



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

215282

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
C 01 G 51/00

[22] Přihlášeno 10 10 79

[21] (PV 6892-79)

[40] Zveřejněno 30 06 81

[45] Vydáno 01 08 85

[75]
Autor vynálezu

SELUCKÝ PAVEL ing., PRAHA, BAŠE KAREL ing., HRADEC KRÁLOVÉ,
PLEŠEK JAROMÍR doc. dr. ing. CSc.,
HEŘMÁNEK STANISLAV ing. CSc.,
RAIS JIŘÍ ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob přípravy chlorovaného dikarbolidu kobaltitého

Vynález se týká způsobu přípravy chlorovaného dikarbolidu kobaltitého obsahujícího v jedné molekule 4 až 7 atomů chloru a to ve formě cesné soli, sodné soli nebo kyseliny odvozené aniontu.

Kyselina dikarbolidu kobaltitého se používá pro získání a izolaci radioaktivního cesia a stroncia z vysoce aktivních odpadních roztoků například podle způsobu M. Kyrše a spol.: IV. symposium RVHP o přepracování ozařeného jaderného paliva, Karlovy Vary 1977, díl I., str. 245. 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 i radiační stálosti rozhodující. Je žádoucí dosáhnout v těchto směrech co nejlepších parametrů, což je možno nejlépe uskutečnit blokováním labilních poloh 8,8' ve skeletu dikarbolidu kobaltitého substitucí přítomných vodíkových atomů za atomy chloru. Přitom je žádoucí provádět reakci tak, aby jako konečný produkt vznikala buď kyselina chlorovaného dikarbolidu kobaltitého nebo sůl převeditelná snadno na tuto kyselinu, případně směs takovéto soli a kyseliny, protože pro následující použití při extrakci cesia a stroncia je možno použít pouze kyselinu chlorovaného dikarbolidu kobaltitého.

Tyto podmínky jsou splněny postupem podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že cesná sůl dikarbolidu kobaltitého se převede na kyselinu dikarbolidu kobaltitého a to kyselina ve vodném roztoku 4–12M HCl chloruje elementárním chlorem buď z vnějšího zdroje nebo vyrobeným in situ s výhodou reakcí chlorečnanu alkalického kovu a kyseliny chlorovodíkové.

Výhody použití chlorovaného dikarbolidu kobaltitého proti dikarbolidu nechlorovanému spočívají v jeho značně větší stálosti chemické i radiační, což umožňuje jeho opakovatelné použití v technologickém procesu.

Postup podle vynálezu je ilustrován následujícími příklady:

Příklad 1

75 g cesné soli dikarbolidu kobaltitého se rozpustí v 150 ml diethyleteru, třikrát se protřepe 150 ml 20% H₂SO₄ a eterová fáze se na vzduchu odpaří k suchu. Odparek se rozpustí ve 250 ml destilované vody, přidá se 250 ml koncentrované HCl a pod vakuem se odstraní zbytky eteru. Pak se přidá dalších 125 ml koncentrované HCl a ohřeje se na vodní lázni. Za stálého míchání se během 2 hodin přikápná roztok 50,4 g KClO₃ v 695 ml H₂O. Míchá se a zahřívá další 2 hodiny. Po ochlazení se oddělí spodní olejovitá fáze, rozpustí se za horka ve vodě a

sráží 10 % nadbytkem CsNO_3 (33 g) za horka. Sraženina se odsaje, promyje a vysuší.

Příklad 2

Z 35 g cesné soli dikarbolidu kobaltitého se připraví stejně jako v příkladu 1 150 ml vodného roztoku kyseliny dikarbolidu kobaltitého. Přidá se 20 ml koncentrované HCl , pod vakuem se odstraní zbytky eteru. Přidá se dalších 155 ml koncentrované HCl a zahřeje na vodní lázni. Při zahřívání a míchání se

přikape během 90 minut roztok 20,5 g NaClO_3 v 300 ml H_2O . Míchá se a zahřívá další 2 hodiny. Po ochlazení se oddělí spodní olejovitá fáze a vysuší se na vzduchu.

Postupuje se podle postupu uvedeného v příkladu 2 až do stadia zahřívání a míchání. Dále se do reakční směsi přivádí během 90 minut celkem 0,25 molu plynného chloru. Míchá se a zahřívá další 2 hodiny. Po ochlazení se oddělí spodní olejovitá fáze a vysuší se na vzduchu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy chlorovaného dikarbolidu kobaltitého, vyznačený tím, že cesná sůl dikarbolidu kobaltitého se po rozpuštění v diethyleteru převede protřepáním s roztokem H_2SO_4 na kyselinu dikarbolidu kobaltitého a tato kyselina se po odpaření

eteru a rozpuštění odparku ve vodném roztoku 4–12 M HCl chloruje elementárním chlorem buď z vnějšího zdroje nebo vyrobeným in situ s výhodou reakcí chlorečnanu alkalického kovu a kyseliny chlorovodíkové.