,42
15.12.55	7,1	0,033	0,23	2,22	0,457	3,20	5,63	8,85
19.12.55	21,3	0,064	1,36	3,58	0,166	3,53	9,16	12,74
22.12.55	10,2	0,113	1,15	4,73	0,607	6,19	15,35	20,1
23.12.55	10,2	0,157	1,60	6,33	0,263	2,68	18	24,4
26.12.55	36,6	0,166	6,08	12,4	0,196	7,14	25,2	37,6
27.12.55	40,2	0,140	5,63	18	0,886	35,6	60,8	78,8
28.12.55	22,5	0,096	2,16	20,2	0,272	6,12	66,9	87,1

B - JUS FORTS

Volume jus forts produits : 371 m^3
Jus forts traités par fractionnement : 40 m^3
Jus forts traités par carbonatation directe : 331 m^3

Uranium total dans jus forts : 1649 kg
Fraction uranium traité par fractionnement : 168 kg
Fraction uranium traité par carbonatation : 1481 kg

C - RAPPEL

Résultats des essais : production et pertes mesurées

Opération précipitation fractionnée (Production en U : 125 kg
(Pertes en U : 8,3 kg

Opération carbonatation (Production en U : 1283 kg
(Pertes en U : 45,1 kg

Production totale en U : 1408 kg
Pertes totales en U : 53,4 kg
Uranium reconstitué : 1461 kg

- TABLEAU n° 1 -

1ère série de carbonatation

Précipitation des hydroxydes et consommation en CO_3Na_2

Date	N° de la carbonatation	Volume jus fort traité en m^3	Teneur en U jus fort en g/l	Poids U traité en kg	Poids U traité cumulé en kg	Consommation de CO_3Na_2 en kg	Consommation de CO_3Na_2 cumulé en kg
16.12.1955	1	7,4	3,93	29,1	29,1	890	890
16.12.1955	2	6,5	3,93	25,5	54,6	715	1605
17.12.1955	3	10	3,93	39,3	94	1100	2700
19.12.1955	4	10	3,21	32,1	126	1100	3800
19.12.1955	5	10	3,21	32,1	158	1100	4900
20.12.1955	6	10	4,05	40,5	198,5	1100	6000
21.12.1955	7	10	3,3	33	232	1100	7100
22.12.1955	8	10	2,54	25,4	257	1100	8200

- TABLEAU n° II -

1ère série de carbonatation

Pertes en uranium dans les hydroxydes

Date	N° de l'hydroxyde	Poids humide en kg	H_2O en pourcentage	Poids sec en kg	Teneur en U sur sec en °/oo	Pertes en U en kg	Pertes en U cumulées en kg
16.12.55	1	576	75,6	141	3,28	0,5	0,5
	2	682	80,6	132	1,77	0,2	0,7
	3	476	89	52,4	1,00	0,05	0,75
17.12.55	4	711	77,6	159	2,30	0,37	1,12
	5	715	75,3	177	4,70	0,83	1,95
18.12.55	6	385	78,3	83,6	3,59	0,30	2,25
19.12.55	7	315	77,6	70,6	1,19	0,08	2,33
	8	340	73,3	90,8	4,63	0,42	2,75
20.12.55	9	65	79	13,6	0,24	0,003	2,75
	10	482	77,3	109	0,49	0,05	2,80
	11	383	79,6	78	0,79	0,06	2,86
21.12.55	12	215	77,6	48,1	1,35	0,06	2,92
	13	202	77	46,4	6,15	0,28	3,20
	14	441	80,6	85,5	2,67	0,23	3,43
	15	337	78	74	3,51	0,26	3,69
	16	578	73,3	154	5,44	0,84	4,53
	17	565	75,6	138	3,6	0,50	5,03
22.12.55	18	282	76,6	66,2	3,4	0,22	5,25
	19	433	71	126	0,9	0,11	5,36

- TABLEAU n° III -

2ème série de carbonatation

Précipitation des hydroxydes et consommation en CO_3Na_2

Date	N° de la carbonatation	Volume jus fort traité en m^3	Teneur en U jus fort en g/l	Poids U traité en kg	Poids U traité cumulé en kg	Consommation de CO_3Na_2 en kg	Consommation de CO_3Na_2 cumulée en kg
					Report 257		Report 8200
22.12.55	9	10	2,54	25,4	282,4	1100	9300
22.12.55	10	10	2,84	28,4	310,8	1000	10400
23.12.55	11	10	3,14	31,4	342	1100	11500
23.12.55	12	10	4,66	46,6	389	1500	13000
24.12.55	13	10	4,66	46,6	435	1300	14300
24.12.55	14	7,8	4,18	32,6	468	1300	15600
26.12.55	15	9,5	3,72	35,3	503	1300	16900
26.12.55	16	10	6,47	64,7	568	1100	18000
26.12.55	17	10	5,5	55	623	1100	19100
26.12.55	18	10	4,8	48	671	1500	20600
27.12.55	19	10	4,58	45,8	717	1400	22000
27.12.55	20	10	4,58	45,8	763	1400	23400
27.12.55	21	10	4,58	45,8	808	1400	24800
27.12.55	22	10	4,58	45,8	854	1400	26200
27.12.55	23	10	4,58	45,8	900	1400	27600
27.12.55	24	10	4,58	45,8	946	1400	29000
28.12.55	25	10	4,58	45,8	991	1400	30400
28.12.55	26	10	5,88	58,8	1050	1400	31800
28.12.55	27	10	5,88	58,8	1108	1450	33250
28.12.55	28	10	5,88	58,8	1167	1400	34650
28.12.55	29	10	5,88	58,8	1226	1400	36050
29.12.55	30	10	5,88	58,8	1285	1900	37950
29.12.55	31	10	5,6	56	1341	1400	39350
29.12.55	32	9,9	5,6	56	1397	1450	40800
29.12.55	33	10	4,18	41,8	1439	1400	42200
30.12.55	34	10	4,18	41,8	1481	1100	43300

- TABLEAU n° IV -

2ème série de carbonatation

Pertes en uranium dans les hydroxydes

Date	N° de l'hydroxyde	Poids humide en kg	H_2O en pourcentage	Poids sec en kg	Teneur en U sur sec en °/oo	Pertes en U en kg	Pertes en U cumulées en kg
							Report 5,36
22.12.1955	20	734	66,6	245	2,1	0,51	5,87
23.12.1955	21	706	73,3	189	1,78	0,33	6,20
23.12.1955	22	711	64,6	252	0,3	0,07	6,27
23.12.1955	23	812	64,3	290	1,92	0,55	6,82
24.12.1955	24	654	68	209	2,58	0,54	7,36
26.12.1955	25	645	67,5	210	0,22	0,04	7,40
26.12.1955	26	716	68,3	227	0,66	0,15	7,55
26.12.1955	27	733	64,	264	0,29	0,07	7,62
26.12.1955	28	666	64,3	238	1,5	0,35	7,97
26.12.1955	29	715	64,6	253	6,5	1,64	9,61
27.12.1955	30	698	64,6	247	6	1,48	11,10
27.12.1955	31	790	66	269	4	1,07	12,16
27.12.1955	32	659	61	257	2,4	0,61	12,80
27.12.1955	33	899	63,6	327	2,2	0,82	13,60
27.12.1955	34	626	66	213	0,96	0,20	13,80
28.12.1955	35	637	68,3	202	0,87	0,17	14
28.12.1955	36	654	65	229	2,44	0,56	14,60
28.12.1955	37	759	69	235	0,60	0,14	14,70
28.12.1955	38	748	64,6	265	0,27	0,71	15,4
28.12.1955	39	906	64	326	3,56	1,16	16,5
29.12.1955	40	705	71,3	202	25,7	5,20	21,7
29.12.1955	41	654	65,3	227	4,17	0,94	22,7
29.12.1955	42	798	60	319	1,81	0,58	23,2
29.12.1955	43	929	60	372	3,05	1,13	24,4
29.12.1955	44	591	66,6	197	1,00	0,20	24,6
30.12.1955	45	689	67,3	225	1,18	0,26	24,8

- TABLEAU n° V -

Précipitation des uranates

Perte en uranium dans les filtrats - Consommation en soude

Date	Numéro de la précipitation	Volume solution uranyl-carbonate de sodium traité en m^3	Volume filtré en m^3	Teneur en U des filtrats (pour mille)	Pertes en U en kg	Pertes en U cumulées en kg	Consommation de NaOH en kg	Consommation de NaOH cumulée en kg
17.12.55	1	10	10,9	0,048	0,52	0,52	280	280
19.12.55	2	10	10,9	0,042	0,46	0,98	460	740
19.12.55	3	10	10,9	0,036	0,39	1,37	475	1215
20.12.55	4	10	10,9	0,032	0,35	1,72	420	1635
20.12.55	5	10	10,9	0,029	0,32	2,04	360	2000
20.12.55	6	10	10,9	0,027	0,29	2,33	400	2400
21.12.55	7	10	10,9	0,040	0,44	2,75	400	2800
21.12.55	8	10	10,9	0,027	0,29	3,06	450	3250
21.12.55	9	10	10,9	0,052	0,57	3,63	410	3660
22.12.55	10	10	10,9	0,067	0,73	4,36	400	4060
22.12.55	11	10	10,9	0,058	0,63	5,00	410	4470
22.12.55	12	10	10,9	0,051	0,56	5,55	460	4930
23.12.55	13	10	10,9	0,057	0,62	6,17	420	5350
23.12.55	14	10	10,9	0,137	1,50	7,67	410	5760
24.12.55	15	10	10,9	0,030	0,32	8,00	440	6200
24.12.55	16	11	11,9	0,026	0,30	8,30	480	6680
24.12.55	17	11	11,9	0,048	0,57	8,9	480	7160
26.12.55	18	11	11,9	0,035	0,38	9,2	480	7640
26.12.55	19	11	11,9	0,034	0,37	9,6	480	8120
26.12.55	20	11	11,9	0,027	0,32	9,9	480	8600
26.12.55	21	11	11,9	0,040	0,47	10,4	480	9080
26.12.55	22	11	11,9	0,094	1,11	11,5	480	9560
27.12.55	23	11	11,9	0,034	0,40	11,9	480	10040
27.12.55	24	11	11,9	0,037	0,44	12,4	480	10520
27.12.55	25	11	11,9	0,038	0,45	12,8	480	11000
27.12.55	26	11	11,9	0,051	0,60	13,4	480	11480
27.12.55	27	11	11,9	0,039	0,46	13,9	480	11960
27.12.55	28	11	11,9	0,061	0,72	14,6	480	12440
28.12.55	29	11	11,9	0,046	0,54	15,1	480	12920
28.12.55	30	11	11,9	0,024	0,28	15,4	580	13500
28.12.55	31	11	11,9	0,030	0,36	15,8	480	13980
28.12.55	32	11	11,9	0,017	0,20	16	480	14460
28.12.55	33	11	11,9	0,028	0,33	16,3	480	14940

TABLEAU n° V (suite)

29.12.55	34	11	11,9	0,032	0,38	16,7	480	15420
29.12.55	35	11	11,9	0,027	0,32	17	480	15900
29.12.55	36	11	11,9	0,030	0,35	17,3	480	16380
29.12.55	37	11	11,9	0,032	0,38	17,7	480	16860
29.12.55	38	11	11,9	0,038	0,45	18,2	480	17340
29.12.55	39	11	11,9	0,035	0,41	18,6	480	17820
30.12.55	40	11	11,9	0,040	0,47	19,1	530	18350
30.12.55	41	11	11,9	0,037	0,44	19,5	530	18880
30.12.55	42	11	11,9	0,037	0,44	19,9	520	19400
30.12.55	43	11	11,9	0,030	0,34	20,3	540	19950

- TABLEAU n° VI -

P R O D U C T I O N

Référence de l'uranate	Date d' obtention	Poids humide en kg	H_2O (pour cent)	Poids sec en kg	Teneur en U sur sec en pourcent.	Poids d'uranium en kg	Poids d'uranium cumulé en kg
Uranate n° 1	23.12.55	689	50,6	340	55	187	187
Uranate n° 2	26.12.55	825	51	404	56	226	413
Uranate de récu-pération	27.12.55	232	51,3	113	59,9	67,7	481
Uranate n° 3	27.12.55	966	50	483	62,75	303	784
Uranate n° 4	29.12.55	975	49,3	494	61,74	305	1089
Uranate n° 5	30.12.55	655	52,3	312	62,44	191	1283

Manuscrit reçu le 20 janvier 1959.