

19 BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

12 **Offenlegungsschrift**
11 **DE 3211221 A1**

61 Int. Cl. 3:

G21 F9/06

G 21 F 9/08

G 21 F 9/16

21 Aktenzeichen: P 32 11 221.1-33

22 Anmeldetag: 26. 3. 82

43 Offenlegungstag: 14. 10. 82

30 Unionspriorität: 32 33 31

02.04.81 US 250439

71 Anmelder:

General Electric Co., Schenectady, N.Y., US

74 Vertreter:

Schüler, H., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., Pat.-Anw., 6000
Frankfurt

72 Erfinder:

Fox, Daniel, Wayne, Pittsfield, Mass., US; Miller, George,
Phillip; Weech, Marx, Elson, San Jose, Calif., US

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 **Verfahren zur Volumenverringerng und Einkapselung von wasserhaltigem, schwach-radio-aktivem Abfall**

Lösungen oder Aufschlämmungen von Abfallmaterial in Wasser werden entwässert und in einem Polymerisat zur Beseitigung eingeschlossen, wobei Wasser durch Verdampfen als azeotropes Gemisch entfernt und der entwässerte Abfallrückstand in einem organischen Polymerisat eingeschlossen wird. Das offenbarte Verfahren und System sind besonders brauchbar zur sicheren Beseitigung radioaktiven Abfalls.
(32 11 221)

DE 3211221 A1

DE 3211221 A1

3211221

Dr. rer. nat. Horst Schüler
PATENTANWALT

6000 Frankfurt/Main 1, 25. März 1982
Kaiserstrasse 41 Pr./Dr.Sb./he.
Telefon (0611) 235555
Telex 04-16759 mapat d
Postscheck-Konto: 2824 20-602 Frankfurt/M.
Bankkonto: 225/0389
Deutsche Bank AG, Frankfurt/M.

8871-24UM-O4477

GENERAL ELECTRIC COMPANY
1 River Road
Schenectady, N.Y./U.S.A.

Patentansprüche

①. Verfahren zum Entfernen von Wasser aus wasserhaltigem Abfallmaterial und zum Einkapseln des anfallenden entwässerten Abfallmaterials, gekennzeichnet durch die Kombination der Stufen:

- a. Zusammenbringen einer wasserunlöslichen organischen, ein tiefsiedendes azeotropes Gemisch mit Wasser bildenden Flüssigkeit mit Wasser und nichtflüchtigem Abfallmaterial und Erhitzen des azeotropen Gemischs zum Verdampfen des Wassers und der organischen Flüssigkeit und dadurch Entwässern des Abfallmaterials und
- b. Verteilen einer polymerisierbaren Masse im

entwässerten Abfallmaterial und Bilden einer das entwässerte Abfallmaterial umgebenden Polymer-Einkapselung.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß eine ein polymerisierbares Monomer umfassende wasserunlösliche organische Flüssigkeit verwendet wird.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß als polymerisierbares Monomer ein solches aus der Gruppe Styrol und Vinyltoluol verwendet wird.

4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß als wasserunlösliche organische Flüssigkeit eine polymerisierende, das das entwässerte Abfallmaterial einschließende Polymerisat bildende Komponente verwendet wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß ein copolymerisierendes Mittel mit dem Monomer zur Bildung der Polymer - Einkapselung um das entwässerte Abfallmaterial herum kombiniert wird.

6. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß ein Polymerisationskatalysator dem Monomer zur Bildung der Polymer - Einkapselung um das entwässerte Abfallmaterial herum zugesetzt wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß zum Einkapseln des entwässerten Abfallmaterials ein Polymer aus der Gruppe der Polyester, Divinylester und Epoxidharze verwendet wird.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß als wasserunlösliche organische Flüssigkeit ein polymerisierbares Monomer verwendet wird und dieses von dem Wasser des verdampften azeotropen Gemischs ab-

getrennt und mit entwässertem Abfallmaterial zur Bildung eines das entwässerte Abfallmaterial einkapselnden Polymers zusammengebracht wird.

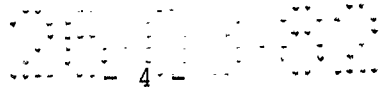
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß ein radioaktive Bestandteile aufweisendes Abfallmaterial behandelt wird.

10. Verfahren zur Verringerung des Wasservolumens in wasserhaltigem Abfallmaterial und zum Einkapseln des anfallenden entwässerten Abfallmaterials, gekennzeichnet durch die Kombination der Stufen:

- a. Zusammenbringen einer wasserunlöslichen organischen, mit Wasser ein tiefsiedendes azeotropes Gemisch bildenden Flüssigkeit mit Abfallmaterial enthaltendem Wasser und Erhitzen des azeotropen Gemischs zum Verdampfen des Wassers und der organischen Flüssigkeit und dadurch zum Entwässern des Abfallmaterials,
- b. Abtrennen der organischen Flüssigkeit von dem Wasser des verdampften azeotropen Gemischs und
- c. Verteilen eines polymerisierenden Mittels in dem entwässerten Abfallmaterial und Bilden einer das entwässerte Abfallmaterial umgebenden Polymer-Einkapselung.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die organische Flüssigkeit von dem Wasser des verdampften azeotropen Gemischs abgetrennt und mit dem Abfallmaterial zusammengebracht wird.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß eine ein polymerisierbares Monomer umfassende wasserunlösliche organische Flüssigkeit verwendet wird.



13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß als polymerisierbares Monomer Styrol verwendet wird.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß eine ein polymerisierbares Monomer umfassende wasserunlösliche organische Flüssigkeit verwendet und nach dem Abtrennen vom Wasser des verdampften azeotropen Gemischs das Monomer gewonnen und mit dem Abfallmaterial zu dessen Einschluß zusammengebracht wird.

15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß ein copolymerisierendes Mittel mit dem Monomer zur Bildung des das Abfallmaterial einschließenden Polymerisats zusammengebracht wird.

16. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß ein Polymerisationskatalysator dem Monomer zur Bildung des das Abfallmaterial einschließenden Polymerisats zugesetzt wird.

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß das das Abfallmaterial einschließende Polymerisat ein Copolymerisat aus der Gruppe ungesättigter Polyester, härtpbarer Ester mit Vinylendgruppen und Epoxidharze umfaßt.

18. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß das azeotrope Gemisch zum Verdampfen des Wassers und der organischen Flüssigkeit auf eine Temperatur unter der Siedetemperatur des Wassers mit dem löslichen Abfallmaterial darin erwärmt wird.

19. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß ein radioaktive Bestandteile aufweisendes Abfallmaterial behandelt wird.

20. Verfahren zum Verringern des Volumens von Wasser in wasserhaltigem radioaktivem Abfallmaterial und zum Einschließen des anfallenden entwässerten radioaktiven Abfallmaterials in einem Polymermaterial, gekennzeichnet durch die Kombination der Stufen:

- a. Zusammenbringen einer wasserunlöslichen organischen, mit Wasser ein tiefsiedendes azeotropes Gemisch bildenden Flüssigkeit mit radioaktivem Abfallmaterial enthaltendem Wasser und Erhitzen des azeotropen Gemischs auf eine Temperatur von weniger als etwa 100 °C zum Verdampfen des Wassers und der organischen Flüssigkeit und dadurch zum Entwässern des Abfallmaterials,
- b. Abtrennen der organischen Flüssigkeit von dem Wasser aus dem verdampften azeotropen Gemisch und Zusammenbringen der abgetrennten organischen Flüssigkeit mit dem Abfallmaterial und
- c. Verteilen eines polymerisierenden Mittels in dem entwässerten radioaktiven Abfallmaterial und Bilden einer das entwässerte radioaktive Abfallmaterial umgebenden Polymer-Einkapselung.

21. Verfahren nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß als wasserunlösliche Flüssigkeit ein das polymerisierende Mittel umfassendes polymerisierbares Monomer verwendet wird.

22. Verfahren nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß als polymerisierbares Monomer Styrol verwendet wird.

23. Verfahren nach Anspruch 21 oder 22, dadurch gekennzeichnet, daß ein Polymerisationskatalysator dem Monomer zur Bildung des das radioaktive Abfallmaterial einschließenden Polymerisats zugesetzt wird.

24. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 23, dadurch gekennzeichnet, daß das das radioaktive Abfallmaterial einschließende Polymerisat ein Copolymerisat aus der Gruppe ungesättigter Polyester, härtpbarer Ester mit Vinylendgruppen und Epoxyharze umfaßt.

25. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 24, dadurch gekennzeichnet, daß das das radioaktive Abfallmaterial einschließende Polymerisat ein Epoxypolymer umfaßt und die wasserunlösliche organische Flüssigkeit des azeotropen Gemischs wenigstens eine wasserunlösliche organische Flüssigkeit aus der Gruppe Benzol, Toluol, Petroläther, Keton und Aldehyd, umfaßt.

Verfahren zur Volumenverringernng und Einkapselung von
wasserhaltigem, schwach-radioaktivem Abfall

Die Erfindung bezieht sich allgemein auf das Präparieren wasserhaltiger Abfallmaterialien als Lösungen oder Aufschlammungen zu ihrer wirksamen Beseitigung, insbesondere auf die Beseitigung wasserhaltiger, radioaktiver Abfallmaterialien aus Kernkraftanlagen, und sorgt für deren Volumenverringernng und sichere Lagerung oder Beseitigung.

Leichtwasser-moderierte und -gekühlte Kernkraftanlagen erfordern extensive Wasserbehandlungseinrichtungen, um das Wasser innerhalb vorgeschriebener Radioaktivitäts- und Reinheitsgrenzen zu halten. Im Wasser mitgerissene Korrosionsprodukte werden während ihres Durchgangs durch den Reaktorkern aktiviert, und manche Spaltprodukte treten aus den Brennstoffbündeln in das Wasser aus. Die Behandlungsverfahren zur Reinigung solchen Wassers liefern Abwässer aus Ionenaustauscherregenerierlösungen, die gewöhnlich Lösungen von Natriumsulfat, Filterschlämme kombiniert mit Ionenaustauscher- oder anderen Filterhilfsmittelmaterien, und Ionenaustauscherharzabfälle umfassen, die alle etwas radioaktiv sind. Diese Abfälle er-

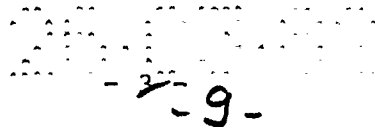
fordern eine Einkapselung oder ein Einschließen, um einen Austritt in das Grundwasser minimal zu halten, sowie eine Beseitigung für endgültige Beseitigung.

Bislang sind diese Abfälle mit Beton, Asphalt oder Harnstoff-Formaldehyd als Einschlußmedien gemischt worden. Diese Verfahren liefern jedoch keine ausreichende Volumenverringerung, und im Falle des Einschlusses in Beton nimmt das Volumen zu. Die Beseitigungs- und Transportkosten haben in den letzten Jahren erheblich eskaliert, was das Beseitigungsvolumen und somit die Verringerung des Abfallvolumens überragende wirtschaftliche Bedeutung erlangen läßt.

Die Möglichkeit des Austritts radioaktiver Materialien aus beseitigtem Abfall in das Grundwasser ist auch ein sehr empfindliches Kriterium geworden. Keines der obigen Einschlußmaterialien bietet eine hinreichend niedrige Austrittsrate über einen langen Zeitraum, um Probleme auf diesem Gebiet zu vermeiden.

Andere Beseitigungstechniken sind in der US-PS 4 077 901 erörtert, wonach die radioaktiven Abfall-Lösungen oder Aufschlammungen in einem Polymerisationsmittel dispergiert werden, das um den Abfall zur Beseitigung ein festes Polymerisat bildet. Auch die US-PS 4 119 560 erörtert ein Dehydratisieren der Abfälle mit einem erhitzten inerten Träger und schließlich den Einschluß des getrockneten Abfalls in einem Epoxypolymerisat zur Beseitigung.

Die Erfindung umfaßt ein Verfahren und ein System zum Entwässern eines Abfallstroms durch azeotrope Destillation unter Verwendung eines nicht-wasserlöslichen Kohlenwasserstoffs und das Einschließen des Restes oder Rückstands des entwässertes Abfalls mit einem organischen Polymerisat. Bei den bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung kann ein polymerisierbares Monomer als eine Komponente des azeotropen Gemischs wirken, um das Entfernen von Wasser zu ermöglichen oder zu erleichtern,



und dann Teil des einschließenden Polymerisats werden.

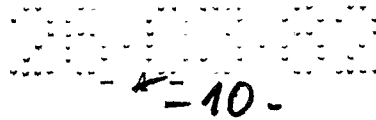
Die Figur beinhaltet ein Fließschema des eine Ausführungsform der Erfindung veranschaulichenden Systems.

Die Erfindung wendet ein Prinzip des azeotropen Trocknens an, um Wasser aus kontaminierten Lösungen oder Aufschlämungen zu entfernen. Die Destillationstemperaturen sind stets niedriger als die der am tiefsten siedenden Komponente des Gemischs. Der volumenmäßig herabgesetzte, entwässerte und vorzugsweise mit einem polymerisierbaren Monomeren benetzte Abfall wird danach durch Kombinieren mit einem coreaktiven Polymeren eingeschlossen, wobei der Abfall darin eingehüllt ist.

Bei den bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung wird ein polymerisierendes Monomer, wie Styrol, zur Bildung des azeotropen Gemischs und als Coreagens zur Bildung des einkapselnden Polymerisats eingesetzt. So kann dieselbe Flüssigkeit, die eine Komponente des azeotropen Gemischs für den Entwässerungsvorgang liefert, im Abfall belassen und/oder zu ihm zurückgeführt werden, um das einschließende Polymerisat zu bilden.

Unter Bezugnahme auf die Figur dient das beispielhafte Entwässerungs- und einkapselnde Abfallbeseitigungssystem 10 auch der Veranschaulichung der Verfahrensabläufe und -folge der Erfindung sowie einer geeigneten Vorrichtung zu deren Durchführung.

Wasserhaltiges Abfallmaterial wird zu einem Behälter 12 des Systems 10 zur Beseitigung von Wasser und zum Einschließen gemäß der Erfindung geführt. Der Behälter 12 ist mit einer geeigneten Heizeinrichtung, wie einem Mantel 14 für ein Heizmedium, z.B. Dampf oder Heißwasser, und einer Mischeinrichtung zum Vereinigen von Bestandteilen darin, wie einem Mischerblatt 16, mit einem Antrieb, wie einem Motor, ausgestattet. Der Be-



hälter 12 weist einen Zufuhrmaterialeinlaß 18 zur Aufnahme wasserhaltigen Abfalls und einen Auslaß 20, vorzugsweise in einem unteren Teil angeordnet, zum Ausbringen des Inhalts auf.

Eine wasserunlösliche organische Flüssigkeit wird dem Behälter 12 von einer Versorgungsquelle, wie einem Behälter 22, zum Mischen mit dem wasserhaltigen Abfall zugeführt, wodurch ein tiefsiedendes Gemisch der organischen Flüssigkeit mit dem Wasser gebildet wird.

Das System kann mit einer Reihe organischer Zufuhrmaterialien betrieben werden. Beispielsweise kann Styrol vom Vorratsbehälter 22 zugeführt und zur Bildung des Azeotrops mit Wasser zu dessen Entfernung verwendet werden, oder Materialien, die Styrol enthalten, wie handelsübliche ungesättigte Polyester oder härtbare Ester mit Vinyl-Endgruppen können aus dem Vorratsbehälter 22 zugesetzt werden, wobei die Styrolkomponente des Gemischs zur Bildung des Azeotrops mit Wasser verwendet wird.

Das System kann mit einer Reihe von Versorgungsbehältern 22, 22' usw. ausgestattet sein, um den Behälter 12 mit irgend einem oder mehreren der das azeotrope Gemisch und/oder das Polymerisat bildenden Mittel zu versorgen.

Der Behälter 12 kann auch, je nach Notwendigkeit oder Eignung, mit einer Quelle, wie einem Behälter 24, irgend eines anwendbaren, die Polymerisation steuernden Mittels ausgestattet sein, das einen Polymerisationsinhibitor, wie Mono-t-butylhydrochinon, oder einen Polymerisationskatalysator oder ein Härtungsmittel, wie Benzoylperoxid, umfaßt.

Wenn der wasserhaltigen Abfall enthaltende Behälter 12 mit einer wasserunlöslichen organischen Flüssigkeit versorgt wird, z.B. mit dem polymerisierbaren Monomer Styrol oder Vinyltoluol, verteilt sich die organische Flüssigkeit über das Wasser und

bildet ein azeotropes Gemisch verhältnismäßig niedriger Siedetemperatur. Beim Erwärmen des azeotropen Gemischs, z.B. mit Dampf im Mantel 14, verdampft das tiefsiedende Gemisch aus Wasser und organischer Flüssigkeit, und das Dampfgemisch wird in einem mit dem verdampfenden Behälter 12 verbundenen Kühler 28 geleitet. Durch Senken des Atmosphärendrucks im Behälter kann das Verdampfen des azeotropen Gemischs gefördert und dessen Temperatur herabgesetzt werden. Die Einrichtung zur Herabsetzung des Behälterdrucks stellt eine Verbindung mit einer Vakuumquelle 26, wie einer Vakuumpumpe, dar.

Der aus Wasser und organischem Material gebildete Dampf des verdampften azeotropen Gemischs wird zu einer Flüssigkeit im Kühler 28 gekühlt und das Kondensat in einem Flüssigphasenscheider 30 geleitet. Die beiden Flüssigphasen werden im Scheider getrennt und die wässrige Phase daraus verworfen.

Die wasserunlösliche organische flüssige Phase wird über der Wasserphase im Scheider 30 dekantiert und kann zum Verdampfungsbehälter 12 zur erneuten Verwendung rückgeführt oder anderweitig beseitigt werden. Die abgetrennte und rückgeführte organische Flüssigkeit kann wieder zur Bildung eines azeotropen Gemischs mit Wasser für weitere Tieftemperaturverdampfung in einem kontinuierlichen Vorgang verwendet oder einfach für einen späteren Chargenbetrieb rückgeführt werden.

So kann das Entwässern des wasserhaltigen Abfalls bis zu jedem beliebigen Grad der Beseitigung des Wassergehalts ablaufen, entweder durch Erneuern oder durch Rückführen der organischen Flüssigkeit zur Aufrechterhaltung des azeotropen Gemischs und zu dessen Verdampfung.

Ist eine Volumenverringerung durch Entwässern des wasserhaltigen Abfalls in geeignetem Ausmaß erreicht, kann das Einschließen des verbliebenen Abfallmaterials mit einem organischen Polymer erfolgen.

-12-

Polymerisierende Mittel, Katalysator, zusätzliche Monomere oder ungesättigte Vorpolymere können den Behälter 12 über irgend eine der oder eine Kombination von Quellen und Formen zugeführt werden. Organische Massen, die durch herkömmliche Reaktionen polymerisieren, können in den Behälter 12 durch Versorgungsbehälter 22, 22' usw. zwecks Kombination mit dem Abfall und seinem Einschluß neu zugeführt werden. Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung jedoch wird wenigstens einer der Bestandteile der Polymerisation zum Einschließen vorzugsweise wenn immer möglich beim Entwässerungsvorgang als Komponente des tiefsiedenden azeotropen Gemischs verwendet. Wenn eine organische Flüssigkeit die Doppelrolle der Bildung des azeotropen Gemischs mit dem Wasser und eines Bestandteils des einschließenden Polymeren erfüllt, muß es nur in den Verdampfungsbehälter 12 vom Kühler 28 und Scheider 30 rückgeführt werden und nimmt an der Bildung des einschließenden Polymerisats teil. Natürlich kann ein Teil des/der polymerisatbildenden Bestandteils(e) durch Rückführen aus der Verdampfung des azeotropen Gemischs zur Verfügung gestellt und ein Teil neu eingeführt werden. Oder aber eine Komponente zur Bildung des Polymerisats kann zur Erzeugung des azeotropen Gemischs verwendet und zum Behälter 12 rückgeführt werden, während eine oder mehrere andere Komponenten für das Polymerisat dem Behälter zum Einschließen direkt neu zugeführt werden kann bzw. können.

In jedem Falle umfassen die Polymermassen, Polymerisationsreaktionen und polymerisierenden Mittel und dergleichen, die zu ihrer Bildung eingesetzt werden, darunter Monomere, Katalysatoren und Härtungsmittel, alle herkömmliche Mittel, Reaktionen und Bestandteile, wie sie auf dem Fachgebiet bekannt sind. Vgl. z.B. die in der US-PS 4 077 901 und 4 119 560 beschriebenen Polymerisate.

Polymere der ungesättigten Polyester, härtbare Ester mit Vinylendgruppen und solche der Epoxyklassen eignen sich im allgemeinen für das Einschließen von Abfall und stellen bevorzugte Aus-

-13-

führungsformen der Erfindung dar.

Polyester und Divinylester sind Beispiele für geeignete Polymere, die Styrol oder Vinyltoluol als Monomer einschließen können. Ein typisches ungesättigtes Polyesterpolymer umfaßt ein Reaktionsprodukt von Phthalsäure, Maleinsäure und mehrwertigem Alkohol. Und ein typischer härtbarer Ester mit Vinylendgruppen ist z.B. ein Bis-(acrylatester) eines Diols.

Die folgende Arbeitsweise veranschaulicht eine Ausführungsform der Erfindung, die ein Polymerisat, wie einen ungesättigten Polyester oder Divinylester, und ein Monomer des Styrol- oder Vinyltoluol-Typs verwendet, das als eine Komponente des azeotropen Gemischs und des einschließenden Polymerisats wirkt: Styrol wurde mit einem wasserhaltigen Abfall zusammengebracht, der 20 Gew.-% Natriumsulfat enthielt, um einen Ionenaustauscher-Regenerierlösungsauslauf zu simulieren, und zwar in einem geeigneten Behälter, der mit Dampf beheizt wurde, wie in der Figur mit 12 wiedergegeben. Styrol wurde in einer Menge von etwa 17,7 kg/45,4 kg Natriumsulfat im Abwasser zugesetzt. Das Gemisch wurde erwärmt und bei Atmosphärendruck bei seinem Siedepunkt von 94°C gehalten, und es bildete sich das Azeotrop aus Wasser und Styrol und verdampfte in einem Verhältnis von etwa 59,1 % Styrol und etwa 40,9 % Wasser. Der Dampf wurde aufgefangen und kondensiert, und, da Wasser und Styrol ineinander unlöslich sind, die beiden Phasen getrennt, das Wasser in einer geeigneten Weise verworfen und das Styrol zur Abfalllösung oder -suspension im Behälter rückgeführt. Das Rückführen des Styrols wurde fortgesetzt, bis praktisch das gesamte Wasser aus den 45,4 kg Natriumsulfat entfernt war. Nun stieg die Temperatur mit dem zu Ende gehen des noch vorhandenen azeotropen Styrol/Wasser-Gemischs, und der Temperaturanstieg signalisierte die praktische Entfernung des Wassers.

Etwa 11,8 kg Polyester oder Divinylester-Bestandteile wurden dem entwässerten Abfall zugesetzt und durch Mischen verteilt.



Die Bestandteile der benutzten Polymerzusammensetzung können einzeln, wie aus den dargestellten Versorgungsbehältern 22, 22' usw., oder als handelsübliche Mischung der Bestandteile eingebracht werden. Etwa 136 g Katalysator, z.B. Benzylperoxid, wurden den anderen Komponenten im Behälter 12 zugesetzt und die Kombination polymerisierender Mittel und entwässerten Abfalls in einen Behälter 32 ausgebracht. Alternativ kann das die Polymerisation aktivierende Mittel, wie ein Katalysator oder Härtungsmittel, zugesetzt werden, nachdem die Polymerisatbestandteile und der entwässerte Abfall aus dem Verdampfungs-Behälter entfernt worden sind. Bei jeder Arbeitsweise erfolgt die Polymerisation, wobei sich der Abfall in dem/den polymerisierenden Bestandteil(en) befindet, was zu einer festen Masse führt, die das entwässerte Abfallmaterial in einem wenig auszulaugenden Polymer einhüllt. Die Volumenverringerung von einer 20%igen Natriumsulfatlösung zu einem verfestigten Produkt erfolgte auf etwa 1/4 bis 1/10.

Es stehen Polymerisationskatalysatoren zur Verfügung, die bei einem gegebenen Temperaturwert wirksam werden. So kann der Katalysator zusammen mit den anderen polymerisierenden Mitteln in ein azeotropes Gemisch eingebracht und die Entwässerung durch azeotrope Gemischverdampfung unter der Aktivierungstemperatur des Katalysators durchgeführt werden, um die Polymerisation bis zu einem Zeitpunkt hinauszuschieben, bei dem ein angemessenes Wasservolumen entfernt worden ist. Nach dem Ausbringen des Wasser-Polymergemischs in die Produkttrommel 32 wird diese erwärmt, um die Polymerisation zu starten. Im Behälter 12 zurückbleibender Katalysator polymerisiert die nachfolgende Charge nicht, da die den Katalysator aktivierende Temperatur nicht erreicht wird.

Im Handel verfügbare Massen aus Polymerbestandteilen, die Styrol enthalten, enthalten häufig Polymerisationsinhibitoren, um die vorzeitige Polymerisation des Styrols auszuschließen. Verminderter Druck kann angewandt werden, um die entwässernde Verdampfung

- 15 -

bei tieferen oder mäßigeren Temperaturen, die mit den das inhibierte Styrol enthaltenden Massen kompatibel sind, durchzuführen, und die Polymerisation erfolgt dann anschließend bei höheren Temperaturen.

Typische Epoxypolymermassen oder Bestandteile dafür umfassen kein Styrol oder einen vergleichbaren Bestandteil, der ein azeotropes Gemisch mit Wasser bildet. So wird, wenn ein Epoxypolymer zum Einschließen verwendet wird, eine geeignete wasserunlösliche organische Flüssigkeit, wie Benzol, Toluol, Petroläther, ein Keton oder ein Aldehyd, dem wasserhaltigen Abfall in einer zur Bildung des azeotropen Gemischs mit dem Wasser geeigneten Geschwindigkeit oder Menge zugesetzt. Beispielsweise sind die azeotropen Siedetemperaturen und Zusammensetzungsverhältnisse für zwei der genannten organischen Flüssigkeiten bei Atmosphärendruck wie folgt:

Azeotrop	Sdp., °C	Dampfbzusammensetzung, Gew.-% H ₂ O
Benzol-H ₂ O	69,3	8,9
Toluol-H ₂ O	84,1	19,6

Neben der Unlöslichkeit in Wasser, um die Trennung vom Wasser zu ermöglichen, muß die organische Flüssigkeit für die Bildung des Azeotrops eine Siedetemperatur haben, die beträchtlich unter denen der Bestandteile der Polymerzusammensetzung liegt, wenn alle solche Komponenten gleichzeitig vorhanden sein sollen. Auch sollte die Flüssigkeit so ausgewählt werden, daß ein Azeotrop mit Mindestsiedetemperatur entsteht, und je höher der Anteil des Wassers im Azeotropverhältnis ist, um so wirksamer ist der Entwässerungsvorgang.

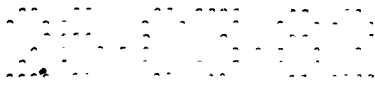
Eine weitere Ausführungsform der Erfindung, die ein Epoxy-polymer für das Einschließen verwendet, ist wie folgt zu veranschaulichen: Ein in Wasser befindlicher Abfall mit etwa 20 Gew.-% Natriumsulfat wurde dem Behälter 12 zugeführt, der

- 76 -

Toluol und eine Epoxyharzmasse aus Diglycidyläther von Bisphenol A (Epon 828, Shell Chemical Co.) enthielt. Der Abfall wurde zugeführt, bis etwa 45,4 kg Na_2SO_4 angesammelt waren. Die Temperatur im Behälter wurde bei etwa 85°C gehalten, während das Wasser-Toluol-Azeotrop verdampfte, und das Toluol wurde zurückgeführt, während man das Wasser verwarf. Ein Temperaturanstieg zeigte bei einer Volumenverringerung auf etwa $1/7$ an, daß praktisch alles Wasser entfernt war. Das Toluol wurde dann bei etwa 110°C verdampft, um es vom Epoxymaterial und Abfall zu entfernen, und das verdampfte Toluol wurde kondensiert und zur Wiederverwendung aufbewahrt.

Den Rückstand aus Abfall und Epoxyharz mischte man, um das Harz in dem Abfall zu verteilen, ein aus 5 bis 6 Gewichtsteilen Diäthylaminopropylamin pro 100 Gewichtsteile des Epoxyharzes bestehendes Härtungsmittel wurde zugesetzt, mit dem Rückstand vermischt und die Härtung durchgeführt, um den Abfall in dem verfestigten Epoxypolymer einzuschließen.

Nummer: 3211221
 Int. Cl.³: G 21 F 9/06
 Anmeldetag: 26. März 1982
 Offenlegungstag: 14. Oktober 1982



-17-

