

A2

**DEMANDE
DE CERTIFICAT D'ADDITION**

⑫

N° 81 07857

Se référant : au brevet d'invention n° 77 30176 du 30 septembre 1977.

⑤④ Procédé d'extraction de l'arsenic à partir de solutions contenant des carbonate, sulfate, éventuellement de l'hydroxyde, alcalins, ainsi que l'un au moins des métaux vanadium, uranium et molybdène.

⑤① Classification internationale (Int. Cl. 3). C 01 G 28/02.

⑫② Date de dépôt..... 15 avril 1981.

③③ ③② ③① Priorité revendiquée :

④① Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 42 du 22-10-1982.

⑦① Déposant : URANIUM PECHINEY UGINE KUHLMANN, résidant en France.

⑦② Invention de : Pierre Maurel.

⑦③ Titulaire : *Idem* ⑦①

⑦④ Mandataire : Michel Gaucherand, Péchiney Ugine Kuhlmann,
28, rue de Bonnel, 69433 Lyon Cedex 03.

Certificat(s) d'addition antérieur(s) : 1°, n° 80 07877; 2°, n° 80 07878.

PROCEDE D'EXTRACTION DE L'ARSENIC A PARTIR DE SOLUTIONS CONTENANT DES CARBONATE, SULFATE, EVENTUELLEMENT DE L'HYDROXYDE, ALCALINS, AINSI QUE L'UN AU MOINS DES METAUX VANADIUM, URANIUM ET MOLYBDENE.

- 5 La présente invention, addition au brevet principal n° 2 404 601, relatif à un procédé de purification de solutions contenant des carbonate, sulfate, hydroxyde ou hydrogénocarbonate alcalins, ainsi que l'un au moins des métaux vanadium, uranium, molybdène et des impuretés minérales et/ou organiques, concerne une épuration sélective en
10 matières arsénicales contenues.

- Dans le brevet principal n° 2 404 601, la demanderesse a décrit un procédé d'épuration de solutions contenant des carbonate, sulfate, hydroxyde et/ou hydrogénocarbonate de sodium, et l'un au moins des
15 métaux appartenant au groupe constitué par le vanadium, l'uranium et le molybdène sous forme de sel de sodium.

- Ces solutions provenaient d'un cycle d'attaque d'un minerai uranifère ou vanadifère pouvant également contenir du molybdène, après précipitation et séparation du métal à valoriser selon une méthode connue.
20

- Ainsi, dans le cas d'un minerai uranifère par exemple, le minerai étant attaqué par une liqueur de carbonate et/ou bicarbonate de sodium, l'uranium solubilisé, présent dans la liqueur après attaque, était
25 usuellement précipité sous forme d'uranate de sodium. Cet uranate de sodium pouvait être transformé par des moyens connus, tels que par exemple :

- soit en uranate d'ammonium cristallisé par une transposition sulfonammonique qui consistait à traiter l'uranate de sodium par une solution de sulfate d'ammonium,
30
- soit par redissolution sulfurique et précipitation du peroxyde d'uranium par introduction d'eau oxygénée.

- Quel que soit le mode de précipitation et de séparation de l'uranium,
35 ces opérations conduisaient à l'obtention de solutions contenant du carbonate de sodium, du sulfate de sodium, de la soude libre ou de l'hydrogénocarbonate de sodium, qui devaient être purifiés avant d'être

-2-

recyclées à l'attaque du minéral.

C'est dans cet esprit que la demanderesse avait décrit dans le brevet principal n° 2 404 601 un procédé de purification des solutions précipitées qui se caractérisait en ce que l'on traitait lesdites solutions à une température au plus égale à l'ébullition, par une quantité de chaux comprise entre 0,1 et 20 fois la quantité stœchiométrique nécessaire pour transformer en hydroxyde de sodium les carbonates et hydrogénocarbonates présents, sans tenir compte de la quantité de chaux nécessaire pour précipiter les composés métalliques de calcium insolubles, puis en ce que l'on effectuait la séparation et le lavage d'un premier précipité contenant pour l'essentiel du carbonate de calcium et un mélange d'autres sels organiques et inorganiques de calcium et d'une liqueur qui s'était enrichie en hydroxyde de sodium, en ce que l'on concentrait par évaporation le mélange de ladite liqueur et de la liqueur de lavage du premier précipité jusqu'à une teneur en hydroxyde de sodium au plus égale à 50 % pour provoquer l'obtention d'un deuxième précipité, en ce que l'on séparait les cristaux de ce deuxième précipité de leur liqueur-mère riche en hydroxyde de sodium et en ce que l'on récupérait ladite liqueur riche en hydroxyde de sodium.

Dans ce procédé, le deuxième précipité était essentiellement constitué par du sulfate de sodium, qui était extrait du cycle du traitement.

Après qu'il ait été sorti dudit cycle de traitement, le sulfate de sodium pouvait être soit valorisé dans des applications industrielles, soit stocké en un lieu approprié tel que zones de remblaiement, anciennes carrières, etc... soit encore rejeté dans les voies naturelles d'évacuation telles que les rivières et fleuves.

Mais, il arrive que ces solutions provenant d'un cycle d'attaque de minerais vanadifères ou uranifères contiennent également, comme impuretés particulièrement gênantes, de l'arsenic solubilisé sous la forme d'arséniate alcalin, dont la solubilité est d'autant plus grande dans ce milieu que celui-ci est moins concentré en hydroxyde.

Dès lors que le procédé de purification décrit dans le FR. 2 404 601

-3-

est appliqué aux solutions précitées, contenant également de l'arsenic, la demanderesse, pour éviter les inconvénients relatifs à la production du sel double $2\text{Na}_2\cdot\text{SO}_4\cdot\text{Na}_2\text{CO}_3$, lors de l'évaporation de liqueur résultant d'une caustification préalable incomplète, a été conduite à utiliser

5 une quantité de chaux supérieure à la quantité stœchiométrique pour précipiter les carbonate, arséniate et autres sels organiques, sous la forme d'un premier précipité constitué pour l'essentiel de carbonate de calcium et d'un mélange de sels organiques et inorganiques de calcium dont l'arséniate.

10

Mais, malgré sa faible solubilité, l'arséniate de calcium, présent dans l'effluent solide constitué par ce premier précipité, peut être un élément polluant pour l'environnement et nécessiter des précautions particulières et coûteuses pour son stockage du fait qu'il est en mélange

15 avec les autres sels éliminés. Il apparaît donc souhaitable et intéressant d'extraire sélectivement l'arsenic sous une forme permettant, ou bien sa valorisation, ou bien un stockage aisé et non polluant, ou encore de le transformer en arséniate de fer dont le stockage sans précaution particulière est admis par la législation en raison de son extrême

20 insolubilité.

25

C'est pourquoi, poursuivant ses recherches en ce domaine, la demanderesse a maintenant trouvé qu'il était possible de réaliser l'extraction de l'arsenic suivant un procédé nouveau qui évite les inconvénients précités.

30

35

Le procédé selon l'invention d'extraction de l'arsenic de solution aqueuse à épurer contenant des carbonate, sulfate, hydroxyde ou hydrogénocarbonate alcalins, et pouvant également contenir l'un au moins des

30 métaux vanadium, uranium et molybdène, qui comporte une caustification desdites solutions au moyen de la chaux pour transformer les carbonates en hydroxydes alcalins, puis la séparation d'une liqueur enrichie en hydroxyde alcalin et du précipité contenant pour l'essentiel du carbonate de calcium qui est soumis à un lavage, la concentration par évaporation

35 du mélange de la liqueur riche en hydroxyde alcalin et de la liqueur de lavage de ce précipité jusqu'à l'obtention d'un autre précipité constitué par du sulfate alcalin, se caractérise par le fait que la caustifi-

cation desdites solutions s'effectue en deux étapes :

- a) la première étape consistant à traiter lesdites solutions par une quantité de chaux proche, mais toujours inférieure à la quantité stoéchiométrique nécessaire pour transformer en hydroxyde alcalin les seuls carbonates présents,
- b) la deuxième étape consistant, après séparation et lavage du premier précipité, à traiter la liqueur constituée par les effluents liquides de la première étape, par au moins la quantité stoéchiométrique de chaux nécessaire pour précipiter l'arsenic en solution et les ions $\text{CO}_3^{=}$ encore présents.

Comme celà a déjà été exprimé dans le brevet n° 2 404 601, les concentrations en sulfate, carbonate, hydroxyde, hydrogénocarbonate alcalins, en l'absence d'hydroxyde et en composés alcalins d'au moins un des métaux du groupe constitué par l'uranium, le molybdène et le vanadium, ne sont pas critiques.

Leurs teneurs relatives peuvent varier dans de larges proportions sans gêner la bonne marche du procédé selon l'invention.

Les composés alcalins, tels que sulfate, carbonate, hydroxyde ou hydrogénocarbonate, sont ceux de sodium, de potassium et d'ammonium.

Pour la suite de la description du procédé selon l'invention, il ne sera fait référence qu'aux seuls composés du sodium, étant entendu que les composés du potassium et d'ammonium peuvent être traités de la même manière.

Dans ses caractéristiques essentielles, le nouveau procédé d'élimination de l'arsenic contenu dans les solutions à épurer provenant du traitement de minerai vanadifère, uranifère et/ou molybdénifère, comporte les phases suivantes dont certaines ont déjà été décrites dans le brevet principal.

- a) La première étape de caustification des solutions à épurer renfermant des carbonate, sulfate, hydroxyde ou hydrogénocarbonate et arséniate alcalins, consistant à les traiter par une quantité de chaux proche

de la stœchiométrie, mais toujours inférieure à celle-ci et préférentiellement comprise entre 0,80 et 0,98 fois la quantité stœchiométrique nécessaire pour transformer en hydroxyde alcalin les seuls carbonates présents.

5

b) La séparation d'un premier précipité imprégné d'eau -mère et constitué essentiellement de carbonate de calcium et d'une liqueur enrichie en hydroxyde alcalin et contenant les arséniate et sulfate alcalins.

10 c) Le lavage de ce premier précipité permettant d'extraire la liqueur d'imprégnation en donnant des eaux de lavage.

d) La jonction de la liqueur résultant de la séparation du premier précipité avec les eaux de lavage de celui-ci, ce mélange constituant la
15 solution soumise à la deuxième étape de caustification.

e) La deuxième étape de caustification consistant à traiter la solution, mélange des effluents liquides de la première étape, par au moins la quantité stœchiométrique de chaux nécessaire pour précipiter l'arsenic
20 en solution.

f) La séparation du précipité d'arséniate de calcium imprégné d'eau-mère et de la liqueur alcaline contenant notamment des sulfate et hydroxyde alcalins.

25

g) Le lavage éventuel du précipité d'arséniate de calcium par de l'eau ou par une liqueur de recyclage.

h) La jonction de la liqueur résultant de la séparation du précipité d'arséniate de calcium avec les eaux de lavage dudit précipité, ce mélange constituant la solution soumise à la concentration.

30

i) La concentration par évaporation de la liqueur résultant du mélange jusqu'à l'obtention d'un troisième précipité, constitué pour l'essentiel par du sulfate alcalin.

35

j) La séparation des cristaux de ce troisième précipité, imprégné d'une

liqueur-mère, riche en hydroxyde alcalin.

k) Le lavage du troisième précipité avec recyclage des eaux de lavage à la concentration.

5

l) La récupération de la liqueur riche en hydroxyde alcalin.

La température correspondante du traitement de caustification est au plus égale à la température d'ébullition de la liqueur traitée. Elle se
10 situe donc entre 20°C et 100°C mais, de préférence, entre 50°C et 97°C, la précipitation et la filtrabilité du résidu obtenu étant, dans la majorité des cas, améliorées quand la température de caustification est proche de la température d'ébullition.

15 La quantité de chaux utilisée dans la deuxième étape de caustification est déterminée à partir des quantités d'arséniate, de carbonate résiduel non transformé lors de la première étape de caustification, ainsi que des autres sels organiques et/ou inorganiques susceptibles d'être précipités par la chaux, qui sont présentes dans la liqueur soumise à cette
20 deuxième caustification. Cette quantité de chaux est généralement comprise entre 1 et 20 fois, mais de préférence, entre 1,2 et 5 fois la quantité stoechiométrique pour précipiter les arséniate, carbonate résiduel et les autres sels organiques et/ou inorganiques encore présents.

25 La liqueur contenant l'hydroxyde alcalin et provenant de la deuxième étape de caustification, est soumise à une concentration par évaporation jusqu'à l'obtention d'une concentration en hydroxyde alcalin d'au plus 50 % et telle que la teneur résiduelle en sulfate alcalin de la liqueur après évaporation soit réglée à la valeur désirée comme cela a
30 été exprimé dans le brevet principal.

Comme la liqueur-mère récupérée, riche en hydroxyde alcalin, renferme encore des impuretés, il peut être souhaitable d'effectuer un traitement de ladite liqueur en vue d'en extraire les éléments tels que le
35 molybdène, les matières organiques et autres, gênants pour son utilisation ultérieure.

De même, ladite liqueur-mère peut subir un traitement de transformation

avant d'être utilisée dans le cycle de fabrication.

5 Selon une première variante permettant l'élimination du molybdène, ce métal peut être précipité de manière connue, par exemple sous forme d'un sulfure de molybdène par l'acidification de la liqueur-mère alcaline et l'addition d'un sulfure alcalin en excès par rapport à la quantité stœchiométrique nécessaire.

10 Selon une deuxième variante permettant d'extraire les matières organiques, la liqueur-mère alcaline est traitée de manière connue, par exemple :

- soit par un composé de baryum en mettant à profit la faible solubilité des organates de baryum dans le milieu sodique. Le composé du baryum est introduit en quantité au moins égale à la quantité stœchiométrique nécessaire pour permettre la précipitation et l'élimination par séparation des organates de ce métal,
- 15 - soit par du bioxyde de sodium provoquant la dégradation "in situ" des matières organiques,
- soit par de l'eau oxygénée provoquant cette même dégradation,
- 20 - soit, enfin, par passage de ladite liqueur sur du charbon actif ayant la propriété connue de retenir les éléments organiques présents dans la liqueur-mère traitée.

25 Selon une troisième variante, la liqueur-mère alcaline peut être partiellement, ou en totalité, carbonatée par sa mise en contact avec du gaz carbonique selon des moyens connus, par exemple par insufflation d'un large excès de ce gaz.

30 D'après les caractéristiques de la liqueur-mère alcaline à la sortie de l'évaporation et les usages à laquelle cette liqueur purifiée est destinée, il est possible d'utiliser soit l'une ou l'autre de ces variantes, soit de les combiner partiellement ou totalement.

35 La figure 1 est une représentation schématique du procédé selon l'invention indiquant en traits pleins le circuit utilisé lorsque l'on désire éliminer sélectivement les seuls carbonate de calcium, arséniate de calcium et sulfate de sodium et, en traits pointillés, les circuits

pour réaliser sur la liqueur-mère riche en soude, soit une purification complémentaire du molybdène et/ou matières organiques, soit une carbonatation, en pratiquant la variante précitée destinée à cet effet, soit en réalisant un traitement complet par la pratique successive des variantes décrites précédemment.

Les solutions alcalines à traiter L_e , ainsi que la chaux nécessaire pour la première étape de caustification, sont introduites en (A) par Q et par R.

La bouillie ainsi obtenue, après traitement par la chaux, est introduite dans la zone (B) où l'on effectue la séparation d'un gâteau S_1 et d'une liqueur L_1 .

Le gâteau S_1 , introduit en (C), est lavé au moyen d'une quantité d'eau appropriée. Les eaux de lavage L_2 , ainsi extraites, sont mélangées à la liqueur L_1 en formant la liqueur L_3 .

Le gâteau S_2 résultant, extrait de (C), est essentiellement constitué par du carbonate de calcium.

La liqueur L_3 , formée par le mélange des liqueurs L_1 et L_2 , est conduite en (AK) où est effectuée la deuxième étape de caustification par introduction de la quantité de chaux appropriée.

La bouillie obtenue après ce traitement est introduite dans la zone (AL) où l'on effectue la séparation d'un gâteau S_{32} et d'une liqueur L_{32} . Le gâteau S_{32} introduit en (AM) est lavé au moyen d'une quantité d'eau appropriée. Les eaux de lavage L_{33} , ainsi extraites, sont mélangées à la liqueur L_{32} en formant la liqueur L_{34} . Le gâteau S_{33} résultant, extrait de (AM), est essentiellement constitué par de l'arséniate de magnésium.

La liqueur L_{34} , formée par le mélange des liqueurs L_{32} et L_{33} , est conduite en (D) où s'effectue une concentration en soude libre par évaporation d'eau, en provoquant la précipitation de sulfate de sodium. La bouillie L_4 , sortant de la concentration, est introduite en (E) où

-9-

l'on réalise la séparation d'une liqueur L_5 et d'un gâteau S_5 .

Le gâteau S_5 , essentiellement constitué par du sulfate de sodium, est entraîné en (F) où il subit un rinçage soit par de l'eau, soit par une solution saturée en sulfate de sodium, avec recyclage de la liqueur de rinçage L_6 en (D).

Le gâteau S_6 , imprégné de la liqueur de rinçage, peut être sorti du cycle de traitement par (K), ou bien être en partie introduit avec de l'eau en (G) où s'effectue la préparation de la solution de rinçage L_7 destinée à être utilisée en (F).

La liqueur L_5 , riche en soude libre, provenant de (E), peut contenir en solution des impuretés telles que, par exemple, du molybdène, des sels organiques et inorganiques divers qu'il peut être souhaitable d'éliminer.

Si l'on désire éliminer le molybdène de cette liqueur L_5 , celle-ci est introduite en (H) avec la quantité nécessaire de Na_2S . La bouillie ainsi obtenue est introduite en (S) où s'effectue la séparation de la phase solide constituée par du sulfure de molybdène qui est éliminé et de la phase L_7 qui peut être recueillie en (U) ou bien recyclée dans un autre stade du procédé tel que (I) ou (J).

Si l'on désire éliminer de la liqueur L_5 les matières organiques présentes, ladite liqueur est introduite en (I) avec, par exemple, une quantité adéquate d'un composé de baryum, provoquant la précipitation des organates de baryum. La bouillie provenant de (I) est alors introduite en (T) où l'on réalise la séparation d'un gâteau S_8 et d'une liqueur L_8 qui peut être recueillie en (V), ou encore, recyclée dans un autre stade du procédé tel que (J) par exemple.

De même, s'il est souhaitable de carbonater la liqueur L_5 , riche en soude libre, cette liqueur est introduite en (J) pour y subir la carbonatation par insufflation de CO_2 . La bouillie obtenue peut être utilisée telle que produite ou encore traitée en (M) pour séparer le gâteau S_9 constitué par du carbonate et/ou bicarbonate de sodium et une

liqueur carbonatée L_9 qui peut être recueillie en (N) ou recyclée en (J).

5 Mais, il est bien évident que la liqueur L_5 , riche en soude libre, peut subir successivement deux des trois traitements précités selon les impuretés qu'il est souhaitable d'éliminer et selon les usages auxquels cette liqueur est destinée après purification. Par exemple, peuvent être combinées en série les éliminations du molybdène et des ma-
10 tières organiques : dans ce cas, une partie aliquote de la totalité de la liqueur L_7 , provenant de l'épuration en molybdène (S) est introduite en (I) puis (T) pour y subir l'épuration en matières organiques. Inversement, l'épuration en matières organiques peut précéder l'épuration en molybdène. On peut également réaliser successivement l'élimination des matières organiques et une carbonatation de la li-
15 queur : dans ce cas, une partie aliquote ou la totalité de la liqueur L_8 provenant de (T), où s'est effectuée l'élimination des matières organiques est introduite en (J) pour y subir la carbonatation souhaitée.

20 Le procédé selon l'invention est remarquable par sa souplesse d'adaptation. Cela est très important car, si la présence de sulfate de sodium dans les solutions à épurer est générale, ainsi d'ailleurs que celle du carbonate de sodium, les autres constituants présents peuvent varier qualitativement et quantitativement selon l'origine des solutions à traiter. Ainsi, le procédé se révèle particulièrement intéressant à
25 l'égard de l'environnement, grâce à l'absence de rejets liquides dans la nature.

De plus, ce procédé présente d'autres avantages parmi lesquels on peut citer tout d'abord la possibilité de recycler une solution con-
30 centrée de NaOH libre, ou encore une solution de carbonate de sodium, éventuellement une suspension de ce sel, voire même du carbonate et/ou bicarbonate de sodium à l'état solide, mais aussi de pouvoir régler à la demande la quantité de sulfate de sodium recyclée, ainsi que les teneurs en impuretés (molybdène, matières organiques, vanadium ...).

35

Les avantages du procédé selon l'invention seront beaucoup plus perceptibles grâce à l'exemple donné à titre illustratif.

EXEMPLE

On a traité selon le procédé de l'invention, une solution prélevée à la fin d'un cycle d'attaque d'un minerai uranifère, après la précipitation et la séparation de l'uranate de sodium, et renfermant de l'arsenic.

Dans les compositions qui sont précitées tout au long de l'exemple, les masses des différents constituants sont exprimées en kg avec usage d'une seule décimale, hormis les cas de l'arsenic, de l'uranium et du molybdène, pour lesquels les masses sont exprimées jusqu'à la troisième décimale. Les cumuls des divers constituants sont arrondis à la décimale la plus proche.

La solution Le avait la composition suivante, en masses :

15	NaOH	2,5	kg
	Na ₂ CO ₃	14,6	kg
	Na ₂ SO ₄	12,0	kg
	Arsenic	1,676	kg
	Uranium	0,009	kg
20	Molybdène	2,635	kg
	H ₂ O et divers	320,3	kg

353,7 kg de cette solution ont été introduits en (A), pour réaliser la première étape de caustification, au moyen de 11,3 kg de chaux, représentant une quantité légèrement insuffisante pour réaliser la précipitation totale du CO₃⁼ présent par chauffage et maintien à 95°C pendant un temps d'environ trois heures.

La bouillie obtenue était alors transvasée en (B) où s'opérait la séparation des phases solide S₁ et liquide L₁.

La liqueur L₁ représentait une masse de 338,5 kg et avait la composition suivante, en masses :

35	NaOH	12,1	kg
	Na ₂ CO ₃	1,3	kg
	Na ₂ SO ₄	11,6	kg
	Arsenic	1,619	kg

-12-

Uranium	0,009	kg
Molybdène	2,545	kg
H ₂ O + divers	309,3	kg

- 5 Le gâteau S₁ était ensuite rincé en (C) par 25 kg d'eau. Les eaux-mères qui imprégnaient le gâteau S₁ étaient ainsi extraites et jointes à la liqueur L₁ provenant de la séparation (B).

- 10 Le gâteau S₂, qui avait une masse de 19,2 kg, avait la composition suivante exprimée en masses :

CaCO ₃	12,55	kg
H ₂ O imprégnation et divers	6,65	kg

- 15 La liqueur L₃, constituée par le mélange des liqueurs L₁ et L₂, représentait une masse de 370,8 kg et avait la composition suivante exprimée en masses :

	NaOH	12,5	kg
	Na ₂ CO ₃	1,3	kg
20	Na ₂ SO ₄	12,0	kg
	Molybdène	2,635	kg
	Uranium	0,009	kg
	Arsenic	1,676	kg
	Eau et divers	340,7	kg

25

- Elle était introduite en (AK) pour réaliser la deuxième étape de caustification au moyen de 47 kg de chaux en vue de réaliser la précipitation de la faible quantité résiduelle de CO₃⁼, ainsi que la précipitation de l'arséniate de calcium, par chauffage et maintien à 90°C pendant une durée d'environ 1 heure.

30

La bouillie obtenue était alors transvasée en (AL) où s'opérait la séparation des phase solide S₃₂ et liquide L₃₂.

- 35 La liqueur L₃₂ représentait une masse de 363,9 kg et avait la composition suivante, exprimée en masses :

-13-

	NaOH	15,2	kg
	Na ₂ SO ₄	11,8	kg
	Arsenic	0,496	kg
	Uranium	0,009	kg
5	Molybdène	2,597	kg
	H ₂ O et divers	333,8	kg

Le gâteau S₃₂ était ensuite rincé en (AM) par 10 kg d'eau. La liqueur-mère, qui imprégnait le gâteau S₃₂, était ainsi extraite et jointe à la liqueur L₃₂ provenant de la séparation.

Le gâteau S₃₃, qui avait une masse de 10,7 kg, avait la composition suivante, exprimée en masses :

	Arsenic	1,174	kg
15	CaCO ₃	1,23	kg
	H ₂ O et divers	8,30	kg

La liqueur L₃₄, constituée par le mélange des liqueurs L₃₃ et L₃₂, représentait une masse de 374,8 kg et avait la composition suivante, exprimée en masses :

	NaOH	15,4	kg
	Na ₂ SO ₄	12,0	kg
	Uranium	0,009	kg
	Molybdène	2,588	kg
25	Arsenic	0,503	kg
	Eau + divers	344,3	kg

Elle était conduite en (D) où s'effectuait une concentration par évaporation de 316,7 kg d'eau.

La bouillie sortant de (D) était transvasée en (E) où s'effectuait la séparation d'un gâteau S₅ et d'une liqueur L₅.

Le gâteau S₅ était ensuite soumis à un rinçage en (F) par 12,0 kg d'une liqueur renfermant 10,0 kg d'eau et 2,0 kg de Na₂SO₄ en donnant un gâteau S₆. La liqueur de lavage L₆ était recyclée en (D) pour y subir la concentration.

-14-

Le gâteau S_6 représentait une masse de 23,2 kg et avait la composition suivante exprimée en masses :

5	NaOH	1,3	kg
	Na_2SO_4	13,5	kg
	Molybdène	1,395	kg
	Arsenic	0,043	kg
	Eau + divers	6,9	kg

La liqueur L_5 , provenant de la séparation (E) représentait une masse de 47,0 kg et avait la composition suivante, exprimée en masses :

10	NaOH	14,1	kg
	Na_2SO_4	0,5	kg
	Uranium	0,008	kg
	Molybdène	1,240	kg
	Arsenic	0,460	kg
15	H_2O + divers	30,7	kg

A la sortie de (E), la liqueur L_5 était utilisée, pour une partie, pour la précipitation de l'uranate de sodium et était soumise, pour l'autre partie, à une carbonatation avant d'être recyclée à l'attaque du minerai.

La liqueur de lavage L_6 , provenant de (F), et recyclée en (D), représentait une masse de 13,8 kg et avait la composition suivante en masses :

25	NaOH	1,3	kg
	Na_2SO_4	1,6	kg
	Molybdène	0,115	kg
	Uranium	0,001	kg
	Arsenic	0,043	kg
30	H_2O + divers	10,7	kg

REVENDEICATIONS

- 1°/ - Procédé d'extraction de l'arsenic de solutions aqueuses à épurer, selon la revendication 1 du brevet n° 2 404 601, contenant des carbonate, sulfate, hydroxyde ou hydrogénocarbonate et arséniate alcalins, ainsi que, principalement, l'un au moins des métaux appartenant au groupe constitué par le vanadium, l'uranium et le molybdène, sous la forme de sels alcalins, et des impuretés minérales et/ou organiques, qui comporte la caustification desdites solutions au moyen de la chaux pour transformer les carbonates en hydroxydes alcalins, puis la concentration par évaporation des effluents liquides issus de la caustification jusqu'à l'obtention d'un précipité constitué pour l'essentiel par du sulfate alcalin, caractérisé en ce que la caustification desdites solutions s'effectue en deux étapes :
- a) la première étape consistant à traiter lesdites solutions par une quantité de chaux proche, mais toujours inférieure à la quantité stœchiométrique nécessaire pour transformer en hydroxyde alcalin les seuls carbonates présents,
- b) la deuxième étape consistant, après séparation et lavage du premier précipité, à traiter la liqueur constituée par les effluents liquides de la première étape, par au moins la quantité stœchiométrique nécessaire pour précipiter l'arsenic en solution et les ions $\text{CO}_3^{=}$ encore présents.
- 2°/ - Procédé d'extraction de l'arsenic selon la revendication 1, caractérisé en ce que les carbonate, sulfate, hydroxyde et/ou hydrogénocarbonate et arséniate alcalins, sont ceux de sodium, de potassium et d'ammonium.
- 3°/ - Procédé d'extraction de l'arsenic selon la revendication 1, caractérisé en ce que la quantité de chaux introduite dans la première étape de caustification est préférentiellement comprise entre 0,80 et 0,98 fois, la quantité stœchiométrique nécessaire pour transformer en hydroxyde alcalin les seuls carbonates présents.
- 4°/ - Procédé d'extraction de l'arsenic selon les revendications 1 et 3, caractérisé en ce que la quantité de chaux introduite dans la

deuxième étape de caustification généralement comprise entre 1 et 20 fois, mais préférentiellement entre 1,2 et 5 fois la quantité stœchiométrique pour précipiter les arséniate, carbonate résiduel et les autres sels organiques et/ou inorganiques présents.

5

5°/ - Procédé d'extraction de l'arsenic selon la revendication 1, caractérisé en ce que la température de caustification dans l'une et l'autre étape est au plus égale à la température d'ébullition de la liqueur traitée et, de préférence, comprise entre 50°C et 97°C.

10

6°/ - Procédé d'extraction de l'arsenic selon la revendication 1, caractérisé en ce que la liqueur provenant de la deuxième étape de caustification est soumise à une concentration par évaporation jusqu'à l'obtention d'une concentration en hydroxyde alcalin d'au plus 50 % et jusqu'à l'obtention d'un précipité constitué, pour l'essentiel, par du sulfate alcalin.

15

7°/ - Procédé d'extraction de l'arsenic selon les revendications 1 et 6, caractérisé en ce que l'on traite la liqueur riche en hydroxyde alcalin, séparée du précipité essentiellement constitué de sulfate alcalin, par acidification et introduction d'un sulfure alcalin pour provoquer la précipitation de sulfure de molybdène.

20

8°/ - Procédé d'extraction de l'arsenic selon les revendications 1 et 6, caractérisé en ce que l'on traite la liqueur riche en hydroxyde alcalin séparée du précipité essentiellement constitué de sulfate alcalin, par introduction d'un composé du baryum en quantité au moins égale à la quantité stœchiométrique, pour provoquer la précipitation d'organates de baryum.

25

30

9°/ - Procédé d'extraction de l'arsenic selon les revendications 1 et 6, caractérisé en ce que l'on traite la liqueur riche en hydroxyde alcalin, séparée du précipité essentiellement formé de sulfate alcalin, par l'un des moyens constitué par le bioxyde de sodium et l'eau oxygénée en provoquant "in situ" la dégradation des matières organiques.

35

10°/ - Procédé d'extraction de l'arsenic selon les revendications 1 et

6, caractérisé en ce que l'on traite la liqueur riche en hydroxyde alcalin, séparée du précipité essentiellement formé de sulfate alcalin, par passage de ladite liqueur sur du charbon actif.

- 5 11°/ - Procédé d'extraction de l'arsenic selon les revendications 1 et 6, caractérisé en ce que l'on traite la liqueur riche en hydroxyde alcalin, séparée du précipité essentiellement formé de sulfate alcalin, par insufflation de gaz carbonique en vue de carbonater partiellement ou totalement ladite liqueur.

-branche unique

FIG.1

