

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

②

N° 80 25309

⑤ Procédé pour accélérer la vitesse de séparation d'une émulsion.

⑤ Classification internationale (Int. Cl.³). B 01 D 17/04; B 01 F 17/42; C 01 B 25/18;
C 01 G 43/01.

② Date de dépôt 28 novembre 1980.

③③ ③② ③① Priorité revendiquée : EUA, 5 décembre 1979, n° 100 676.

④ Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — « Listes » n° 29 du 17-1-1981.

⑦ Déposant : Société dite : WYOMING MINERAL CORP., résidant aux EUA.

⑦ Invention de : Melvin P. Weisel, Regis R. Stana et Victor J. Barnhart.

⑦ Titulaire : *Idem* ⑦

⑦ Mandataire : Bureau D. A. Casalonga, office Josse et Petit,
8, av. Percier, 75008 Paris.

Procédé pour accélérer la vitesse de séparation d'une émulsion

La présente invention se rapporte à un procédé pour accélérer la vitesse de séparation d'une émulsion.

5

Au cours du traitement des minerais de phosphate de Floride, pour produire des engrais en utilisant un procédé au mouillé, on produit de l'acide phosphorique qui contient normalement environ 0,2 gramme d'uranium par litre, soit environ 2000 tonnes de U_3O_8 dissous par an. Au cours des années 50 divers procédés ont été développés pour récupérer cet uranium, mais la découverte de grandes quantités d'uranium relativement bon marché dans l'Ouest des Etats-Unis a amené l'abandon de ces procédés. Toutefois, plus récemment l'augmentation rapide du prix de l'uranium et la croissance rapide de l'industrie des engrais phosphatés a donné un regain d'intérêt à la récupération de l'uranium contenu dans l'acide phosphorique obtenu au cours du procédé au mouillé. Le premier procédé important utilisé à cette fin était basé sur l'utilisation de l'acide pyrophosphorique comme agent d'extraction. Il consiste à dissoudre l'agent d'extraction dans le kérosène et à les incorporer à la solution aqueuse d'acide phosphorique, transférant ainsi, par extraction, l'uranium dans le kérosène. Le principal inconvénient de ce procédé est que la phase aqueuse et le kérosène ont tendance à former une émulsion qui ne se sépare que très lentement. C'est la raison pour laquelle ce procédé a été abandonné en faveur d'un autre utilisant une combinaison d'acide di(2-éthylhexyl) phosphorique (D2EHPA) associé à l'oxyde trioctyl-phosphine comme agent d'extraction. Cet agent présente un plus faible coefficient d'extraction que l'acide pyrophosphorique, mais il ne forme pas d'émulsion et les phases aqueuse et kérosène se séparent rapidement, ce qui compense son coefficient d'extraction inférieur.

35 Dans le brevet américain N° 3 154 376, il est préconisé

d'ajouter de la gélatine à l'émulsion qui se forme pendant l'extraction de l'uranium afin d'abréger la durée de la séparation des phases.

- 5 Dans les brevets américains 3 306 714 et 3 278 277 on utilise des composés de polyoxyéthylène pour accélérer la précipitation d'humates solubilisés et de silice afin de rendre des émulsions moins stables.
- 10 Selon la présente invention, un procédé pour accélérer la vitesse de séparation d'une émulsion d'huile dans l'eau ou d'eau dans l'huile consiste à déterminer l'indice HLB de ladite émulsion et on ajoute à celle-ci un agent tensio-actif ayant un indice HLB opposé.
- 15 Ainsi, on peut utiliser l'acide pyrophosphorique et du fait de son coefficient d'extraction plus élevé, on peut récupérer économiquement une quantité sensiblement plus grande d'uranium. Etant donné que le procédé de l'invention ne consomme que très
- 20 peu d'agent tensio-actif, il est économique et n'exige pas beaucoup de matériel supplémentaire.

L'invention s'applique aussi bien aux émulsions d'huile dans l'eau qu'aux émulsions d'eau dans l'huile quelles que soient

25 les proportions. Toutefois, normalement l'émulsion comprend environ 25 à 55 % parties en poids d'eau et environ 45 à 75 parties en poids d'huile. De plus, étant donné que l'invention est utilisée dans un procédé d'extraction de l'uranium, l'émulsion peut contenir, en poids, de 25 à 75 parties d'acide phosphorique ou sulfurique, de 25 à 50 parties d'acide pyrophosphorique et jusqu'à 1 partie de U_3O_8 . Bien que la phase oléagineuse puisse être représentée par pratiquement n'importe

30 quel solvant organique, on utilise dans la plupart des procédés d'extraction de l'uranium le kérosène car il est relativement

35 bon marché. La quantité d'agent tensio-actif utilisée est d'au

moins 0,01 % en poids (en se basant sur le poids total de la composition), car une quantité moindre n'a que très peu d'effet. Par ailleurs, on n'utilise pas plus d'environ 1 % d'agent tensio-actif car il pourrait en résulter la formation d'une émulsion du type opposé. La quantité préférée se situe entre 0,01 et 0,5 %. On peut ajouter l'agent tensio-actif avant la formation de l'émulsion, pendant ou après, mais il est préférable de l'incorporer pendant la mixtion des deux phases, ceci facilitant la séparation ultérieure.

10

Pour mettre l'invention en pratique, il est d'abord nécessaire de déterminer l'indice HLB (hydrophobic-lipophobic balance), c'est-à-dire l'indice ou le rapport eau/lipides de l'émulsion. Cet indice, désigné ici et dans ce qui suit par HLB, peut être obtenu en déterminant s'il s'agit d'une émulsion d'huile dans l'eau ou d'une émulsion d'eau dans l'huile car les premières ont un indice HLB de 3 à 7, tandis que les secondes ont un indice compris entre 7 et 18. Pour déterminer s'il s'agit d'une émulsion d'huile dans l'eau ou d'eau dans l'huile, on peut mesurer sa résistance électrique. Une résistance inférieure à 1000 ohms indique qu'il s'agit d'une émulsion d'huile dans l'eau, tandis qu'une résistance supérieure à 1000 ohms indique qu'on a affaire à une émulsion d'eau dans l'huile. En variante, on peut déterminer la nature de l'émulsion en appliquant une tension continue de 200 volts sous une intensité de 40 milliampères aux bornes de 25 mm d'émulsion. Si un courant s'établit, il s'agit d'une émulsion d'huile dans l'eau, dans le cas contraire on a affaire à une émulsion d'eau dans l'huile. Lorsqu'on a déterminé l'indice HLB de l'émulsion, on sélectionne un agent tensio-actif ayant un indice HLB opposé. C'est ainsi, par exemple, qu'en supposant que l'indice HLB de l'émulsion est compris entre 3 et 7, on choisira un agent tensio-actif dont l'indice HLB est compris entre 7 et 18. Inversement, lorsque l'indice HLB de l'émulsion est compris entre 7 et 18, on adoptera un agent tensio-actif ayant un indice HLB compris

35

entre 3 et 7. L'agent tensio-actif choisi peut être de nature non-ionique, anionique ou cationique. A l'heure actuelle il n'est pas possible de déterminer lequel de ces trois types d'agents tensio-actifs permet de maximiser la séparation de l'émulsion autrement qu'en les essayant tous les trois.

L'exemple qui va suivre, qui n'a bien entendu aucun caractère limitatif, fera mieux comprendre les particularités de l'invention.

EXEMPLE

10 On prépare un mélange de 7,5 g de P_2O_5 , de 13,7 g de 1-octanol et de 83 g de kérosène. Ce mélange produit de l'acide octyl-phosphorique ($C_8H_{21}P_2O_7$) dans le kérosène. On incorpore dans une partie de ce mélange une partie d'une solution aqueuse à 54 % d'acide phosphorique (Texigulf) contenant de petites quantités
 15 d'uranium et soit on n'y ajoute pas d'agent tensio-actif, soit 0,4 % ou 0,8 % d'un tel agent afin de produire une émulsion d'eau dans l'huile. L'agent tensio-actif utilisé était un glycéride de polyoxyéthylène commercialisé sous la marque "Tween 20" par la Société américaine Imperial Chemical Industries. On
 20 a ensuite mesuré le temps nécessaire pour obtenir différents pourcentages de séparation. Les résultats obtenus ont été inscrits dans le tableau ci-après.

		<u>% de séparation</u>		
<u>Temps écoulé après la mixtion</u>		<u>Quantité d'agent tensio-actif</u>		
	(Minutes)	0	0,4 %	0,8 %
25	0,0	0		
	0,7		40	
	0,9			20
	1,0		80	
30	1,5		90	40
	2,0		100	60
	2,5			80
	3,5			100
	7,5	20		
35	9,0	30		

Le tableau ci-dessus indique qu'on a obtenu une séparation à 100 % en l'espace de 20 minutes en utilisant 0,4 % d'agent tensio-actif et en 35 minutes en utilisant 0,8 % d'agent. Par contre, sans agent tensio-actif la séparation n'atteint que 30 % après 90 minutes. Le fait qu'avec 0,4 % d'agent tensio-actif la séparation est plus rapide qu'avec 0,8 % indique que 0,4 % est plus près de la quantité optimale et que l'utilisation de 0,8 % d'agent tensio-actif a pour effet de former une petite quantité d'émulsion du type opposé.

REVENDEICATIONS

1. Procédé pour accélérer la vitesse de séparation d'une émulsion d'huile dans l'eau ou d'eau dans l'huile, caracté-
5 risé en ce que l'on détermine l'indice HLB, c'est-à-dire le rapport des phases huile/eau de ladite émulsion, après quoi on ajoute à celle-ci un agent tensio-actif ayant un indice HLB opposé.
- 10 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on obtient l'indice HLB en déterminant s'il s'agit d'une émulsion d'huile dans l'eau ou d'une émulsion d'eau dans l'huile et on utilise un indice HLB compris entre 3 et 7 dans le premier cas et un indice HLB compris entre 7 et 18 dans le second.
- 15 3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'on identifie la nature de l'émulsion en mesurant sa résistance électrique, une résistance inférieure à 1000 ohms indiquant qu'il s'agit d'une émulsion d'huile dans l'eau, tandis qu'une
20 résistance supérieure à 1000 ohms indique qu'on a affaire à une émulsion d'eau dans l'huile.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la quantité d'agent tensio-actif utilisée
25 est comprise entre 0,01 et 1 %.
5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'émulsion comprend, en poids, 25 à 55 parties d'eau et envi-
30 ron 45 à 75 parties de kérosène.
6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'émulsion contient, en poids, de 25 à 75 parties d'acide phosphorique ou sulfurique, de 25 à 50 parties d'acide pyro-
35 phosphorique et jusqu'à 1 % de U_3O_8 .

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que l'émulsion est une émulsion d'eau dans l'huile et en ce que l'agent tensio-actif est un glycéride de polyoxyéthylène non-ionique dans une proportion comprise entre 0,01 et 0,5 %.

5

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'on ajoute l'agent tensio-actif avant ou pendant la formation de l'émulsion.