

(19)



(10)

LT 4725 B

(12)

PATENTO APRAŠYMAS

(11) Patent numeris: **4725**

(51) Int.Cl.⁷: **C08F 126/04**
C08F 4/30

(21) Paraiškos numeris: **2000 013**

(22) Paraiškos padavimo data: **2000 02 23**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **2000 08 25**

(45) Patent paskelbimo data: **2000 11 27**

(72) Išradėjas:

Joana Barkauskaitė, LT
Algirdas Žemaitaitis, LT
Rima Žemaitaitienė, LT

(73) Patent savininkas:

Kauno technologijos universitetas
K. Donelaičio g. 73, 3006 Kaunas, LT
Viešoji įstaiga "Kauno technologijos universiteto aplinkosaugos ir
švarių technologijų centras", K. Donelaičio g. 73, 3006 Kaunas, LT

(74) Patentinis patikėtinis:

Aurelija Šidlauskienė, 25, K. Būgos g. 29-1, 3000 Kaunas, LT

(54) Pavadinimas:

Jodo sorbentas ir jo gavimo būdas

(57) Referatas:

Išradimas priklauso chemijos inžinerijos sričiai ir gali būti panaudotas specialiose jodo surišimo ir nukenksminimo technologijose, šalinant jį iš dujų ar oro išlakų srauto absorberiuose.

Atsparus hidroterminiams apdorojimams jodo sorbentas gaminamas iš aktyvintųjų anglių ir jodo akceptorius - polidimetildialilamonio jodido. Gali būti naudojamos granuliuotos arba pluoštinės aktyvintos anglys. Jodo sorbentas gaunamas impregnavus aktyvintas anglis vandeniu 1-4 % polidimetildialilamonio jodido tirpalu ir džiovinant.

Išradimas priklauso chemijos inžinerijos sričiai ir gali būti panaudotas specialiose jodo surišimo ir nukenksminimo technologijose. Tame tarpe šalinant jį iš dujų ar oro išlakų srauto absorberiuose.

Žinoma, kad jodo surišimui išlakose naudojamos aktyvintos anglys [žr. kn.: Filterung von Abluft aus Kerntechnischen Anlagen und Isotopenlaboratorien/ von J.G.Wilhelm. Schriftenreihe Reaktorsicherheit und Strahlenschutz.-BMU, 1998, 376 s.; Газоочистка и контроль газовых выбросов АЭС/ И.Е.Нахутин, Д.В.Очкин, Н.М.Смирнова и др.- М.: Энерго- атомиздат, 1983.-24 с.]. Jodo sorbcijai padidinti aktyvintos anglys yra impregnuojamos įvairiomis vandenyje tirpiomis organinėmis ir neorganinėmis medžiagomis: heksametilentetraminu [žr. TS: ТУ 6-16-3028-87], trietilendiaminu [žr. kn.: Газоочистка и контроль газовых выбросов АЭС/ И.Е.Нахутин, Д.В.Очкин, Н.М.Смирнова и др.- М.: Энергоатомиздат, 1983.-24 с.], metalų jodidais [žr. kn. H.Deubner, K.Gerlach. Parametrische Untersuchungen zur Abscheidung von Methljodid an einer KJ-impermierten Aktivkohle KfK 3746, Forschungszentrum Karlsruhe, 1984 ir TS: ТУ 6-16-3028-87], sidabro nitratu.

Jų trūkumas tas, kad heksametilentetraminas ir trietilendiaminas yra toksiški ir degūs junginiai [žr. kn.: Предельно допустимые концентрации химических веществ в окружающей среде/ Г.Е. Беспмятникова, Ю.А. Кротов.-Л.: Химия, 1985]. Į tai būtina atsižvelgti jodo absorberių eksploatavimo metu, ypač jų įkrovimo metu.

Dažniausiai naudojami netoksiški metalų jodidai. Žinomas mažai tirpus, bet intensyviai sorbuojantis jodą nedegus ir netoksiškas polimeras - polidimetildialilamonio jodidas (PDMDAAJ) [žr. Lietuvos pat. Nr. 4497, ТРК C08F 126/02,1999]. 20 °C temperatūros vandenyje PDMDAAJ ištirpsta 0,5 g/l, 95 °C - 65 g/l. Taigi ir PDMDAAJ tirpumas vandenyje esant aukštesnei temperatūrai gerokai padidėja.

Esminis visų aukščiau paminėtų jodo sorbentų trūkumas - mažas atsparumas hidroterminiams poveikiams dėl naudojamų jodo akceptorijų tirpumo vandenyje. Su išlakomis į absorberį patekus garams ar kitaip padidėjus išlakų drėgmei ir temperatūrai jodo akceptoriai gali migruoti ir kondensaciniu vandeniu būti išplauti iš aktyvintų anglių.

Artimiausias pateiktam išradimui yra praktikoje naudojamos kalio jodidu (KI) impregnuotos aktyvintos anglis [žr. TS: TY 6-16-3028-87 ir kn.: Filterung von Abluft aus Kerntechnischen Anlagen und Isotopenlaboratorien/ von J.G.Wilhelm. Schriftenreihe Reaktorsicherheit und Strahlenschutz.-BMU, 1998, 376 s]. Kalio jodido kiekis sorbente sudaro 1-2% .

Šio išradimo tikslas - gauti jodo sorbentą, kuris yra atsparesnis hidroterminiam poveikiui, t.y. daugkartinių apdorojimų karštu (85-95 °C temperatūros) vandeniu metu jodo akceptorius neišplaunamas. Tokiu jodo akceptoriumi yra imobilizuotas aktyvintoje anglyje polidimetildialilamonio jodidas.

Šis tikslas pasiekiamas impregnavus aktyvintas anglis vandeniniu 1 - 4 % PDMDAAJ tirpalu ir išdžiovinus. Tokiu būdu gautas granuliuotų impregnuotų aktyvintų anglių jodo sorbentas turi nuo 1 iki 4 % jodo akceptoriaus, pluoštinis impregnuotų aktyvintų anglių jodo sorbentas - 5 % PDMDAAJ.

1-oje lentelėje pateikiami duomenys apie įvairius jodo sorbentus, 2-oje lentelėje - duomenys pagal kuriuos palygintas jodo sorbentų, gautų pagal prototipą ir pagal siūlomą būdą, hidroterminis atsparumas. Kaip matyti iš 1 lentelėje pateiktų duomenų, jodo akceptoriai padidina jodo surišimą impregnuotomis aktyvintomis anglimis. Impregnuotų aktyvintų anglių jodo sorbcinė galia priklauso nuo naudojamų aktyvintų anglių impregnavimui, akceptoriaus ir jo kiekio sorbente. Imobilizavus aktyvintose anglyse tokį pat PDMDAAJ kiekį kaip naudoto prototipe kalio jodido (1 lentelė, Nr. 2, 3), jos sorbcinės savybės pagerėja. Impregnuotų PDMDAAJ aktyvintų anglių sorbcinė galia didėja didėjant PDMDAAJ kiekiui sorbente (1 lentelė, Nr. 3-5). Tačiau impregnuoti aktyvintas anglis didesnės koncentracijos PDMDAAJ tirpalais negalime dėl riboto polimero tirpumo vandenyje) [žr. Lietuvos pat. Nr. 4497, TPK C08F,1999]. Pluoštinių aktyvintų

anglių jodo sorbcinė galia dėl didesnio jų aktyvaus paviršiaus yra didesnė už granuliuotų. Jas apdorojus PDMDAAJ tirpalu (1 lentelė, Nr. 7) gaunamas didesnės sorbcinės galios jodo sorbentas.

Atsparūs hidroterminiam apdorojimui jodo sorbentai gaunami tik pagal siūlomą būdą (2 lentelė). Dešimties hidroterminio apdorojimo ciklų metu iš jodo sorbento pagal prototipą pašalinami 94% jame buvusio kalio jodido, kai tokių pat apdorojimų metu iš impregnuotų pagal siūlomą būdą pavyzdžių pavyksta išplauti tik nedidelę dalį nesurišto polimerinio jodo akceptorius.

Jodo sorbentų hidroterminio atsparumo nustatymas atliekamas 20 g sorbento, pagaminto pagal 1 - 4 pavyzdį, užpilant 100g 90-95 °C distiliuoto vandens ir išlaikant 10 min. Nudekantavus vandenį operacija kartojama iki 10 kartų.

Išradimas iliustruojamas pateiktais pavyzdžiais:

1 pavyzdys

Paruošia 1000g 1%-tinio PDMDAAJ tirpalą, 990 ml vandens ištirpinant 10g PDMDAAJ. Į paruoštą tirpalą prideda 500g granuliuotų aktyvintų anglių (TU 6-16-2727-84). Po 20 min tirpalą nusiurbia. Drėgnų granulių priesvoris 100%. Jas paskleidžia plonu sluoksniu ir išdžiovina konvekciniame džiovykloje, esant 90 - 105 °C temperatūrai. Gaunamas jodo sorbentas, turintis 1% PDMDAAJ. Statinėmis sąlygomis iš oro jis suriša 22mg I₂/ 1g sorbento (1 lentelė, Nr 3). Po 10 hidroterminio apdorojimo ciklų lieka 0,75% PDMDAAJ nuo sorbento masės (2 lentelė).

2 pavyzdys

Impregnavimą atlieka pagal 1 pavyzdį, tik vietoj 1%-tinio PDMDAAJ tirpalo naudoja 2%-tinį PDMDAAJ tirpalą. Gaunamas jodo sorbentas turintis 2%

PDADMAJ. Statinėmis sąlygomis iš oro jis suriša 33mg I₂/ 1g sorbento, dinaminėmis - 90mg I₂/ 1g sorbento (1 lentelė, Nr 4).

3 pavyzdys

Impregnavimą atlieka pagal 1 pavyzdį, tik vietoj 1%-tinio PDMDAAJ tirpalo naudoja 4%-tinį PDMDAAJ tirpalas. Gaunamas jodo sorbentas turintis 4% PDADMAJ. Statinėmis sąlygomis iš oro jis suriša 41mg I₂/ 1g sorbento (1 lentelė, Nr 5). Po 10 hidroterminio apdorojimo ciklų lieka 2,94% PDMDAAJ nuo sorbento masės (2 lentelė).

4 pavyzdys

1000g 1%-tinio PDMDAAJ tirpalo paruošia pagal 1 pavyzdį. Į paruoštą tirpalą įmerkia 150g pluoštinių aktyvintų anglių. Po 20 min tirpalą nusiurbia. Drėgnų pluoštinių anglių priesvoris 500%. Drėgnas pluoštines anglis išdžiovina konvekciniame džiovykloje, esant 90 - 105 °C temperatūrai. Gaunamas jodo sorbentas, turintis 5% PDMDAAJ. Statinėmis sąlygomis iš oro jis suriša 154mg I₂/ 1g sorbento, dinaminėmis - 450mg I₂/ 1g sorbento (1 lentelė, Nr 4).

5 pavyzdys

Paruošia 1000g 1%-tinio kalio jodido tirpalo, ištirpinant 10g KI (GOST 4232-74) 990 ml vandens. Į jį suberia 500g granuliuotų aktyvintų anglių. Po 20 min tirpalas nusiurbia. Drėgnų granulių priesvoris 100%. Jas paskleidžia plonu sluoksniu ir išdžiovina konvekciniame džiovykloje, esant 90 - 105 °C temperatūrai. Gaunamas jodo sorbentas, turintis 1% KI. Statinėmis sąlygomis iš oro jis suriša 21mg I₂/ 1g sorbento (1 lentelė, Nr 2). Po 10 hidroterminio apdorojimo ciklų lieka 0,06% kalio jodido nuo sorbento masės (2 lentelė).

1 lentelė

Eil. Nr.	Jodo sorbento sudėtis		Jodo akceptorius kiekis sorbente, %	Sorbuto jodo kiekis, g/g sorbento	
	Aktyvintos anglys	Jodo akceptorius		Statinėse salygose*	Dinaminėse salygose**
1.	Granuliuotos aktyvintos anglys	-	0	0,012	-
2.	Granuliuotos aktyvintos anglys	KI	1	0,021	-
3.	Granuliuotos aktyvintos anglys	PMDAAJ	1	0,022	-
4.	Granuliuotos aktyvintos anglys	PMDAAJ	2	0,033	0,09
5.	Granuliuotos aktyvintos anglys	PMDAAJ	4	0,041	-
6.	Pluoštinės aktyvintos anglys	-	-	0,138	0,45
7.	Pluoštinės aktyvintos anglys	PMDAAJ	5	0,153	0,45

* - jodo koncentracija dujose 0,004 g/l, sorbeijos trukmė 8 paros, T = 20 °C.

** - pagal EE 21004367 TS 6:97.

2 lentelė

Jodo sorbentas	Pradinis jodo akceptoriaus kiekis, g/100 g _{sorbento}	Likusio aktyvintose anglyse jodo akceptoriaus kiekis*, g/100g _{sorbento} po hidroterminių apdorojimų ciklų									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1 lentelė Nr.3	1,00	0,85	0,82	0,81	0,79	0,78	0,77	0,76	0,76	0,75	0,75
1 lentelė Nr. 5	4,00	3,40	3,24	3,20	3,16	3,15	3,12	3,04	2,96	2,94	2,94
1 lentelė Nr. 2	1,00	0,78	0,66	0,57	0,49	0,41	0,32	0,26	0,18	0,14	0,06

* Jodo akceptoriaus koncentracija dekantuoame vandenyje nustatoma kompleksometriškai [žr. žgm.:Исследование комплексообразования зозина при анализе катионных флокулянтов/ Ю.А. Клячко и др.// Ж. всес. хим. об-ва им. Д.М. Менделеева.-№6.-1985.-С. 93-96.]

Išradimo apibrėžtis

1. Jodo sorbentas, susidedantis iš aktyvintų anglių ir jodo akceptorius, b e s i s - k i r i a n t i s tuo, kad jodo akceptoriumi yra polidimetildialilamonio jodidas.

2. Jodo sorbentas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad aktyvinta anglis yra granulių arba pluoštinės medžiagos formos.

3. Jodo sorbento gavimo būdas, apimantis aktyvintų anglių impregnavimą jodo akceptorius tirpalu ir gauto produkto džiovinimą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad aktyvintas anglis impregnuoja vandeniniu 1 - 4 % polidimetildialilamonio jodido tirpalu.