



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

230165
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 01 G 51/00

[22] Přihlášeno 13 07 82
[21] [PV 5359-82]

[40] Zveřejněno 25 11 83

[45] Vydáno 15 09 86

[75]
Autor vynálezu

BEHNER FRANTIŠEK ing., MĚLNÍK, DLASK JAN, NERATOVICE,
MAŘÍK JIŘÍ ing. CSc., PRAHA, BAŠE KAREL ing. CSc.,
HRADEC KRÁLOVÉ, PLEŠEK JAROMÍR dr. ing. CSc., PRAHA,
ŠTÍBR BOHUMIL ing. CSc., ROZTOKY u Prahy, RAIS JIŘÍ ing. CSc.,
SELUCKÝ PAVEL ing., PRAHA

(54) Způsob přípravy hexachlorderivátu dikarbolidu kobaltitého

1

2

Vynález se týká způsobu přípravy chlorovaného dikarbolidu kobaltitého obsahujícího v jedné molekule 6 atomů chloru, jako činidla pro získávání a izolaci radioaktivního cesia a stroncia z vysoce aktivních odpadních roztoků. Podstata vynálezu spočívá v tom, že se cesná sůl dikarbolidu kobaltitého chloruje plynným chlorem v prostředí ledové kyseliny octové při 308,2 až 313,2 K.

Vynález se týká způsobu přípravy chlorovaného dikarbolidu kobaltitého obsahujícího v jedné molekule 6 atomů chloru, a to ve formě cesné soli.

Kyselina dikarbolidu kobaltitého se používá pro získání a izolaci radioaktivního cesia a stroncia z vysoce aktivních odpadních roztoků [čs. AO 182 913]. Nehalogenovaný dikarbolid kobaltitý je však pouze omezeně stálý v kontaktu s roztoky kyseliny dusičné a také jeho odolnost proti vlivům ionizujícího záření je poměrně nízká. Pro dosažení vyšší efektivity využití činidla v technologických podmínkách jsou právě otázky dlouhodobé chemické a radiační stálosti činidla rozhodující. Je žádoucí dosáhnout v těchto směrech co nejlepších parametrů, což je možno nejlépe uskutečnit blokováním labilních poloh 8, 9, 12, 8', 9', 12' ve skeletu dikarbolidu kobaltitého substitucí vodíkových atomů za atomy chloru. Přitom je žádoucí provádět reakci tak, aby konečný produkt hexachlorderivát dikarbolidu kobaltitého obsahoval minimum níže nebo výše chlorovaných derivátů, protože tyto deriváty jsou méně stabilní než hexachlorderivát.

Přípravu hexachlorderivátu dikarbolidu kobaltitého je možno provádět ve vodném prostředí, tak, jak je uvedeno v čs. AO 215 282.

Předmětem vynálezu je příprava hexachlorderivátu dikarbolidu kobaltitého, jehož podstata spočívá v tom, že se cesná sůl dikarbolidu kobaltitého chloruje v roztoku kyseliny octové elementárním chlorem z vnějšího zdroje při teplotě 308,2 až 313,2 K. Při tomto postupu odpadá řada operací, přičemž kvalita produktu je stejná nebo vyšší proti dříve prováděným postupům. Podstatně se zvyšuje i ekonomika procesu, neboť použitou kyselinu octovou lze destilací regenerovat.

Výhody použití hexachlorderivátu dikarbolidu kobaltitého proti dikarbolidu nechlorovanému, nebo proti směsi chlorderivátů se 4 až 7 atomy chloru v molekule spočívají v jeho větší stálosti chemické i radiační, což umožňuje efektivnější využití v technologickém procesu. Použití uvedeného postupu zpřístupňuje průmyslovou výrobu hexachlorderivátu dikarbolidu kobaltitého. Podstata vynálezu je objasněna následujícími příklady provedení.

Příklad 1

V 70 litrech kyseliny octové se za míchání rozpustí 14 kg cesné soli dikarbolidu kobaltitého a do tohoto roztoku se za stálého míchání a chlazení uvádí 184,2 molů plynného chloru rychlostí 3 až 4 kg/hod. tak, aby se teplota reakční směsi pohybovala v rozmezí 308,2 až 313,2 K. Po uvedení veškerého chloru se kyselina octová oddestiluje za atmosferického tlaku. Zahuštěný destilační zbytek se za míchání zředí 40 litry horké vody a po 1hodinovém míchání a ochlazení na laboratorní teplotu se krystalický produkt odfiltruje. Filtrační koláč se promyje třikrát 15 litry 5% roztoku amoniaku a jedenkrát 15 litry destilované vody. Mokvý produkt se suší v lískové sušárně při teplotě 353,2 až 363,2 K po dobu asi 16 hod. Získaný destilát kyseliny octové se po doplnění na předepsané množství čerstvou kyselinou octovou použije pro následující násadu.

Příklad 2

456 g cesné soli dikarbolidu kobaltitého se rozpustí ve 4 litrech ledové kyseliny octové a do tohoto roztoku se za stálého míchání zavádí 6 molů plynného chloru rychlostí 13 až 14 l/hod. tak, aby se teplota reakční směsi pohybovala v rozmezí 308,2 až 313,2 K. Po zavedení veškerého chloru se kyselina octová oddestiluje ve vakuu vodní vývěvy. Viskózní odparek se za stálého míchání nalije do 2 litrů horké vody a po 1 hodině míchání se krystalická sraženina odfiltruje. Zbytky kyseliny octové se odstraní protřepáním dvakrát s 500 ml 5% roztoku amoniaku. Produkt se odfiltruje, promyje destilovanou vodou a vysuší při laboratorní teplotě.

Příklad 3

45 g cesné soli dikarbolidu kobaltitého se rozpustí ve 400 ml ledové kyseliny octové a do připraveného roztoku se uvádí 0,6 molu plynného chloru za podmínek bodu 2. Poté se kyselina octová oddestiluje ve vakuu vodní vývěvy, viskózní odparek se rozpustí ve 200 ml metanolu a za stálého míchání se nalije do 2 litrů 5% vodného roztoku amoniaku za laboratorní teploty. Sraženina se odfiltruje, promyje destilovanou vodou, rekrystaluje z 30% metanolu a vysuší při 323,2 K a 1,3 Pa po dobu 6 hodin.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy hexachlorderivátu dikarbolidu kobaltitého reakcí cesné soli dikarbolidu kobaltitého s chlorem, vyznačený tím, že se cesná sůl dikarbolidu kobaltitého roz-

pustí v ledové kyselině octové na 0,20 až 0,25 molární roztok a poté se chloruje plynným chlorem při teplotě 308,2 až 313,2 K.