

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

265 798

(11) (B1)

[(13)]

(51) Int. Cl.⁴

C 01 B 25/234

(22) Prihlášené 30 05 88

(21) PV 3663-88.B

(40) Zverejnené 10 02 89

(45) Vydané 15 12 89

(75)

Autor vynálezu

ŘEHÁČEK VLASTIMIL RNDr., SOLČANYI MILAN Ing., TRNAVA

(54) **Spôsob spätného získavania kyseliny fosforečnej z kontaminovaných roztokov**

(57) Podstata riešenie spočíva v pridávaní roztoku extrakčného činidla do kontaminovaného roztoku, oddestilovania vody a súčasnej extrakcii kyseliny fosforečnej do organickej fázy a zahustení kontaminantov vo forme jej solí.

CS 265 798 B1

Vynález sa týka spätného získavania kyseliny fosforečnej z kontaminovaného roztoku, pripraveného na báze zriedenej kyseliny fosforečnej, používaného pri elektrolytickej dekontaminácii kovových materiálov z jadrovej energetickej zariadení.

Pre spätné získavanie kyseliny fosforečnej z kontaminovaných elektrolytov, pripravených na báze kyseliny fosforečnej, používaných pri elektrochemickej, dekontaminácii sa vo svete používa spôsob rozpúšťadlovej extrakcie. Uvedeným spôsobom extrakcie napr. do metylizobutylketónu a následným vymytím organickej fázy vodou sa spätne získa 60 % kyseliny s relatívne vysokou koncentráciou železa ako kontaminantu v regenerovanom roztoku. Nevýhodou uvedeného spôsobu je nízka účinnosť separácie a malá výťažnosť kyseliny fosforečnej pri roztokoch pripravených na báze zriedenej kyseliny fosforečnej s vyšším obsahom vody. Okrem extrakčného spôsobu sa k uvedenému účelu používa aj iónovymenný spôsob. Kyselina, ktorá sa na rozdiel od kontaminantov sorbuje na ionexe je po preliatí roztoku ionexom desorbovaná vodou. V poslednej dobe sú vyvíjané najmä metódy elektrolytické, prípadne kombinované s extrakciou či osmózou. Elektrolytické metódy sú založené na elektrolytickej separácii iónov elektrolytu pomocou diafragmy, či systému iónovymenných membrán a ich kumulácii v príslušnom priestore elektrolytickej cely. Nevýhodou uvedených používaných spôsobov oproti spôsobu podľa vynálezu je ich komplikovanosť, technologická a časová náročnosť.

Podstata spôsobu podľa predmetu vynálezu spočíva v pridávaní roztoku extrakčného činidla, zloženého z izoamylalkoholu alebo tributylfosfátu a benzénu, alebo toluénu, do kontaminovaného roztoku a v azeotropickom oddestilovaní 80 až 100 % objemových vody z takto pripravenej zmesi za súčasnej extrakcie kyseliny fosforečnej do organickej fázy z ktorej sa vymytím vodou získa podiel kyseliny fosforečnej. Kontaminanty, zostávajú vo forme solí kyseliny fosforečnej v zahustenom zvyšku. Rozpuštením zahusteného zvyšku v oddestilovanej vode a opakovaním spôsobu podľa vynálezu sa dosiahne ďalší výťažok kyseliny fosforečnej.

Výhodou spôsobu získavania kyseliny fosforečnej podľa vynálezu je spätné získavanie kyseliny fosforečnej s vysokou chemickou a rádiochemickou čistotou, rýchlosť technologického procesu a zníženie objemu rádioaktívnych odpadov z dekontaminácie a získanie rádioaktívneho odpadu na báze fosforečnanov, ktorý je výhodnejší pre ďalšie spracovanie napr. cementáciou, bitumentáciou, ako silne kyslé kvapalné rádioaktívne odpady z dekontaminácie, ktoré sa uvedenými technológiami nedajú spracovať.

P r í k l a d 1

Do varnej nádoby boli dávkané kontaminovaný roztok (16,5 % objemových kyseliny fosforečnej s koncentráciou železa 17 g dm^{-3} a objemovou aktivitou Co-60 $1,4 \text{ MBq dm}^{-3}$), izoamylalkohol a benzén v pomere objemov 1:1:1. Delič azeotropu bol naplnený benzénom. Zmes bola mechanicky miešaná (150 min^{-1}) a zahrievaná, pokiaľ sa neoddestilovalo 80 až 90 % (obj.) vody. Potom bola organická fáza oddelená od zvyšku, z ktorej bola destilovanou vodou kvantitatívne vymytá kyselina fosforečná. Zahustený zvyšok po destilácii bol rozpustený v oddestilovanej vode a po pridaní vymytej organickej fázy bol postup zopakovaný. Počínajúc 2. cyklom bola po rozpustení zvyšku vo vode odfiltrovaná vzniknutá pevná fáza a so zvyšným roztokom sa postup opakoval tretíkrát.

Po 1. cykle bol vzhľadom k počiatočnej koncentrácii kyseliny fosforečnej dosiahnutý 44 % výťažok kyseliny fosforečnej.

Po 3. cykle bol dosiahnutý celkový výťažok kyseliny 60 %. Koncentrácia železa v spätne získanej kyseline klesla oproti pôvodnej koncentrácii železa 32krát, dekontaminačný faktor (DF) pre Co-60 bol 60.

P r í k l a d 2

Do varnej nádoby boli dávkané kontaminovaný roztok (zloženie ako v príklade 1), TBP a

benzén v pomere objemov 1:0,6:1. Delič azeotropu bol naplnený benzénom. Zmes bola mechanicky miešaná (150 ot min^{-1}) a zohrievaná, pokiaľ nebola voda oddestilovaná z roztoku úplne. Potom bola organická fáza oddelená od zvyšku. Z nej bola destilovanou vodou kvantitatívne vymytá kyselina fosforečná. Zahustený zvyšok po destilácii bol rozpustený v oddestilovanej vode a po pridaní vymytej organickej fázy bol postup zopakovaný. Počínajúc 2. cyklom bola po rozpustení zvyšku vo vode odfiltrovaná vzniknutá pevná fáza a so zvyšným roztokom sa postup opakoval tretíkrát.

Po 1. cykle bol vzhľadom k pôvodnej koncentrácii kyseliny dosiahnutý 35 % výťažok kyseliny fosforečnej.

Po 3. cykle bol dosiahnutý celkový výťažok kyseliny 55 %. Koncentrácia železa v získanej kyseline klesla oproti pôvodnej koncentrácii železa v kyseline 75krát a dekontaminačný faktor (DF) pre Co-60 bol 275.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob spätného získavania kyseliny fosforečnej z kontaminovaných roztokov pripravených na báze zriedenej kyseliny fosforečnej vyznačujúci sa tým, že do kontaminovaného roztoku sa pridá roztok extrakčného činidla zložený z izoamylalkoholu, alebo tributylfosfátu a benzénu, alebo toluénu a z takto pripravenej zmesi sa azeotropicky oddestiluje 80 až 100 % objemových vody, pričom sa súčasne kyselina fosforečná extrahuje do organickej fázy, z ktorej sa po oddelení od zvyšku následným vymytím vodou získa spätne kyselina fosforečná.