



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

202 207

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³

B 01 J 13/00

(22) Přihlášeno 24 02 78

(21) PV 1187-78

(40) Zveřejněno 30 04 80

(45) Vydáno 30 06 82

(75)

Autor vynálezu

TURCAJ Ján, Ing., CSc., BEŇADIK Anton, Ing, CSc.,
NEUŽIL Lubomír, doc. Ing. CSc.,
PADEVĚT Antonín a ŠKVOR František, Praha

(54) Způsob odstraňování těkavých a netěkavých látek z gelových částic a zařízení
k provádění tohoto způsobu

1

Vynález se týká způsobu současného odstraňování nežádoucích těkavých a netěkavých látek z gelových částic, které v nich zůstaly při jejich přípravě a jsou poloproduktem přípravy částic pro různé účely, například paliva jaderných reaktorů, nosiče katalyzátorů, molekulových sít, sorbentů, přísad do sklářského kmene apod. a zařízení k provádění tohoto způsobu.

Dosud se k odstraňování nežádoucích těkavých a netěkavých látek používá sušení v proudu plynu, páry a upravené inertní atmosféry, azeotropní destilace a tepelného rozkladu. Těmito dosud známými způsoby lze však sušením odstranit pouze těkavé látky. Ve zpracovávání částicích se vytváří vnitřní pnutí a částice jsou pak náchylné k praskání. Sušení musí obvykle probíhat velmi pomalu.

Při použití dosavadního způsobu azeotropní destilace dochází k vylučování netěkavých látek, k peptizaci částic, k jejich shlukování a rozpadu. Vyloučené netěkavé látky se usazují na dně a stěnách zařízení. To způsobuje zhoršený přestup tepla, místní přehřívání, utajený a nepravidelný var. Částice se mechanicky poškozují, vzniká prachový podíl. Proto například při výrobě jaderných paliv tento způsob vyžaduje náročné technické opatření na snížení rizika kontaminace okolí. Značným nedostatkem používané azeotropní destilace je to, že zpracovávané částice zůstávají v destilační

2

nádobě spolu s vyloučenými netěkavými látkami a vzniklým prachem. Jejich separace je obtížná.

Tepelným rozkladem se dají odstranit některé nežádoucí netěkavé látky, ale tento způsob vede k nerovnoměrnému vývoji mikrostruktury, k vzniku vnitřního pnutí a k malé mechanické stabilitě částic. Při rozkladu organických látek se vytváří dehtovité látky a uhlík, které znečišťují meziprodukt, a musí být dodatečně odstraňovány.

Dosud používaná zařízení k odstraňování nežádoucích těkavých a netěkavých látek z gelových částic jsou lískové sušárny, sušárny s nehybnou profukovanou vrstvou, s pohyblivou nebo fluidní vrstvou, tunelové aparáty k sušení i tepelnému rozkladu a aparatury k azeotropní destilaci.

Nevýhodou lískových sušáren a sušáren s nepohyblivou profukovanou vrstvou je obtížná manipulace, deformace a náchylnost k rozpadu částic a neúnosně velký počet jednotek při zpracování obohacených jaderných paliv.

Při použití aparátu s pohyblivou vrstvou vzniká nebezpečí deformace, slepování částic a ucpání aparátu. Tuto nevýhodu mají rovněž tunelové aparáty.

Hlavní nevýhodou fluidních sušáren je tvorba aerosolů, které se obtížně likvidují. Při výrobě jaderných paliv vzniká velké množství plynných radioaktivních odpadů.

Používané aparáty k azeotropní destilaci

neumožňují oddělit vyloučené netěkavé látky a vzniklý prach od zpracovaných částic.

Uvedené nedostatky při odstraňování nežádoucích látek jsou řešeny způsobem odstraňování těkavých a netěkavých látek z gelových částic, které v nich zůstaly při jejich přípravě, podle vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že se pod vrstvou gelových částic přivádí pára organické látky nebo směsi organických látek netečných vůči zpracovávanému gelu, a z páry, která prošla vrstvou gelových částic, se oddělí těkavé látky, které se z gelových částic uvolnily, a kondenzátem organické látky nebo směsi organických látek se z gelové vrstvy oddělí vyloučené netěkavé látky. Jako organické látky nebo směsi organických látek může být použito jakékoli organické látky, která je netečná vůči zpracovávanému gelu, například benzen, toluen, aceton, chlorované uhlovodíky apod. Zvláště výhodné jsou látky, které jsou omezeně mísitelné s uvolňovanou těkavou složkou gelu, například tetrachlormethan v případě, že těkavou složkou je voda. Těkavé látky jsou představovány v podstatě rozpouštědlem, ve kterém jsou rozpuštěny výchozí složky použité k přípravě gelu. Netěkavé složky jsou v podstatě nečistoty, resp. stopové složky původních chemikálií pro přípravu gelu. Velmi často se jako rozpouštědla užívá vody, čpavku apod.

Podstata zařízení k provádění způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že sestává z kolony pro vytváření třífázové fluidní vrstvy, k jejíž spodní části je připojen přívod páry a její horní část je připojena ke kondenzátoru odcházejících pár, a výstup kondenzátoru je napojen na separátor těkavých látek a výstupní potrubí organické látky je napojeno na horní část kolony, přičemž spodní část kolony je připojena k separátoru netěkavých látek. Je výhodné, jestliže výstup vyvíječe páry je propojen prostřednictvím ventilu s odvodem pár obchvatem. Kolona u zařízení podle vynálezu je výhodně tvořena nádobou výškově rozdělenou alespoň jednou perforovanou přepážkou o volné ploše 1 až 40 %. Nad touto perforovanou přepážkou je umístěno ústí alespoň jednoho přepadu, jehož výtok je opatřen zpětným uzávěrem. Nad touto perforovanou přepážkou jsou do nádoby kolony zaústěny přívod částic, odvod částic, přívod kondenzátu a odvod pár. Pod touto perforovanou přepážkou jsou do této nádoby zaústěny přívod páry a odvod kondenzátu s netěkavými složkami.

Působení pár a kondenzátu organické látky na gelové částice v třífázové fluidní vrstvě, a zařízením, které zajišťuje vznik a stabilitu fluidní vrstvy, a umožňuje současně rovnoměrné odstraňování těkavých a netěkavých látek z částic i z prostoru, ve kterém jsou tyto částice umístěny. Gelové částice jsou umístěny v koloně na alespoň

jedné děrované přepážce s nejméně jedním přepadem. Z parního vyvíječe jsou přiváděny páry organické látky do kolony, procházejí děrovanou přepážkou, na které vytvářejí spolu s kondenzátem organické látky, a gelovými částicemi třífázovou fluidní vrstvu. Páry organické látky spolu se strženými těkavými látkami, které se uvolnily z gelových částic, se vedou do kondenzátoru a separátoru nežádoucích těkavých látek a zkoncentrované organické látky. Kondenzát organické látky se rozdělí na dva proudy. Část kondenzátu se vede do vyvíječe páry, druhý proud jako zpětný tok do kolony, kde zajišťuje prokapem děrovanou přepážkou a odtokem přepady vyplavování nežádoucích netěkavých látek z vrstvy gelových částic. Kondenzát organické látky s netěkavými látkami se vede do separátoru, kde se tyto látky oddělí a organická látka se vrací k opětnému použití do vyvíječe páry.

V průběhu realizace postupu podle vynálezu, s ubýváním obsahu těkavých látek se teplota pár přibližuje teplotě bodu varu použité látky nebo směsi organických látek, což umožňuje efektivně regulovat proces.

Recirkulací organické látky se dosahuje nízké spotřeby této látky, což je výhodné, zejména při práci s radioaktivními materiály. Zařízení s perforovaným patrem, opatřené nejméně jedním přepadem, eliminuje rozpad částic vlivem peptizace tím, že netěkavé látky jsou neustále vyplavovány z prostoru gelových částic. Výhodou zařízení je, že po ukončení přívodu par a kondenzátu organické látky do kolony dojde za velmi krátkou dobu 1 až 2 s k oddělení organické látky od gelových částic. Další výhodou je, že ve fluidní vrstvě jsou částice neustále v pohybu, čímž je zabráněno tvorbě shluků a slepenců v konečném produktu. Výhodou je také jednoduchá regulace procesu měřením teploty odcházejících par, které nepřímo indikuje stupeň odstranění těkavých látek z gelových částic.

Způsob odstraňování těkavých látek z gelových částic a zařízení k provádění tohoto způsobu podle vynálezu jsou mimořádně výhodné, zejména pro práci s radioaktivními materiály nebo jedovatými látkami. Kromě již popsaných výhod jednoduché regulace procesu, snadném oddělování částic od organického činidla, vysoké čistoty konečného produktu, snížení procenta rozprachu a malého objemu radioaktivních nebo jedovatých odpadů, je také výhodou u tohoto způsobu a zařízení jeho snadné provozování v oddělených prostorách bez přístupu obsluhy, jednoduchost zařízení bez pohyblivých součástí a z toho plynoucí nízká pravděpodobnost poruch. Další výhodou je snížení ztrát materiálu na minimum.

Vynález je dále blíže vysvětlen na popisu příkladu jeho provedení pomocí připojených výkresů, na nichž

obr. 1 znázorňuje celkové schéma zařízení podle vynálezu a

obr. 2 schematicky znázorňuje provedení kolony podle vynálezu.

Zařízení se skládá ze separátoru 1, z něhož postupuje organická látka do vyvíječe pár 2, které se vedou do kolony 5. Páry z kolony 5 se odvádějí potrubím 7 do kondenzátoru 8 a vzniklý kondenzát se vede do separátoru 9, z něhož se odvádějí nežádoucí látky potrubím 10 a kondenzát organické látky se vede děličem 11, kterým lze nastavit poměr průtoků potrubím 12 a 13 do kolony 5 a separátoru 1. Kondenzát organické látky po projití kolonou 5 postupuje do separátoru 1, z něhož se potrubím 14 odvádějí nežádoucí netěkavé látky. K přívodu materiálu do kolony 5 slouží potrubí 15. Po odstranění nežádoucích látek z gelového materiálu se částice vypustí z kolony 5 výpustním zařízením 16.

Zařízení může být doplněno obchvatem 4, například při regulaci průtoku pár nebo pro rychlé odpojení přívodu pár do kolony 5.

Příklad provedení kolony 5 pro odstraňování těkavých a netěkavých látek z gelových částic je detailněji zobrazen na obr. 2. Skládá se z perforovaného patra 21. Volná plocha perforovaného patra se může měnit podle vlastností zpracovávaného gelu a používané organické látky v rozmezí od 1 do 40 % celkové plochy patra. Perforované patro může být opatřeno jedním nebo více přepady 22. Přepad 22 je ukončen sifonovým uzávěrem, který zamezuje pronikání páry tímto přepadem. Materiál se přivádí do kolony přívodem 15 a po odstranění nežádoucích látek se vypouští odvodem 16. Páry organické látky z vyvíječe pár se přivádějí přívodem 24 páry, tvořeným potrubím a odvádějí se spolu s uvolněnými těkavými látkami potrubím 7. Potrubím 12 se přivádí zpětný tok organické látky a odvádí se společně s netěkavými látkami potrubím 6.

Při provádění způsobu podle vynálezu a

při použití zařízení podle vynálezu bylo postupováno tak, že vsádka 533 g kulových částic uranylového gelu průměru 2,7 mm připravených procesem vnitřní želatinace z roztoku dusičnanu uranylu, močoviny a urotropinu byla vnesena do kolony podle vynálezu o průměru 100 mm s perforovaným dnem s 2,6 % volné plochy a přepadem se sifonovým uzávěrem.

Z vyvíječe par byly do kolony přivedeny páry trichlorethylenu průtokem $6,5 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$, které byly potom spolu s těkavými látkami (voda, amoniak, těkavé rozkladné produkty močoviny a urotropinu) odváděny do kondenzátoru a separátoru. V okamžiku, kdy teplota par odcházejících z kolony stoupla na teplotu varu čistého trichlorethylenu, byl proces ukončen (3,5 h). Objem oddělené vodné fáze byl 343 cm^3 . Kondenzát organické fáze byl vrácen zpět do vyvíječe pár. Organická fáze spolu s netěkavými látkami, tj. zbytky močoviny, urotropinu, anorganických solí s perforovaným patrem a přepadem na dno kolony a byla vrácena do vyvíječe pár.

Dalším zpracováním byly získány celistvé hladké a lesklé hutné kulové částice UO_2 průměru 0,9 mm, vhodné jako hrubá frakce k vibračně-zhutňovanému palivovému elementu.

Předkládaný způsob a zařízení pro odstraňování těkavých a netěkavých látek z částic gelu je možno využít při přípravě disperzního paliva pro rychlé jaderné reaktory. Jednoduchost a bezpečný provoz tohoto zařízení lze s velkou výhodou využít zejména při zpracování směsných paliv s plutoniem, kde se uplatní hlavně malé množství vznikajících radioaktivních odpadů, a v případě použití nehořlavých organických látek, například chlorované nebo fluorované uhlovodíky, zvýšená bezpečnost provozu.

Vynálezu je možno využít i při zpracování gelových částic k jiným účelům, jako například k přípravě sorbentů, speciálních katalyzátorů, ionexů atp.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob odstraňování těkavých a netěkavých látek z gelových částic, které v nich zůstaly při jejich přípravě, vyznačující se tím, že se pod vrstvu gelových částic přivádí pára organické látky nebo směsi organických látek netečných vůči zpracovávanému gelu a z páry, která prošla vrstvou gelových částic, se oddělí těkavé látky, které se z gelových částic uvolnily a kondenzátem organické látky nebo směsi organických látek se z gelové vrstvy oddělí vyloučené netěkavé látky.

2. Zařízení k provádění způsobu podle bodu 1, vyznačující se tím, že sestává z kolony (5) pro vytváření třífázové fluidní vrstvy, k jejíž spodní části je připojen přívod

(24) páry, a její horní část je připojena ke kondenzátoru (8) odcházejících pár a výstup kondenzátoru (8) je napojen na separátor těkavých látek (9), a výstupní potrubí (12) organické látky je napojeno na horní část kolony (5), přičemž spodní část kolony (5) je připojena k separátoru (1) netěkavých látek.

3. Zařízení podle bodu 2, vyznačující se tím, že výstup (2) vyvíječe páry je propojen prostřednictvím ventilu (3) a odvodem (7) pár obchvatem (4).

4. Zařízení podle bodů 2 a 3, vyznačující se tím, že kolona (5) je tvořena nádobou (20) výškově rozdělenou alespoň jednou perforovanou přepážkou (21) o volné ploše

1 až 40 %, nad níž je umístěno ústí alespoň jednoho přepadu (22), jehož výtok je opatřen zpětným uzávěrem (23), přičemž nad perforovanou přepážkou (21) jsou do nádoby (20) kolony (5) zaústěny přívod čás-

tic (15), odvod částic (16), přívod kondenzátoru (12) a odvod pár (7), a pod perforovanou přepážkou (21) jsou do této nádoby (20) zaústěny přívod páry (24) a odvod (6) kondenzátoru s netěkavými složkami.

2 výkresy



