



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C22B 60/0265 (2024.01); C22B 3/24 (2024.01)

(21)(22) Заявка: 2023132771, 12.12.2023

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
12.12.2023

Дата регистрации:
21.10.2024

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 12.12.2023

(45) Опубликовано: 21.10.2024 Бюл. № 30

Адрес для переписки:

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, УрФУ,
Центр интеллектуальной собственности,
Маркс Т.В.

(72) Автор(ы):

Рычков Владимир Николаевич (RU),
Каёткин Вадим Евгеньевич (RU),
Титова Светлана Михайловна (RU),
Расторгуева Марина Игоревна (RU),
Скрипченко Сергей Юрьевич (RU),
Наливайко Ксения Андреевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: ТИТОВА С.М. Разработка
технологии сорбционного извлечения урана
из сульфатно-хлоридных растворов
скважинного подземного выщелачивания.
Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук. Екатеринбург,
2018, с. 57-61, 89-90. ЛЫЗЛОВА Е.В.
Выделение и концентрирование актинидов из
азотнокислых растворов с применением новых
(см. прод.)

(54) СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ СУЛЬФАТНО-ХЛОРИДНЫХ ПРОДУКТИВНЫХ РАСТВОРОВ
ПОДЗЕМНОГО ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ УРАНА

(57) Реферат:

Изобретение относится к области
гидрометаллургии и может быть использовано
для концентрирования урана из продуктивных
растворов скважинного подземного
выщелачивания и его очистки. Способ включает
сорбцию урана фосфорсодержащим катионитом,
промывку катионита водой, двухстадийную
десорбцию урана растворами углеаммонийной
соли и осаждение концентрата урана в виде
аммонийуранилтрикарбоната из десорбатов. При

этом на первой стадии десорбцию осуществляют
раствором углеаммонийной соли с концентрацией
80-100 г/дм³, на второй стадии - раствором
углеаммонийной соли с концентрацией 140-190 г/
дм³. Обеспечивается увеличение извлечения урана
из сульфатно-хлоридных продуктивных
растворов скважинного подземного
выщелачивания и очистка урана от хлорид-ионов.
3 табл., 3 пр.

(56) (продолжение):

ионообменных материалов. Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук. Озерск, 2014, с. 87-93, табл. 18. TITOVA S.M. et al. Processing of Chloride-Containing Productive Solutions after Uranium in-situ Leaching by Ion Exchange Method. Indones. J. Chem., 2019, 19(1), p. 231-238. RU 2797892 C1, 09.06.2023. RU 2735528 C2, 03.11.2020. US 9394587 B2, 19.07.2016.

R U 2 8 2 8 8 0 9 C 1

R U 2 8 2 8 8 0 9 C 1

FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY(51) Int. Cl.
C22B 60/02 (2006.01)
C22B 3/24 (2006.01)
B01D 15/04 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC
C22B 60/0265 (2024.01); C22B 3/24 (2024.01)

(21)(22) Application: 2023132771, 12.12.2023

(24) Effective date for property rights:
12.12.2023Registration date:
21.10.2024

Priority:

(22) Date of filing: 12.12.2023

(45) Date of publication: 21.10.2024 Bull. № 30

Mail address:
620002, g. Ekaterinburg, ul. Mira, 19, UrFU, Tsentr
intellektualnoj sobstvennosti, Marks T.V.

(72) Inventor(s):

Rychkov Vladimir Nikolaevich (RU),
Kaetkin Vadim Evgenevich (RU),
Titova Svetlana Mikhailovna (RU),
Rastorgueva Marina Igorevna (RU),
Skripchenko Sergei Iurevich (RU),
Nalivaiko Kseniia Andreevna (RU)

(73) Proprietor(s):

Federal State Autonomous Educational
Institution of Higher Education Ural Federal
University named after the first President of
Russia B.N.Yeltsin (RU)(54) METHOD OF PROCESSING SULPHATE-CHLORIDE PRODUCTIVE SOLUTIONS OF UNDERGROUND
LEACHING OF URANIUM

(57) Abstract:

FIELD: hydrometallurgy.

SUBSTANCE: invention can be used for
concentration of uranium from productive solutions of
borehole underground leaching and its purification.
Method involves sorption of uranium with a
phosphorus-containing cationite, washing the cationite
with water, two-stage desorption of uranium with
solutions of an ammonium carbonate and precipitation
of a uranium concentrate in the form of ammonium
uranyl tricarboxylate from the desorbates. At the sametime, at the first step, desorption is carried out with a
solution of ammonium carbonate with concentration of
80–100 g/dm³, at the second stage—with a solution of
ammonium carbonate with concentration of 140–190 g/
dm³.EFFECT: increased extraction of uranium from
sulphate-chloride productive solutions of borehole
underground leaching and purification of uranium from
chloride ions.

1 cl, 3 tbl, 3 ex

Изобретение относится к области гидрометаллургии и может быть использовано в технологии природного урана для концентрирования урана из продуктивных растворов скважинного подземного выщелачивания и его очистки.

Способ переработки сульфатно-хлоридных продуктивных растворов скважинного подземного выщелачивания урана заключается в сорбции урана фосфорсодержащим катионитом, промывке катионита водой, двухстадийной десорбции урана растворами углеаммонийной соли: на первой стадии раствором углеаммонийной соли с концентрацией 80-100 г/дм³, на второй стадии - раствором углеаммонийной соли с концентрацией 140-190 г/дм³ и осаждении концентрата урана в виде аммонийуранилтрикарбоната из десорбатов. Технический результат изобретения – увеличение эффективности извлечения урана из сульфатно-хлоридных продуктивных растворов скважинного подземного выщелачивания и очистка урана от хлорид-ионов.

Известен способ переработки сульфатно-хлоридных растворов подземного выщелачивания урана, содержащих 35 мг/дм³ – U, 15000 мг/дм³ – Cl⁻ ионов, pH 1,6, включающий предварительное разбавление исходного раствора водой до концентрации урана 7 мг/дм³ и pH 6,3 и сорбцию урана сульфокатионитом или карбоксильным катионитом (Ражаббоев И.М. Исследование влияния хлорид-ионов в процессе сорбции и десорбции урана / И.М. Ражаббоев, У.З. Шарафутдинов, О.И. Остонов, Ш.О. Нурмуротова // Universum: технические науки : электрон. научн. журн. 2021. 3(84). URL: <https://7universum.com/ru/tech/archive/item/11374> (дата обращения: 17.10.2023).

Недостатками данного способа являются:

- низкие значения сорбционной емкости сульфо- и карбоксильных катионитов по отношению к урану, как следствие, снижение эффективности переработки сульфатно-хлоридных продуктивных растворов;

- усложнение технологического процесса необходимостью введения дополнительной операции - предварительного разбавления продуктивных растворов.

Наиболее близким по технической сущности (способ-прототип) является способ переработки сульфатно-хлоридных растворов подземного выщелачивания урана, включающий сорбцию урана винилпиридиновым анионитом, промывку анионита водой, десорбцию урана смешанным раствором NH₄NO₃ (65 г/дм³ по нитрат-ионам) и H₂SO₄ (25 г/дм³), осаждение концентрата урана аммиаком при pH 6,7-7,0 (Титова С.М. Разработка технологии сорбционного извлечения урана из сульфатно-хлоридных растворов скважинного подземного выщелачивания: дис. ... канд. техн. наук : 05.17.02 / С. М. Титова; Урал. федер. ун-т им. первого Президента России Б. Н. Ельцина. – Екатеринбург, 2019. – 177 с.).

Недостатками данного способа являются:

- низкая селективность винилпиридиновых функциональных групп анионита по отношению к урану в присутствии хлорид-ионов, как следствие, снижение сорбционной емкости анионитов по урану за счет конкурентной сорбции хлорид-ионов;

- невозможность сорбции катионных комплексов урана, присутствующих в значительном количестве в сульфатно-хлоридных продуктивных растворах, как следствие, снижение эффективности извлечения урана из растворов;

- высокие значения сорбционной емкости винилпиридинового анионита по хлорид-ионам, что обуславливает существенное загрязнение товарных урановых продуктов хлорид-ионом;

- высокие значения остаточного содержания урана в фазе винилпиридинового

анионита после десорбции смешанным сульфатно-нитратным раствором.

Технический результат изобретения заключается в увеличении эффективности извлечения урана из сульфатно-хлоридных продуктивных растворов скважинного подземного выщелачивания и очистке урана от хлорид-ионов. Технический результат достигается тем, что:

- фосфорсодержащая функциональная группа ионита имеет высокое сродство к катионным комплексам урана при сорбции из растворов. Установлено, что в сульфатно-хлоридных продуктивных растворах подземного выщелачивания уран находится, в основном, в виде нейтральных молекул UO_2SO_4 и UO_2Cl_2 , а также катионов UO_2^{2+} и UO_2Cl^+ . При этом доля анионных комплексов урана $[\text{UO}_2(\text{SO}_4)_2]^{2-}$, $[\text{UO}_2(\text{SO}_4)_3]^{4-}$ и $[\text{UO}_2\text{Cl}_3]^-$ невелика.

- сорбция хлорид-анионов катионитом полностью исключается;

- при десорбции растворами углеаммонийной соли уран образует более прочные карбонатные комплексы по сравнению с комплексным соединением, образованным ураном с функциональной группой катионита, что способствует увеличению степени вымывания урана из фазы насыщенного катионита, повышению концентрации металла в десорбатах.

Способ переработки сульфатно-хлоридных растворов подземного выщелачивания урана заключается в сорбции урана ионитом, промывке насыщенного ионита водой, десорбции урана и осаждении концентрата урана, отличающийся тем, что сорбцию урана ведут фосфорсодержащим катионитом и десорбцию осуществляют растворами углеаммонийной соли в две стадии: на первой стадии раствором углеаммонийной соли с концентрацией 80-100 г/дм³, на второй стадии - раствором углеаммонийной соли с концентрацией 140-190 г/дм³.

В примерах 1-3 представлены результаты экспериментов, подтверждающие эффективность предлагаемого способа переработки сульфатно-хлоридных продуктивных растворов, в сравнении со способом-прототипом.

Пример 1

Сорбцию урана в динамическом режиме осуществляли из раствора, содержащего U - 27,9 мг/дм³; Cl^- - 8,712 г/дм³; H_2SO_4 - 4,41 г/дм³. В вертикально установленные колонки загружали по 5 см³ ионитов в набухшем состоянии. Эксперимент вели в сравнении со способом-прототипом, то есть с применением винилпиридинового анионита. Фильтрацию растворов осуществляли в направлении сверху вниз при удельной объемной нагрузке на колонку, равной 1,5 объемам раствора через 1 объем ионита за 1 ч. Маточники сорбции отбирали на выходе из колонки фракциями. Растворы анализировали на содержание урана методом ICP-AES, и на содержание хлорид-ионов - методом гравиметрии. Процесс вели до уравнивания концентраций урана на входе и выходе из колонок. По результатам эксперимента рассчитывали значения полной динамической обменной емкости (ПДОЕ) ионитов по урану и хлорид-ионам (таблица 1).

Таблица 1

Ионит	Тип	Функциональная группа	ПДОЕ по U, кг/м ³ ионита	ПДОЕ по Cl^- , кг/м ³ ионита
АНКБ-35	Амфолит	Аминокарбоксильная	8,18	0
Lewatit TP260	Амфолит	Аминометилфосфоновая	18,40	0

Purolite D5041	Катионит	Фосфорнокислая	26,18	0
Axionit VPA-2	Анионит	Винилпиридиновая	16,42	35,37

Из результатов таблицы 1 следует, что наибольшим значением сорбционной емкости по урану при сорбции из сульфатно-хлоридных растворов обладает фосфорнокислый катионит Purolite D5041, при этом, в отличие от винилпиридинового анионита, взятого по способу-прототипу для сравнения, хлорид-ионы данным ионитом не сорбировались.

Пример 2

Десорбцию урана из фазы насыщенных ионитов вели, по способу-прототипу, смешанным раствором NH_4NO_3 (65 г/дм³ по NO_3^- - иону) + H_2SO_4 (25 г/дм³). Фильтрацию модельных растворов осуществляли в направлении сверху вниз при удельной объемной нагрузке на колонку, равной 1,5 объемам раствора через 1 объем ионита за 1 ч. Десорбаты отбирали на выходе из колонок фракциями. Растворы анализировали на содержание урана методом ICP-AES. Время фильтрации десорбирующего раствора составило 24 ч. По результатам эксперимента рассчитывали степень десорбции урана и остаточную емкость ионитов по урану (таблица 2).

Таблица 2

Ионит	Содержание урана в ионите до десорбции, кг/м ³	Остаточное содержание урана в ионите, кг/м ³	Степень десорбции урана, %	Максимальное содержание урана в десорбате, мг/дм ³
Lewatit TP260	18,40	17,88	2,85	21,70
Purolite D5041	26,18	18,42	29,66	181,21
АНКБ-35	8,18	1,16	85,78	759,17
Axionit VPA-2	16,42	1,08	93,44	2555,35

Из результатов таблицы 2 следует, что смешанный сульфатно-нитратный раствор не обеспечивает высоких значений степени десорбции урана. Максимальное значение степени десорбции получено для винилпиридинового анионита Axionit VPA-2. Для фосфорсодержащего катионита Purolite D5041 степень десорбции равна 29,66%, при этом концентрация урана в товарном десорбате составила всего 181,21 мг/дм³, что указывает о невозможности концентрирования урана при сорбционной переработке сульфатно-хлоридных продуктивных растворов.

Пример 3

Десорбцию урана из фазы насыщенных ионитов вели растворами углеаммонийной соли в две стадии. Концентрация углеаммонийной соли (УАС) на 1 ступени составила 80 г/дм³, а на 2 ступени - 190 г/дм³. Соотношение фаз Т:Ж составило 1:5. Время контакта ионитов с десорбирующим раствором на каждой стадии - 1 ч. По окончании эксперимента фазу смолы отделяли от фазы десорбата, отбирали пробы десорбатов, анализировали на содержание урана методом ICP-AES. По результатам эксперимента рассчитывали степень десорбции урана и концентрацию урана в десорбатах (таблица 3).

Таблица 3

Параметр десорбции	Lewatit TP260	Purolite D5041	Axionit VPA-2
	1 стадия (80 г/дм³ УАС)		
Концентрация U в десорбате, мг/дм³	8119,9	16561,9	230,6
Степень десорбции U, %	50,01	77,00	3,51
	2 стадия (190 г/дм³ УАС)		
Концентрация U в десорбате, мг/дм³	3071,3	3496,2	162,1
Степень десорбции U, %	29,00	21,99	3,23

Степень десорбции U, %	Суммарные значения		
	79,01	98,99	6,74

Применение в качестве десорбента раствора углеаммонийной соли обеспечивает высокое суммарное значение степени десорбции урана (98,99%) из фазы насыщенного фосфорсодержащего катионита Purolite D5041. Концентрация урана в десорбате уже на первой стадии составила 16561,9 мг/дм³, что указывает на возможность эффективного концентрирования урана при переработке сульфатно-хлоридных продуктивных растворов. Такое значение концентрации урана в десорбате достаточно для получения готового продукта - концентрата урана в виде кристаллов аммонийуранилтрикарбоната.

(57) Формула изобретения

Способ переработки сульфатно-хлоридных растворов подземного выщелачивания урана, включающий сорбцию урана ионитом, промывку насыщенного ионита водой, десорбцию урана и осаждение концентрата урана, отличающийся тем, что сорбцию урана ведут фосфорсодержащим катионитом, десорбцию осуществляют растворами углеаммонийной соли в две стадии: на первой стадии раствором углеаммонийной соли с концентрацией 80-100 г/дм³, на второй стадии - раствором углеаммонийной соли с концентрацией 140-190 г/дм³.