

J A E R I - M  
93-009

群分離法の開発：模擬高レベル廃液の脱硝により  
生成するスラリーのろ過特性

1993年2月

松村 昌明\*・近藤 康雄・久保田益充

JAERI-Mレポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。

入手の間合わせは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11 茨城県那珂郡東海村）あて、お申し込みください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11 茨城県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費領布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Division Department of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokaimura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1993

編集兼発行 日本原子力研究所  
印刷 ニッセイエプロ株式会社

群分離法の開発：模擬高レベル廃液の  
脱硝により生成するスラリーのろ過特性

日本原子力研究所東海研究所燃料安全工学部

松村 昌明\*・近藤 康雄・久保田益充

(1993年1月6日受理)

模擬高レベル廃液の脱硝により生成するスラリーのろ過特性を実験的に調べた。スラリーのろ過特性はスラリー中の固体の粒度分布に大きく影響された。スラリー中に粒径  $0.1 \mu\text{m}$  程度の微細粒子が含まれていると定圧ろ過によるスラリーからの固体分離は難しかった。一方、スラリー中に微細粒子が含まれていない場合にはスラリーのろ過はスムーズに行われた。

粒径  $0.1 \mu\text{m}$  程度の微細粒子の大部分は模擬廃液の脱硝時に生成し、これらの微細粒子の生成は、(1) 脱硝前に  $5.7 \times 10^6$  (J/L) 以上の熱を加えて還流を行うか、(2) 脱硝時に  $1.1 \times 10^7$  (J/L) 以上の熱を加えることにより効果的に抑制できた。また、(1) の効果は還流時の液量には依存しなかった。

Development of Partitioning Method : Filterability of Slurry  
Formed in Denitration of Simulated High Level Liquid Waste

Masaaki MATSUMURA<sup>\*</sup>, Yasuo KONDO and Masumitsu KUBOTA

Department of Fuel Safety Research  
Tokai Research Establishment  
Japan Atomic Energy Research Institute  
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received January 6, 1993)

The filterability of slurry formed in the denitration of a simulated high level liquid waste (HLLW) was experimentally examined. The particle size distribution of the sludge greatly affected the filtering characteristics of the slurry. If the slurry contained fine particles of around 0.1  $\mu\text{m}$  diameter, it was difficult to separate the solids by a constant pressure filtration. On the other hand, the slurry without fine particles could be smoothly filtered.

Most of the fine particles of around 0.1  $\mu\text{m}$  diameter were formed during the denitration of the simulated HLLW. The formation of these fine particles was effectively suppressed by following methods: (1) refluxing the simulated HLLW before denitration until the total heat input exceeds  $5.7 \times 10^6$  [J/L] or (2) adding the total heat input more than  $1.1 \times 10^7$  [J/L] to the simulated HLLW during the denitration. The effect of (1) was observed independent of the liquid volume in one batch reflux operation.

Keywords: Filtration, Filterability, High level liquid Waste,  
Partitioning, Particle Size, Slurry, Denitration

---

\* HITACHI Techno-Engineering Co., Ltd.

目 次

1. 緒 言 .....	1
2. 実 験 .....	1
2.1 試 薬 .....	1
2.2 模擬廃液 .....	2
2.3 スラリーの調製 .....	2
2.4 ろ 過 .....	2
3. 結果と考察 .....	4
3.1 スラリーの性状 .....	4
3.2 スラリーのろ過特性 .....	6
4. 結 論 .....	8
謝 辞 .....	9
参考文献 .....	9

Contents

	Page
1. Introduction .....	1
2. Experimental .....	1
2.1 Reagents .....	1
2.2 Simulated High Level Liquid Waste .....	2
2.3 Preparation of Slurry .....	2
2.4 Filtration .....	2
3. Results and Discussion .....	4
3.1 Characteristics of Slurry .....	4
3.2 Filtration Characteristics of Slurry .....	6
4. Conclusion .....	8
Acknowledgment .....	9
References .....	9

## 1 . 緒言

現在、群分離研究室では、使用済み燃料の再処理の際に発生する高レベル廃液を安全かつ合理的に処分すること、また同時に有用な元素を回収利用することを目的として、高レベル廃液に含まれる放射性核種をその化学的性質、放射能毒性、半減期等に応じて、超ウラン元素群、Tc-白金族元素群、Cs-Sr群、その他の元素群の4群に分離する群分離プロセスの開発を進めている (Fig.1) <sup>1)</sup>。

この群分離プロセスでは、ジイソデシルリン酸 (DIDPA) による超ウラン元素 (TRU) 群の抽出効率を高めるために抽出工程の前処理として高レベル廃液の硝酸濃度を2 M から約0.5 M に調整する必要がある<sup>2)</sup>。これまでの実験から、ギ酸と硝酸のモル比1.5 の条件で高レベル廃液を脱硝すれば酸性度を上記の値に調整でき<sup>3)</sup>、かつ、超ウラン元素の抽出時にDIDPA へ共抽出されるMo, Zrの85% 以上を沈殿として分離できること<sup>4)</sup>が明らかとなっている。

本方法を群分離プロセスに適用する場合には、抽出前に脱硝により生じた沈殿を除去することが必須条件となる。この沈殿物の除去すなわち固液分離方法としてろ過を採用することを考えているが、固液分離特性に関する化学工学的検討は現在までほとんど行っていない。群分離プロセスの実用化に当たっては、スラリーのろ過に関する化学工学試験を行い、その特性を明らかにすることが必要不可欠である。そこで本研究では、模擬高レベル廃液を使用して還流及び脱硝により生成する沈殿のろ過特性について調べ、スラリーの生成条件の変化がろ過特性に及ぼす影響について検討を行った。この際、ケーキろ過特性を表す指標であるろ過比抵抗によりろ過特性を評価した。また、ろ過特性と沈殿の粒径分布及び各元素の沈殿率の関係についても検討を行った。

本報告で検討したスラリーの生成条件は、脱硝前に行う加熱還流 (以下還流と略す) 時と脱硝時の加熱時間及び蒸発速度である。この還流は、高レベル廃液が群分離プロセスに至るまでに加熱処理されていること及び60~70℃の状態での長期保存されていることから、高レベル廃液の生成及び貯蔵過程を模擬するために行った。次に、還流時のバッチ処理量を変えたときのスラリーのろ過特性への影響を調べ、スケールアップした時の還流時間、蒸発速度とろ過比抵抗の関係について検討した。これらの試験は、今後試験を行う予定である10 L規模の脱硝ろ過装置やパイロットプラントにおけるスラリーのろ過特性を推定するために実施したものである。

## 2 . 実験

### 2.1 試薬

模擬廃液の調製に使用した試薬類は、すべて特級品を使用した。脱硝に使用したギ酸は、関東化学工業製の88%特級試薬を水酸化ナトリウム水溶液で中和滴定し、濃度を求めて使用した。

## 1. 緒言

現在、群分離研究室では、使用済み燃料の再処理の際に発生する高レベル廃液を安全かつ合理的に処分すること、また同時に有用な元素を回収利用することを目的として、高レベル廃液に含まれる放射性核種をその化学的性質、放射能毒性、半減期等に応じて、超ウラン元素群、Tc-白金族元素群、Cs-Sr群、その他の元素群の4群に分離する群分離プロセスの開発を進めている (Fig.1) <sup>1)</sup>。

この群分離プロセスでは、ジイソデシルリン酸 (DIDPA) による超ウラン元素 (TRU) 群の抽出効率を高めるために抽出工程の前処理として高レベル廃液の硝酸濃度を2 M から約0.5 M に調整する必要がある<sup>2)</sup>。これまでの実験から、ギ酸と硝酸のモル比1.5 の条件で高レベル廃液を脱硝すれば酸性度を上記の値に調整でき<sup>3)</sup>、かつ、超ウラン元素の抽出時にDIDPA へ共抽出されるMo, Zrの85% 以上を沈殿として分離できること<sup>4)</sup>が明らかとなっている。

本方法を群分離プロセスに適用する場合には、抽出前に脱硝により生じた沈殿を除去することが必須条件となる。この沈殿物の除去すなわち固液分離方法としてろ過を採用することを考えているが、固液分離特性に関する化学工学的検討は現在までほとんど行っていない。群分離プロセスの実用化に当たっては、スラリーのろ過に関する化学工学試験を行い、その特性を明らかにすることが必要不可欠である。そこで本研究では、模擬高レベル廃液を使用して還流及び脱硝により生成する沈殿のろ過特性について調べ、スラリーの生成条件の変化がろ過特性に及ぼす影響について検討を行った。この際、ケーキろ過特性を表す指標であるろ過比抵抗によりろ過特性を評価した。また、ろ過特性と沈殿の粒径分布及び各元素の沈殿率の関係についても検討を行った。

本報告で検討したスラリーの生成条件は、脱硝前に行う加熱還流 (以下還流と略す) 時と脱硝時の加熱時間及び蒸発速度である。この還流は、高レベル廃液が群分離プロセスに至るまでに加熱処理されていること及び60~70℃の状態での長期保存されていることから、高レベル廃液の生成及び貯蔵過程を模擬するために行った。次に、還流時のバッチ処理量を変えたときのスラリーのろ過特性への影響を調べ、スケールアップした時の還流時間、蒸発速度とろ過比抵抗の関係について検討した。これらの試験は、今後試験を行う予定である10 L規模の脱硝ろ過装置やパイロットプラントにおけるスラリーのろ過特性を推定するために実施したものである。

## 2. 実験

### 2.1 試薬

模擬廃液の調製に使用した試薬類は、すべて特級品を使用した。脱硝に使用したギ酸は、関東化学工業製の88%特級試薬を水酸化ナトリウム水溶液で中和滴定し、濃度を求めて使用した。

## 2.2 模擬廃液

Table 1 に高レベル廃液の組成と本実験で使用した15成分模擬廃液の組成を示す。高レベル廃液の組成は、比出力30 MW/MT, 燃焼度28,000 MWD/MT の条件で燃焼させた軽水炉燃料を5年冷却の後、Purex 法により再処理し、その際に発生するTBP ラフィネートを燃料1t当たり500Lに濃縮したと仮定してORIGENコードにより推定したものである<sup>2)</sup>。模擬廃液は、高レベル廃液中で同様な化学的挙動を示すTRU元素や希土類元素についてはNdで代替し、その他の元素については含有量の多い元素と脱硝により沈殿する元素を含むものとした。模擬廃液を作製する際、各元素は硝酸塩の形で加えたが、Moは $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ 、Teは $\text{H}_6\text{TeO}_6$ の形で添加した。

## 2.3 スラリーの調製

ろ過試験に供するスラリーは、模擬廃液を還流及び脱硝することにより調製した。本実験において実施したスラリーの調製条件をTable 2 に示す。なお、本報告では、模擬廃液を還流した後脱硝し生成したスラリーを還流脱硝スラリー、還流のみ行って生成したスラリーを還流スラリー及び脱硝のみ行って生成したスラリーを脱硝スラリーと称することとする。

還流は、模擬廃液100mL (または150, 200 mL) を調製後1 hr以内に500mL (または1 L) 還流器付丸底フラスコへ投入し、マントルヒーターで加熱し、所定時間、所定の蒸発速度にて行った。蒸発速度は、模擬廃液の加熱時に実際に溶液に負荷された熱エネルギー量を表す指標であり、予めマントルヒーターの加熱容量と溶液の蒸発量の関係を求め、加熱容量を調節して設定した。蒸発速度の単位には、フラスコ内の模擬廃液から発生し還流器で全還流される蒸気の重量を模擬廃液量及び還流時間で除したもの (単位:g/L·sec) を用いた。

脱硝は、模擬廃液 (または還流処理を行った模擬廃液) に  $[\text{HCOOH}] / [\text{HNO}_3] = 1.5$  の割合でギ酸を加えた後、還流と同様の操作を行った。

またスラリーについては、後述する方法によりろ過を行った後、ろ液中の元素濃度をICPプラズマ発光分析法により測定し、沈殿率を求めた。元素濃度分析には、セイコー電子工業社製のシーケンシャル型SPS-1200VR分析装置を用い、測定液を100~500倍に希釈して測定した。

## 2.4 ろ過

### 2.4.1 スラリーの物性、固体濃度及び粒度分布

スラリー中に含まれる沈殿の含有率を調べるため、スラリーの体積及び比重、沈殿の真密度 (乾燥状態) 及び乾燥重量を測定した。沈殿の真密度と乾燥重量の測定は、スラリー200 mLをろ過し、ろ液と同酸濃度の硝酸水溶液200 mLで洗浄したものについて行い、真密度の測定法はJIS Z 8901 (試験用ダスト) 中の真密度測定法に準じた。

また、ろ液について密度と粘度を測定した。ろ液の粘度は、キャノンフェンスケ逆流型粘度計により動粘度を測定し、算出した。

さらに、スラリー中に含まれる沈殿の粒度分布を測定した。測定装置は島津製作所製SA-CP型



遠心沈降式粒度分布装置を用いた。測定は、スラリーを測定可能な濃度に希釈して行った。希釈液には、同じスラリーのろ液をさらに0.1  $\mu\text{m}$ メンブレンフィルターでろ過したものをを用いた。

#### 2.4.2 ろ過条件

2.3 で調製したスラリーについて宮本製作所製脱水ろ過試験器を用いて定圧ろ過試験を行い、一定減圧下でろ液量とろ過時間を測定した。ろ過は、圧力 ( $\Delta P$ ) 53.3kPa (-400 mmHg)、ろ過面積  $1.96 \times 10^{-3} \text{m}^2$  (直径5cm)、ろ材：東洋濾紙 No.5A、スラリー温度25°Cの条件にて行った。なお、この圧力はろ過比抵抗測定試験で一般的に用いられる値である。ろ過終了後、上述の圧力で純水100 mLによりケーキを洗浄した。ケーキは、100 °Cで24hr乾燥後、重量を測定した。

#### 2.4.3 ろ過比抵抗の計算

ろ過機構は、ケーキろ過と清澄(または閉塞)ろ過に分離される。ケーキろ過は、固体濃度が約1 vol%以上の場合に起こるろ過機構であり、ろ過開始後まもなく固体粒子がろ材面に堆積し(ろ過ケーキが形成され)、その後ろ過ケーキ自体がろ材として作用しろ過が進行する。これに対し、清澄ろ過(閉塞ろ過)は0.1 vol%以下の希薄スラリーで起こり、ろ過ケーキは形成されず、ある種のろ材を使用して懸濁粒子をろ材内部で補足するものである。固体濃度が0.1 ~1.0%の場合は、一般的にはろ過助剤の添加または濃縮によって固体濃度を増加させ、ケーキろ過が行われる<sup>9)</sup>。

ケーキろ過では、ろ過が進行するにつれて、ケーキ厚は大きくなり、ケーキを透過するろ液の流動抵抗が増大し、ろ過速度が減少する。Ruthらによればろ過速度は、次式で表すことができる<sup>9)</sup>。(本式は、ケーキ内部の固体移動等を考慮していない。これらを考慮した式としては、白戸らの式がある<sup>7)</sup>)

$$\frac{1}{A} \cdot \frac{dV}{dt} = \frac{P}{\mu (R_c + R_m)} = \frac{P}{\mu \{ \alpha (W/A) + R_m \}} \quad (1)$$

A : ろ過面積 ( $\text{m}^2$ )      V : ろ過時間 t (sec) までに分離されたろ液量 ( $\text{m}^3$ )

p : ろ過圧力 (Pa)      W : ろ過ケーキの固体重量 (kg)

$R_c, R_m$  : 単位ろ過面積当たりのケーキ及びろ材が与える流動抵抗 ( $\text{m}^{-1}$ )

$\mu$  : ろ液粘度 (Pa·sec)

$\alpha$  : 平均ろ過比抵抗 ( $\text{m/kg}$  ,  $R_c$  はWに比例し、 $\alpha$ はその比例定数：スラリーに固有な抵抗係数で、ろ過の難易性を示す指標であり、 $10^{11} \text{m/kg}$ 以下で易ろ過性、 $10^{13} \text{m/kg}$ 以上で難ろ過性であるといわれている<sup>9)</sup>。)

この(1)式に  $V = \kappa W$  を代入すると

$$\frac{dv}{dt} = \frac{P}{\mu (\alpha v / \kappa + R_m)} \quad (2)$$

$v$  : ( $=V/A$ ) 単位ろ過面積当たりのろ液量  
 $\kappa$  : ろ過ケーキの固体重量当たりのろ液量 ( $m^3/kg$ )

定圧ろ過の場合  $\kappa$ ,  $\alpha$  が一定であるとして (2) 式を積分すると定圧ろ過式 (3) が得られる。

$$(v + v_m)^2 = K (t + t_m) \quad (3)$$

$$K = \frac{2 p \kappa}{\alpha \mu}, \quad v_m = \frac{R_m \kappa}{\alpha}, \quad t_m = \frac{v_m^2}{K} \quad (4)$$

$K$  : Ruthの定圧ろ過係数 ( $m^2/s$ )

$v_m$  : ろ材抵抗と等価の抵抗を与えるケーキを得るのに必要な仮想ろ液量 ( $m^3/m^2$ )

$t_m$  :  $v_m$ を得るのに必要な仮想ろ過時間 (sec)

(3) 式を変形すると (5) 式となる。

$$\frac{t}{v} = \frac{1}{K} (v + 2 v_m) \quad (5)$$

したがって、定圧ろ過試験データを  $t/v$  対  $v$  としてプロットすれば直線関係が得られ、直線の勾配から  $1/K$  が求めることができる。ろ過終了後、ろ過ケーキを乾燥秤量しケーキ固体重量  $W$  を求め最終ろ液量  $V$  との比をとれば、 $\kappa$  が定まり、(4) 式から  $\alpha$  を計算することができる。

本試験においては、(3) 式中のろ液量、粘度、固体濃度は、スラリーの生成条件によって大きな変化はないと考えられることから、ろ過比抵抗がろ過特性を決定すると考えられる。したがって、ろ過比抵抗はケーキろ過法適用の検討及びろ過装置の設計を行うにあたり重要なファクターであり、ろ過特性の試験を行うに当たって、まず第一に検討する事項である。

なお、今回の試験ではろ過の初期時において定圧条件が満たされないことなどの理由により  $t/v$  対  $v$  について直線関係が得られないので、 $V=10\sim 20\text{mL}$  になった時点で  $v'=0$ 、 $t'=0$  とおき、 $t'/v'$  と  $v'$  の関係をプロットし最小自乗法で傾き ( $=1/K$ ) を求め、 $\alpha$  を算出した。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 スラリーの性状

##### 3.1.1 スラリーの組成

###### (1) 還流時間、蒸発速度と沈殿率の関係

$v$  : ( $=V/A$ ) 単位ろ過面積当たりのろ液量  
 $\kappa$  : ろ過ケーキの固体重量当たりのろ液量 ( $m^3/kg$ )

定圧ろ過の場合  $\kappa$ ,  $\alpha$  が一定であるとして (2) 式を積分すると定圧ろ過式 (3) が得られる。

$$(v + v_m)^2 = K (t + t_m) \quad (3)$$

$$K = \frac{2 p \kappa}{\alpha \mu}, \quad v_m = \frac{R_m \kappa}{\alpha}, \quad t_m = \frac{v_m^2}{K} \quad (4)$$

$K$  : Ruthの定圧ろ過係数 ( $m^2/s$ )

$v_m$  : ろ材抵抗と等価の抵抗を与えるケーキを得るのに必要な仮想ろ液量 ( $m^3/m^2$ )

$t_m$  :  $v_m$ を得るのに必要な仮想ろ過時間 (sec)

(3) 式を変形すると (5) 式となる。

$$\frac{t}{v} = \frac{1}{K} (v + 2 v_m) \quad (5)$$

したがって、定圧ろ過試験データを  $t/v$  対  $v$  としてプロットすれば直線関係が得られ、直線の勾配から  $1/K$  が求めることができる。ろ過終了後、ろ過ケーキを乾燥秤量しケーキ固体重量  $W$  を求め最終ろ液量  $V$  との比をとれば、 $\kappa$  が定まり、(4) 式から  $\alpha$  を計算することができる。

本試験においては、(3) 式中のろ液量、粘度、固体濃度は、スラリーの生成条件によって大きな変化はないと考えられることから、ろ過比抵抗がろ過特性を決定すると考えられる。したがって、ろ過比抵抗はケーキろ過法適用の検討及びろ過装置の設計を行うにあたり重要なファクターであり、ろ過特性の試験を行うに当たって、まず第一に検討する事項である。

なお、今回の試験ではろ過の初期時において定圧条件が満たされないことなどの理由により  $t/v$  対  $v$  について直線関係が得られないので、 $V=10\sim 20mL$  になった時点で  $v'=0$ 、 $t'=0$  とおき、 $t'/v'$  と  $v'$  の関係をプロットし最小自乗法で傾き ( $=1/K$ ) を求め、 $\alpha$  を算出した。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 スラリーの性状

##### 3.1.1 スラリーの組成

###### (1) 還流時間、蒸発速度と沈殿率の関係

Table 2 のスラリーNo.1~3 (還流脱硝スラリー) 及び10~14 (還流スラリー) の条件でスラリーを調製した場合の還流時間とMo, Zr, Te, Ruの沈殿率の関係をFig.2 に示す。この時、還流時の蒸発速度は0.13 g/L·secと一定とした。なお、模擬廃液中に含まれる他の11元素の沈殿率は、いずれの条件においても7%以下であった。実線は還流脱硝スラリー、破線は還流スラリーの各元素の沈殿率である。還流後脱硝する場合は、還流時間を2.5, 5, 7.5 hrと長くするにつれて脱硝後に得られるスラリー中の各元素の沈殿率が低下し、特にZr, Teについては顕著に低下した。還流時間7.5 hrでは、還流脱硝スラリーにおける各元素の沈殿率は、還流スラリーの沈殿率とほぼ同じであった。同じ還流時間における還流脱硝スラリーと還流スラリーとの沈殿率の差は、脱硝時に新たに生成する沈殿の沈殿率を表していると言える。したがって、この差が小さい還流時間7.5 hrの場合、脱硝時に新たに生成する沈殿はほとんどないが、還流時間2.5 及び5 hrの場合は、ZrとTeが脱硝により新たに沈殿することがわかる。

還流時間を2.5 hrで一定とし、還流時の蒸発速度を変えた場合 (Table 2のスラリーNo.1, 4, 8) の蒸発速度とMo, Zr, Te, Ruの沈殿率の関係をFig.3 に示す。還流時間を変えたときと同様に蒸発速度を0.13から0.31 g/L·secへ大きくするにつれて脱硝後に得られるスラリー中の各元素の沈殿率が低下した。

## (2) 脱硝時間と沈殿率の関係

Fig.4 は還流時間を2.5 hr, 還流時の蒸発速度を0.13 g/L·secとしたときの還流後の脱硝時間とMo, Zr, Te, Ruの沈殿率の関係を示したものである (スラリーNo.1, 23~27)。実線は脱硝時の蒸発速度が0.31 g/L·sec、破線は同じく0.13 g/L·secの場合の沈殿率である。蒸発速度0.13 g/L·secでは、各元素の沈殿率は脱硝時間2.5 hrと7.5 hrで殆ど変化はなかった。一方、蒸発速度0.31 g/L·secでは、各元素の沈殿率は脱硝時間が2.5 hrの場合の最大値を示し、脱硝時間がこれ以上長くなると沈殿率は再び低下し、脱硝時間5 hr以上ではほぼ一定の沈殿率となった。このことは、脱硝初期に生成した沈殿はさらに加熱還流を続けることによりその約60%が再溶解することを意味している。

以上のことから、模擬高レベル廃液を還流した後脱硝した場合、沈殿の生成量は、脱硝前に行われる還流時の蒸発量 (還流時間×蒸発速度) 及び脱硝時の蒸発量 (脱硝時間×蒸発速度) によって決まり、還流時の蒸発量を大きくすれば脱硝時に新たに生成する沈殿量はわずかとなることがわかった。また、還流が十分に行われていない条件において脱硝時に生成する沈殿の量は、脱硝時の蒸発量に依存し、蒸発量が5.6 kg/L以上ではほぼ一定値となることが明らかとなった。

### 3.1.2 スラリーの物性及び固体濃度

還流脱硝スラリー (スラリーNo.6の条件で調製したもの) 及び脱硝スラリー (スラリーNo. 15の条件で調製したもの) の物性及び固体濃度について調べた結果をTable 3 に示す。脱硝スラリーと還流脱硝スラリーとも、スラリーの密度1090 kg/m<sup>3</sup>、ろ液の密度1080 kg/m<sup>3</sup>及びろ液の粘度約1.0×10<sup>-3</sup> Pa·sでほぼ同じであった。しかし、沈殿の収量、真密度は脱硝スラリーの方が大きくなっている。これは、前述したように還流脱硝スラリーは、脱硝スラリーに比べてZr, Te, Ruの沈殿率が減少することに起因するものであると言える。

また、本条件で得られたスラリー中の固体濃度は約0.5 vol%であった。

### 3.1.3 沈殿の粒度分布

ろ過試験を行った結果難ろ過性であった還流脱硝スラリー (Table 2 のスラリーNo.1) と易ろ過性であった還流脱硝スラリー (Table 2 のスラリーNo.8) 及び還流スラリー (Table 2 のスラリー No.11) についてスラリー中に含まれる沈殿の粒度分布をFig.5 に示す。いずれのサンプルとも重量%のピークは粒径約2.5  $\mu\text{m}$ にあり、沈殿の大部分は0.5  $\mu\text{m}$ 以上であった。これらのメディアン径は、それぞれA:2.0, B:2.8, C:2.1  $\mu\text{m}$ であった。難ろ過性を示したサンプルAの粒度分布には0.1  $\mu\text{m}$ 前後にも小さなピークが存在する。このピークは、Fig.5のAと還流時の条件が同じ還流のみのサンプルCには存在しないことから脱硝時に生成したものであると考えられる。

## 3.2 スラリーのろ過特性

### 3.2.1 還流時間と蒸発速度がスラリーのろ過特性に与える影響

還流脱硝スラリーについて、還流時における還流時間と蒸発速度を各々2.5~7.5hr、0.13~0.31 g/L $\cdot$ secの範囲で変え、ろ過試験を行った。比較のため、還流スラリー及び脱硝スラリーについてもろ過試験を行った。以上の試験の結果から求められたろ過比抵抗値をFig.6 に示す。還流脱硝スラリーでは、還流時間2.5 hrで蒸発速度0.31 g/L $\cdot$ secの時、還流時間5 hrで蒸発速度0.21, 0.31 g/L $\cdot$ secの時、還流時間7.5 hrでは実験した全蒸発速度で $t/v$  対 $v$  の関係が直線となり、ろ過比抵抗 $\alpha$ は $1 \times 10^{11}$  m/kg以下の易ろ過性の値を示した。ところが、還流時間2.5 hr、蒸発速度0.13, 0.21 g/L $\cdot$ secの時及び還流時間5 hr、蒸発速度0.13 g/L $\cdot$ secの時には、ろ過を開始してまもなくろ過速度が急激に低下し、 $\alpha$ は $1 \times 10^{13}$  m/kg以上の値となり、難ろ過性を示した。このような条件では、ケーキろ過が進行する過程で、ケーキまたはろ材内部でろ液流路を閉塞する現象が同時に起こっており、ろ過機構がケーキろ過から閉塞ろ過に移行していると考えられる。したがって、Fig.7 に示すように $t/v$  対 $v$  の関係は直線にならず、2.4.3 に示すろ過速度式は成り立たないが、本報告では、ろ過の難易を評価する上で便宜的に $V=0\sim 20$  mLの範囲で $t/v$  対 $v$  の関係を直線で近似してろ過比抵抗 $\alpha$ を計算し、Fig.6 にプロットした。

一方、還流スラリーでは蒸発速度0.13 g/L $\cdot$ secにおいても、還流時間1.5~7.5hrの範囲でろ過比抵抗値は $5 \times 10^{10} \sim 7 \times 10^{10}$  m/kgのほぼ一定の値を示し、易ろ過性のスラリーであった。また、脱硝スラリーについても蒸発速度0.13 g/L $\cdot$ secにおいて $2 \times 10^{10}$  m/kgの易ろ過性のスラリーであった。

還流脱硝スラリーについて横軸を蒸発量 (蒸発速度 $\times$ 還流時間) とし、Fig.6 を再プロットしたものをFig.8 に示す。Fig.8 は脱硝条件が同一の場合には、ろ過比抵抗が還流時の蒸発量すなわち模擬廃液に加えられた熱エネルギー量によって決定されることを示している。蒸発量2.5 kg/L以上、つまり模擬廃液体積の約2.5 倍蒸発還流操作を行えば、スラリーは $1 \times 10^{11}$  m/kg以下の易ろ過性になることがわかる。

3.1 で述べたように、還流後の脱硝によって生成する沈殿には0.1  $\mu\text{m}$ 程度の非常に微細な粒

子が存在し、脱硝時に生成する沈殿の量は、還流時の蒸発量が小さい場合には多く、蒸発量が2.8 kg/Lの場合には、ほとんどゼロとなる。スラリー中に微細な粒子が多量に存在すると、ろ液の流動抵抗が増大し<sup>3)</sup>、スラリーのろ過特性が悪くなることは容易に想像できる。本実験において、還流時の蒸発量が2.5 kg/L以上の場合にスラリーのろ過特性が著しく改善されたのは、このような条件で調製したスラリー中には脱硝時に生成する微細な粒子が殆ど含まれていないことによるものと言える。なお、このようにして処理したろ液中には、D I D P Aに超ウラン元素と共に抽出されるZrが模擬高レベル廃液濃度の約50%溶存しているため、Zrの存在が抽出工程に及ぼす影響について今後検討を進める必要がある。また、一般に微細な粒子は不安定であり放置しておくことにより成長または凝集し粒径が大きくなることが予想される。しかし、本実験で難ろ過性を示したスラリーは、脱硝後1~2週間放置した後にろ過を行ってもろ過特性は改善されず、脱硝により生じた微細な粒子は常温放置では凝集しないものと考えられる。

### 3.2.2 還流時バッチ処理容量のろ過特性への影響

前述の試験では還流及び脱硝時のバッチ液量は100mLと同一であるが、実プラントでは、バッチ量が異なるので前述の関係をそのまま適用することはできない。そこで、還流脱硝スラリーについて、還流時及び脱硝時の模擬廃液処理量を150, 200 mLに変えた時のろ過特性を調べ、100 mLの時と比較した。この時、単位液量当たりの蒸発速度を一定（還流時0.21 g/L·sec, 脱硝時0.13 g/L·sec）にし、還流時間を2.5 ~7.5 hrの範囲で変えて試験した。脱硝時間はすべての条件で2.5 hrとした。還流時間とろ過比抵抗の関係をFig.9に示す。また、Fig.9について、横軸を蒸発量とし、その他のデータも加えて再プロットしたものをFig.10に示す。100 mL, 150 mL, 200 mLのいずれのバッチ量においても還流時間2.5 hrでは難ろ過性、4 hr以上で易ろ過性のスラリーを生成した。これは、いずれのバッチ処理量においても模擬廃液体積の約2.5倍蒸発還流操作（1 L 当たり2.5 kgの蒸発に要する熱エネルギーは、水の蒸発潜熱を用いて概算すれば $5.7 \times 10^6$  Jとなる。）を行えば、ろ過比抵抗値 $1 \times 10^{11}$  m/kg以下の易ろ過性のスラリーを得られることを示しており、スラリーのろ過特性は、1回当たりの処理量に無関係で還流時に与えた単位処理量当たりの熱量によってのみ決まることになる。この値を今後実施する予定である1バッチ10 L規模の脱硝ろ過試験装置における試験等に適用することとする。

### 3.2.3 脱硝時間と脱硝時蒸発速度のろ過特性への影響

前述したように還流脱硝スラリーが難ろ過性になるのは、脱硝時に生成する微細な粒子に起因する。また、蒸発速度0.31 g/L·secにおいて脱硝時に生成する沈殿量は、還流時間が短い場合、脱硝後2.5 hrで最大値を示し、その後は沈殿が再溶解し、沈殿量が減少する。したがって、還流脱硝スラリーのろ過特性は、脱硝時の脱硝時間と蒸発量にも影響されることが予想される。Fig.11は、還流時間2.5 hr（蒸発速度0.13 g/L·sec）で脱硝時の蒸発速度を0.13 g/L·sec（図中A）、0.31 g/L·sec（図中B）として処理した場合及び還流時間7.5hr（蒸発速度0.13 g/L·sec）で脱硝時の蒸発速度を0.13 g/L·sec（図中C）として処理した場合の脱硝時間とろ過比抵抗の関係を示したものである。蒸発速度0.13 g/L·secで還流時間2.5 hrの時（図中A）、脱硝時間を7.5 hrとした場合でもスラリーは難ろ過性であった。これに対し、脱硝時のみ蒸発速度を0.31 g/L

・secとした時(図中 B)は、脱硝時間 2.5, 4 hrで難ろ過性のスラリー、5, 7.5 hrで易ろ過性のスラリーであった。また、還流時間7.5 hr(蒸発速度0.13 g/L・sec)の場合には、脱硝時間によらず $\alpha$ は $1 \times 10^{11}$  m/kg程度であり、易ろ過性スラリーであった。Fig. 11のA及びBについて横軸に脱硝時の蒸発量を取り再プロットした結果をFig. 12に示す。脱硝時の蒸発量5 kg/L以上、つまり模擬廃液体積の約5倍蒸発還流操作(単位処理量当たり $1.1 \times 10^7$  J/L以上の熱量を与えて還流)を行えば、スラリーはろ過比抵抗が $1 \times 10^{11}$  m/kg程度の易ろ過性になることがわかる。Fig. 4に示した脱硝時の模擬廃液中の各元素の沈殿率は、脱硝時の蒸発量が約5 kg/L以上となると脱硝時に生成した沈殿の約60%が再溶解している。このことは、脱硝時の蒸発量が5 kg/L以上になるとスラリー中の脱硝により生成する微細な沈殿が減少するためろ過特性が改善されることを示していると言える。

#### 4. 糸吉論

高レベル廃液の脱硝により生成したスラリーのろ過特性を明らかにするために、模擬廃液を使用してスラリーの生成条件がろ過特性に及ぼす影響を検討し、以下の知見を得た。

還流後脱硝により生成したスラリーのろ過特性は、還流時間と単位液量当たりの蒸発速度の積で表される熱エネルギー量に影響されることがわかった。還流においては液量の2.5倍、脱硝においては液量の5倍の蒸発量に相当する熱エネルギー量をしきい値として、その値以上ではろ過比抵抗値 $2 \times 10^{11}$  m/kg以下の易ろ過性スラリーが得られるのに対し、しきい値以下ではろ過比抵抗値は $1 \times 10^{13}$  m/kg以上の難ろ過性スラリーが得られることがわかった。還流のみにより生成したスラリー及び脱硝のみにより生成したスラリーでは、本試験範囲ではいずれの熱エネルギー量においても易ろ過性であった。これらの結果は、還流時のバッチ処理量を変えた場合でも同じであり、スケールアップの見通しをつけることができた。

還流脱硝スラリーについて還流時間と各元素の沈殿率の関係を調べた結果、難ろ過性スラリーでは脱硝時に新たに沈殿が生成しているのに対し、易ろ過性スラリーではほとんど生成していなかった。また、大部分の沈殿粒径が $1 \mu\text{m}$ 以上であるのに対し、脱硝時に新たに生成する沈殿中には粒径約 $0.1 \mu\text{m}$ の微細粒子が存在し、この微細粒子がスラリーを難ろ過性にすることが明らかとなった。この沈殿の生成量は脱硝の前に行われる還流時に加えられる熱エネルギー量と相反する関係にあり、還流時の蒸発量が2.5 kg/L以上では脱硝時の沈殿生成は殆どなかった。また、難ろ過性スラリーにおいても脱硝時に加えられる熱エネルギー量を大きくするとこの微細粒子が再溶解し、易ろ過性になることがわかった。

・secとした時(図中 B)は、脱硝時間 2.5, 4 hrで難ろ過性のスラリー、5, 7.5 hrで易ろ過性のスラリーであった。また、還流時間7.5 hr(蒸発速度0.13 g/L・sec)の場合には、脱硝時間によらず $\alpha$ は $1 \times 10^{11}$  m/kg程度であり、易ろ過性スラリーであった。Fig. 11のA及びBについて横軸に脱硝時の蒸発量を取り再プロットした結果をFig. 12に示す。脱硝時の蒸発量5 kg/L以上、つまり模擬廃液体積の約5倍蒸発還流操作(単位処理量当たり $1.1 \times 10^7$  J/L以上の熱量を与えて還流)を行えば、スラリーはろ過比抵抗が $1 \times 10^{11}$  m/kg程度の易ろ過性になることがわかる。Fig. 4に示した脱硝時の模擬廃液中の各元素の沈殿率は、脱硝時の蒸発量が約5 kg/L以上となると脱硝時に生成した沈殿の約60%が再溶解している。このことは、脱硝時の蒸発量が5 kg/L以上になるとスラリー中の脱硝により生成する微細な沈殿が減少するためろ過特性が改善されることを示していると言える。

#### 4. 糸吉論

高レベル廃液の脱硝により生成したスラリーのろ過特性を明らかにするために、模擬廃液を使用してスラリーの生成条件がろ過特性に及ぼす影響を検討し、以下の知見を得た。

還流後脱硝により生成したスラリーのろ過特性は、還流時間と単位液量当たりの蒸発速度の積で表される熱エネルギー量に影響されることがわかった。還流においては液量の2.5倍、脱硝においては液量の5倍の蒸発量に相当する熱エネルギー量をしきい値として、その値以上ではろ過比抵抗値 $2 \times 10^{11}$  m/kg以下の易ろ過性スラリーが得られるのに対し、しきい値以下ではろ過比抵抗値は $1 \times 10^{13}$  m/kg以上の難ろ過性スラリーが得られることがわかった。還流のみにより生成したスラリー及び脱硝のみにより生成したスラリーでは、本試験範囲ではいずれの熱エネルギー量においても易ろ過性であった。これらの結果は、還流時のバッチ処理量を変えた場合でも同じであり、スケールアップの見通しをつけることができた。

還流脱硝スラリーについて還流時間と各元素の沈殿率の関係を調べた結果、難ろ過性スラリーでは脱硝時に新たに沈殿が生成しているのに対し、易ろ過性スラリーではほとんど生成していなかった。また、大部分の沈殿粒径が $1 \mu\text{m}$ 以上であるのに対し、脱硝時に新たに生成する沈殿中には粒径約 $0.1 \mu\text{m}$ の微細粒子が存在し、この微細粒子がスラリーを難ろ過性にすることが明らかとなった。この沈殿の生成量は脱硝の前に行われる還流時に加えられる熱エネルギー量と相反する関係にあり、還流時の蒸発量が2.5 kg/L以上では脱硝時の沈殿生成は殆どなかった。また、難ろ過性スラリーにおいても脱硝時に加えられる熱エネルギー量を大きくするとこの微細粒子が再溶解し、易ろ過性になることがわかった。



## 謝 辞

本研究を行うにあたり、ご助言、ご指導頂いた群分離研究室の関晋氏（現ラジオアイソトープ・原子炉研修所）及び山口五十夫氏に感謝致します。

## 参考文献

- 1) M. Kubota, S. Dojiri, I. Yamaguchi, Y. Morita, I. Yamagishi, T. Kobayashi and S. Tani ;  
“Development of a Partitioning Method for the Management of High-Level Liquid Waste” , High Level Radioactive Waste and Spent Fuel Managemant, (Proc. of the 1989 Joint Int. Waste Management Conf.) , Vol.2, 537-542, (1989).
- 2) M. Kubota, H. Nakamura, S. Tachimori, T. Abe, H. Amano : “Removal of Transplutonium Elements from High-Level Waste” , IAEA-SM-246/24 (1981).
- 3) H. Nakamura, I. Yamagichi, M. Kubota : “Effect of Platinum Group Elements on Denitration of High-Level Liquid Waste with Formic Acid” , J. Nucl. Sci. Tech. , 15, 760 (1978).
- 4) M. Kubota, T. Fukase : “Formation of Precipitate in High-Level Liquid Waste from Nuclear Fuel Reprocessing” , J. Nucl. Sci. Tech. , 17, 783 (1980).
- 5) 化学工学協会編 : “化学工学便覧（五版）” 丸善, 696-730 (1988).
- 6) B.F. Ruth, et al : Ind. Eng. Chem. , 25 , 135 ( 1933); 27, 708, 806 (1935); 38, 564 (1946).
- 7) M. Shirato, M. Sambuichi, H. Kato, T. Aragaki : AIChE J. , 15, 405 (1969).
- 8) J. Kozeny : Sitzber. Akad. Wiss. Wien., Abt. II a, 13b, 271 (1927).

## 謝 辞

本研究を行うにあたり、ご助言、ご指導頂いた群分離研究室の関晋氏（現ラジオアイソトープ・原子炉研修所）及び山口五十夫氏に感謝致します。

## 参考文献

- 1) M. Kubota, S. Dojiri, I. Yamaguchi, Y. Morita, I. Yamagishi, T. Kobayashi and S. Tani ;  
“Development of a Partitioning Method for the Management of High-Level Liquid Waste” , High Level Radioactive Waste and Spent Fuel Managemant, (Proc. of the 1989 Joint Int. Waste Management Conf.) , Vol.2, 537-542, (1989).
- 2) M. Kubota, H. Nakamura, S. Tachimori, T. Abe, H. Amano : “Removal of Transplutonium Elements from High-Level Waste” , IAEA-SM-246/24 (1981).
- 3) H. Nakamura, I. Yamagichi, M. Kubota : “Effect of Platinum Group Elements on Denitration of High-Level Liquid Waste with Formic Acid” . J. Nucl. Sci. Tech. , 15, 760 (1978).
- 4) M. Kubota, T. Fukase : “Formation of Precipitate in High-Level Liquid Waste from Nuclear Fuel Reprocessing” , J. Nucl. Sci. Tech. , 17, 783 (1980).
- 5) 化学工学協会編 : “化学工学便覧 (五版)” 丸善, 696-730 (1988).
- 6) B.F. Ruth, et al : Ind. Eng. Chem. , 25 . 135 ( 1933); 27, 708, 806 (1935); 38, 564 (1946).
- 7) M. Shirato, M. Sambuichi, H. Kato, T. Aragaki : AIChE J., 15, 405 (1969).
- 8) J. Kozeny : Sitzber. Akad. Wiss. Wien., Abt. II a, 13b, 271 (1927).

Table 1 Chemical composition and compounds used for simulated HLLW

Component	Reagent	Concentration (M)	
		Estimated HLLW	Simulated HLLW
H <sup>+</sup>		2.0	2.0
Fe	Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ·9H <sub>2</sub> O	0.038	0.038
Cr	Cr(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ·9H <sub>2</sub> O	0.0091	0.0091
Ni	Ni(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ·6H <sub>2</sub> O	0.0060	0.0060
Al		0.00076	—
Na	NaNO <sub>3</sub>	0.076	0.076
U		0.0076	—
Pu		0.00095	—
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>		3.0	3.0
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>		0.0023	—
SiO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>		0.0076	—
Mo	(NH <sub>4</sub> ) <sub>6</sub> Mo <sub>7</sub> O <sub>24</sub> ·4H <sub>2</sub> O	0.069	0.069
Tc		0.015	—
Sr	Sr(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	0.0165	0.0165
Ba	Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	0.0207	0.0207
Cs	CsNO <sub>3</sub>	0.0371	0.0371
Rb	RbNO <sub>3</sub>	0.0074	0.0074
Zr	ZrO(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O	0.069	0.069
Ru	Ru(NO)(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	0.034	0.034
Rh	Rh(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	0.0080	0.0080
Pd	Pd(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	0.018	0.018
Ag		0.00085	—
Cd		0.00085	—
Te	H <sub>2</sub> TeO <sub>4</sub> ·2H <sub>2</sub> O	0.0068	0.0068
Y		0.0084	0.127
La		0.0147	
Ce		0.033	
Pr		0.0137	
Nd	Nd(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ·6H <sub>2</sub> O	0.0434	
Pm		0.0012	
Sm		0.0086	
Eu		0.0019	
Gd		0.0010	
Am		0.0012	
Cm		0.00025	

Table 2 Operating conditions for preparing slurry

Slurry index No.	Simulated HLLW vol. (mL)	Reflux		Denitration	
		E.R.* (g/L·sec)	Time (hr)	E.R.* (g/L·sec)	Time (hr)
1	100	0.13	2.5	0.13	2.5
2	100	0.13	5.0	0.13	2.5
3	100	0.13	7.5	0.13	2.5
4	100	0.21	2.5	0.13	2.5
5	100	0.21	4.0	0.13	2.5
6	100	0.21	5.0	0.13	2.5
7	100	0.21	7.5	0.13	2.5
8	100	0.31	2.5	0.13	2.5
9	100	0.31	5.0	0.13	2.5
10	100	0.13	1.5	none	none
11	100	0.13	2.5	none	none
12	100	0.13	3.5	none	none
13	100	0.13	5.0	none	none
14	100	0.13	7.5	none	none
15	100	none	none	0.13	2.5
16	150	0.21	2.5	0.13	2.5
17	150	0.21	4.0	0.13	2.5
18	150	0.21	5.0	0.13	2.5
19	150	0.21	7.5	0.13	2.5
20	200	0.21	2.5	0.13	2.5
21	200	0.21	4.0	0.13	2.5
22	200	0.21	5.0	0.13	2.5
23	100	0.13	2.5	0.13	7.5
24	100	0.13	2.5	0.31	2.5
25	100	0.13	2.5	0.31	4.0
26	100	0.13	2.5	0.31	5.0
27	100	0.13	2.5	0.31	7.5
28	100	0.13	7.5	0.13	7.5

\* E.R. : Evaporation Rate

Table 3 Physical properties of slurry

		Slurry No.6 in Table 2	Slurry No.15 in Table 2
Slurry	Density (kg/m <sup>3</sup> )	1090	1090
	Volume (L/L-HLLW)	1.03	1.02
Filtrate	Density (kg/m <sup>3</sup> )	1080	1080
	Viscosity (Pa·s, 25°C)	$1.07 \times 10^{-3}$	$1.04 \times 10^{-3}$
	Acid conc. (M)	0.49	0.46
	Volume (L/L-HLLW)	0.99	0.97
Solid	Dry weight (g/L-HLLW)	16	22
	True density (kg/m <sup>3</sup> )	3500	4000
	Weight fraction of solid (-)	0.014	0.020
	Volume fraction of solid (-)	0.0044	0.0054

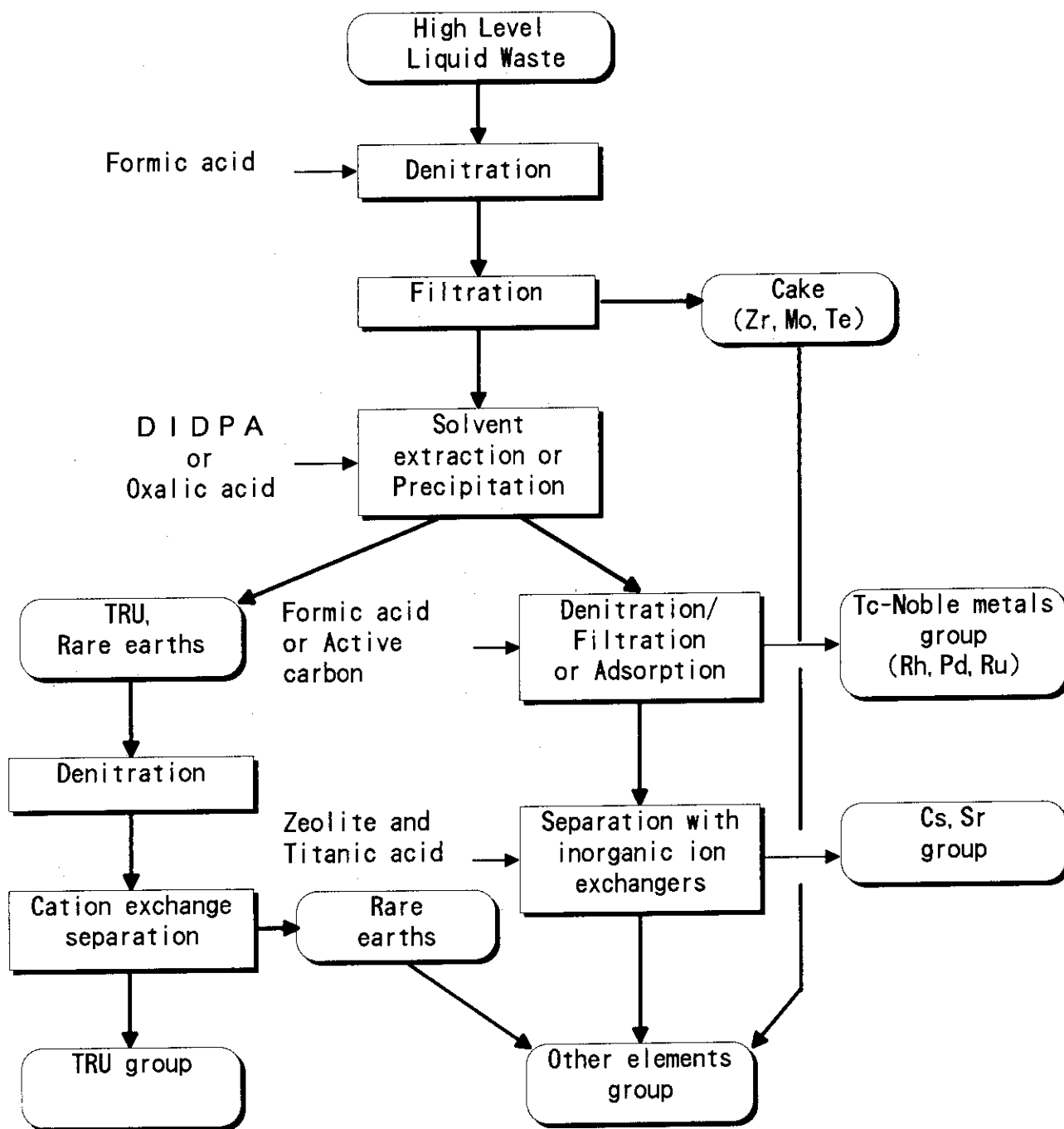


Fig. 1 Flowsheet of Partitioning process

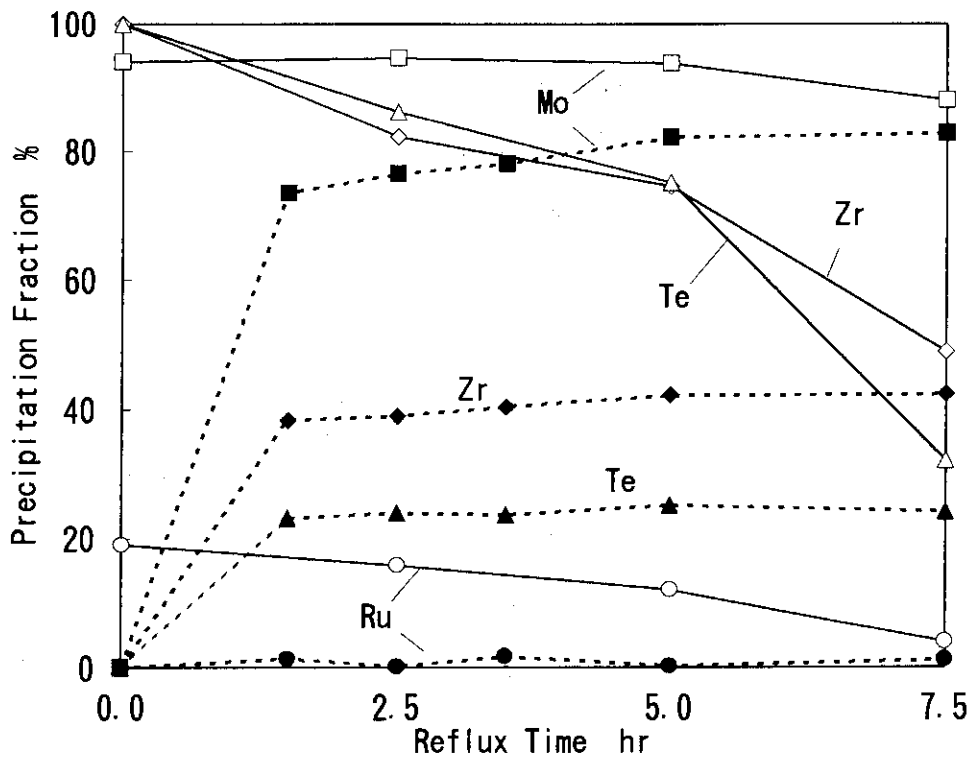


Fig. 2 Effect of reflux time on precipitation

- Reflux and denitration
- Evaporation rate 0.13g/L·sec
- Denitration time 2.5 hr
- - - - - Reflux only
- Evaporation rate 0.13g/L·sec

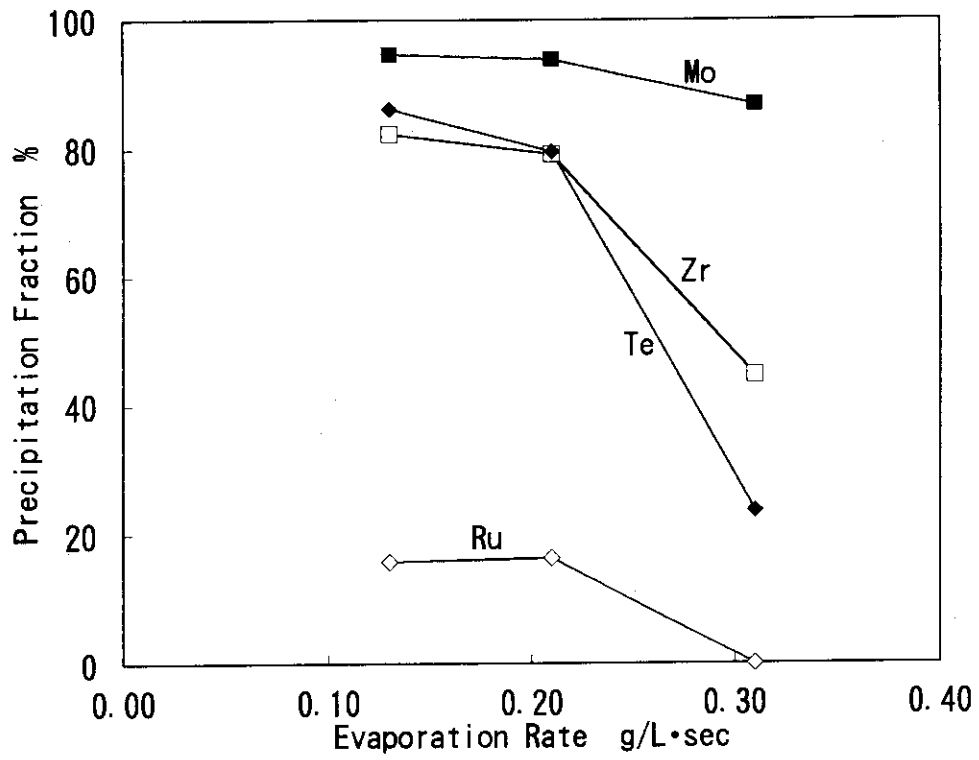


Fig. 3 Effect of evaporation rate in reflux on precipitation  
 Reflux time 2.5 hr  
 Denitration time 2.5 hr  
 Evaporation rate for denitration 0.13g/L·sec



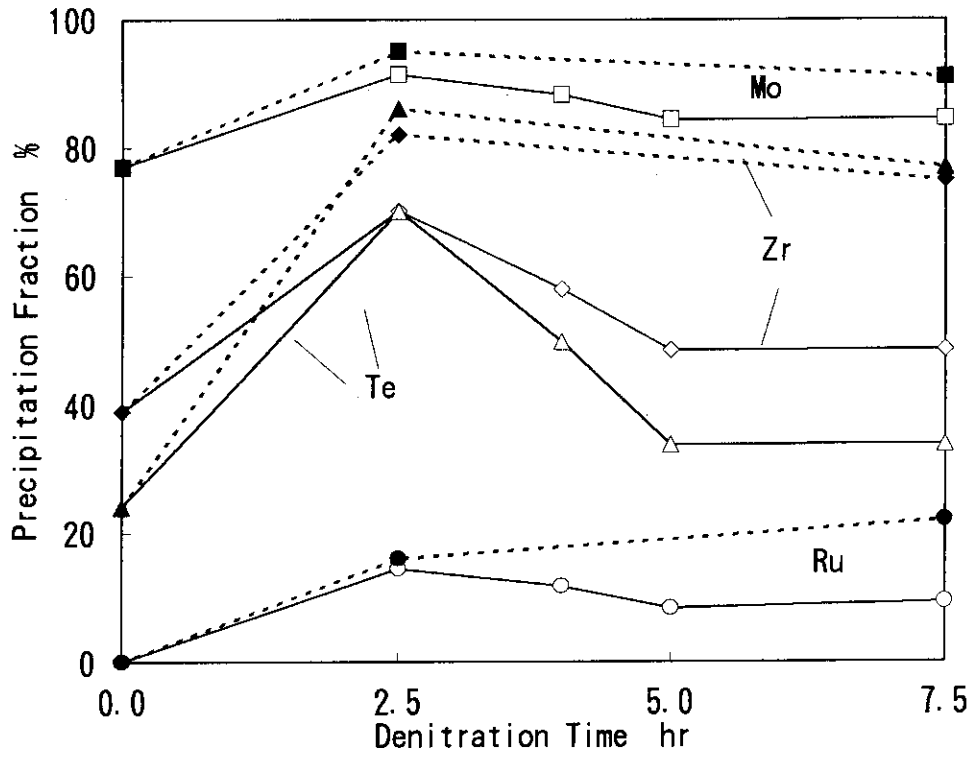


Fig. 4 Effect of denitration time on precipitation  
Reflux time 2.5 hr

—————	Evaporation rate for reflux	0.13g/L·sec
—————	Evaporation rate for denitration	0.31g/L·sec
-----	Evaporation rate for reflux	0.13g/L·sec
-----	Evaporation rate for denitration	0.13g/L·sec

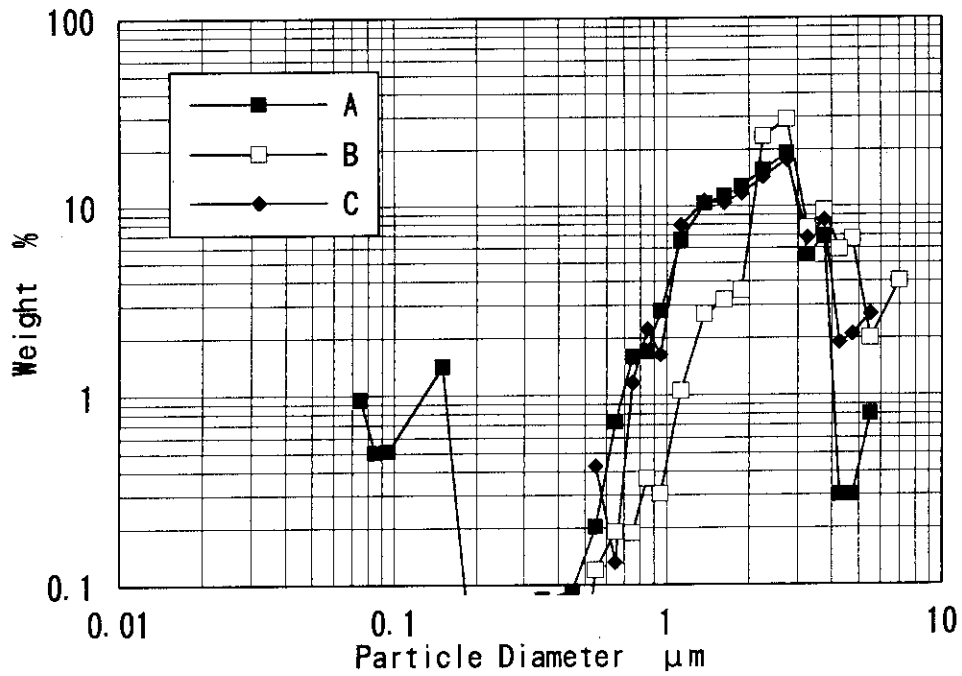


Fig. 5 Particle-size distribution of solid particles in slurry

A: "difficult-to-filter" slurry

reflux time : 2.5 hr

denitration time : 2.5 hr

evaporation rate : 0.13 g/L·sec for reflux

0.13 g/L·sec for denitration

B: "easy-to-filter" slurry

reflux time : 2.5 hr

denitration time : 2.5 hr

evaporation rate : 0.31 g/L·sec for reflux

0.13 g/L·sec for denitration

C: only refluxed slurry

reflux time : 2.5 hr

evaporation rate : 0.13 g/L·sec for reflux

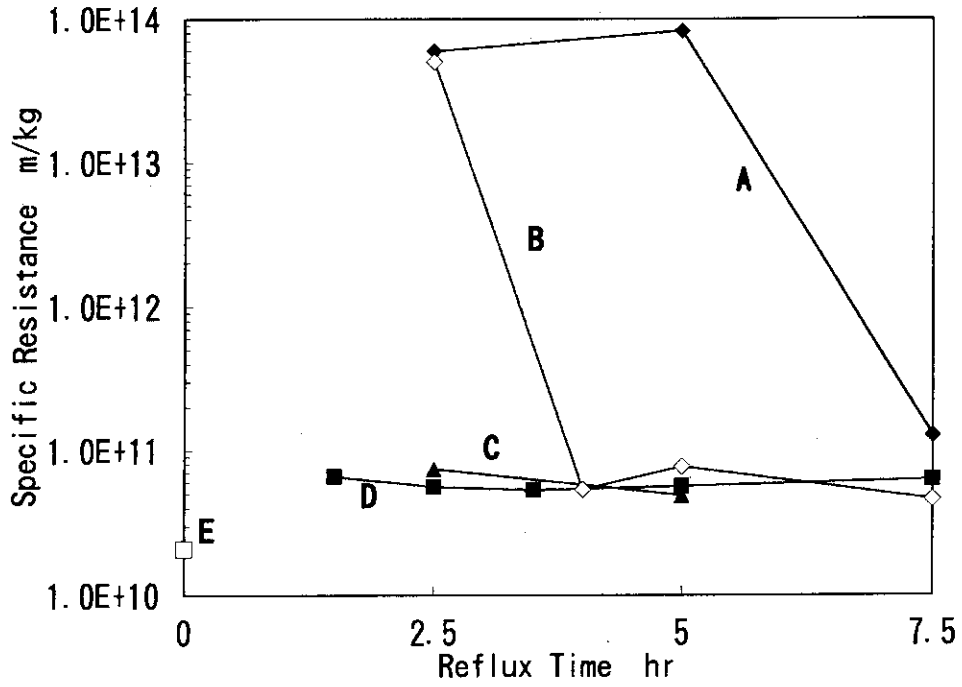


Fig. 6 Effect of reflux time and evaporation rate on specific resistance

Liquid volume in reflux and denitration : 100mL  
 A:Reflux and denitration(2.5hr) (e. r. =0.13 g/L·sec)  
 B:Reflux and denitration(2.5hr) (e. r. =0.21 g/L·sec)  
 C:Reflux and denitration(2.5hr) (e. r. =0.31 g/L·sec)  
 D:Only reflux(2.5hr) (e. r. =0.13 g/L·sec)  
 E:Only denitration(2.5hr) (e. r. =0.13 g/L·sec)  
 e. r. : evaporation rate

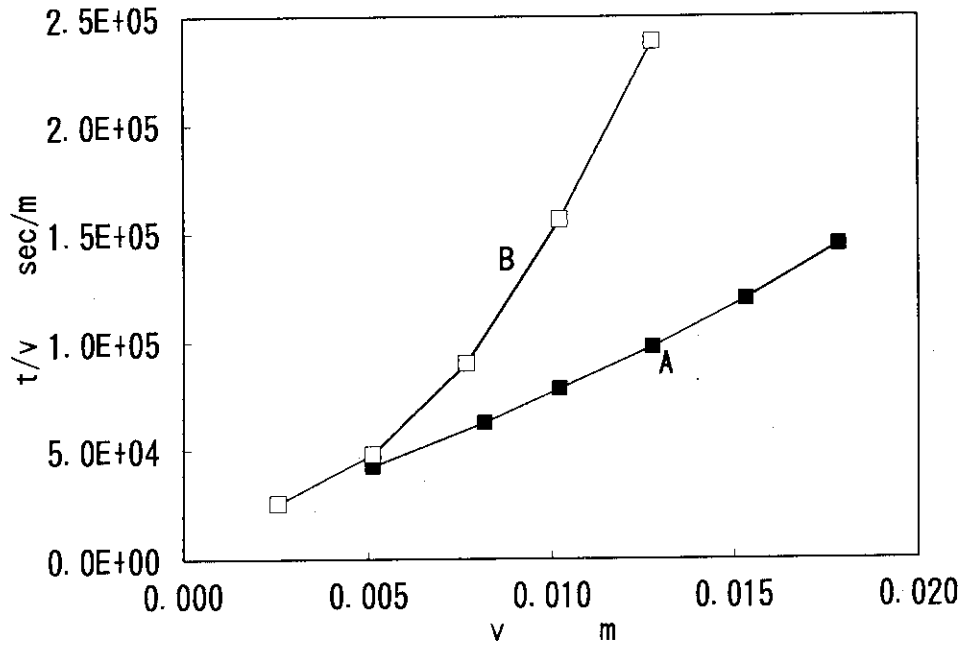


Fig. 7 Relation between  $v/t$  and  $t$  for "difficult-to-filter" slurry

A: Reflux (2.5hr) and denitration (2.5hr)  
 evaporation rate 0.13g/L·sec  
 B: Reflux (5hr) and denitration (2.5hr)  
 evaporation rate 0.13g/L·sec

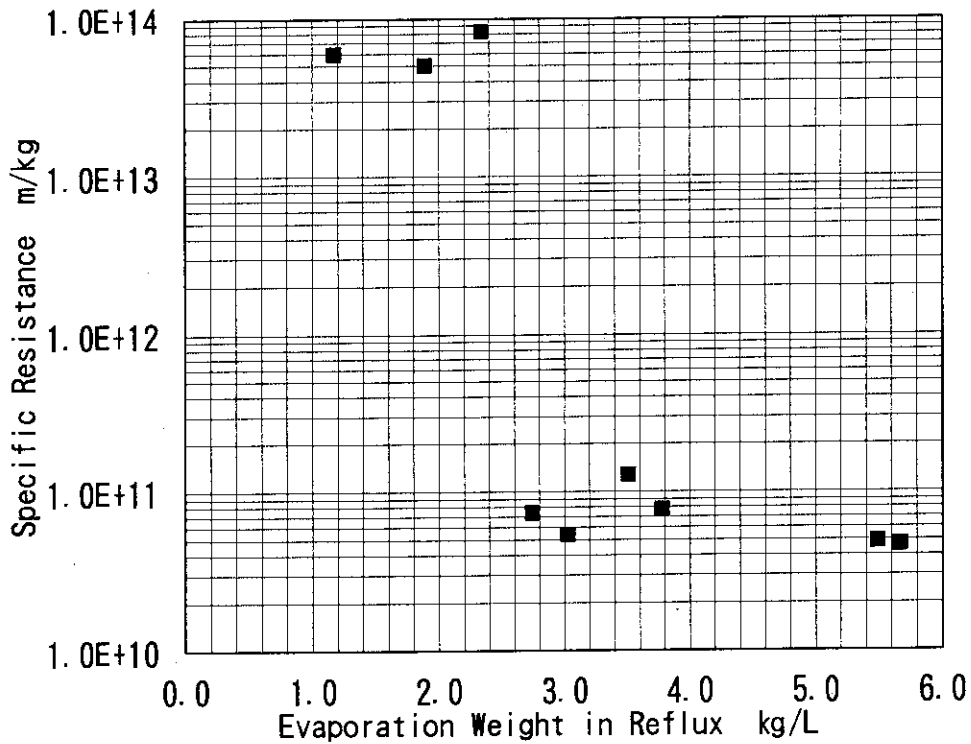


Fig. 8 Relation between specific resistance and evaporation weight in reflux

Liquid volume in reflux and denitration : 100 mL  
 Denitration time : 2.5 hr

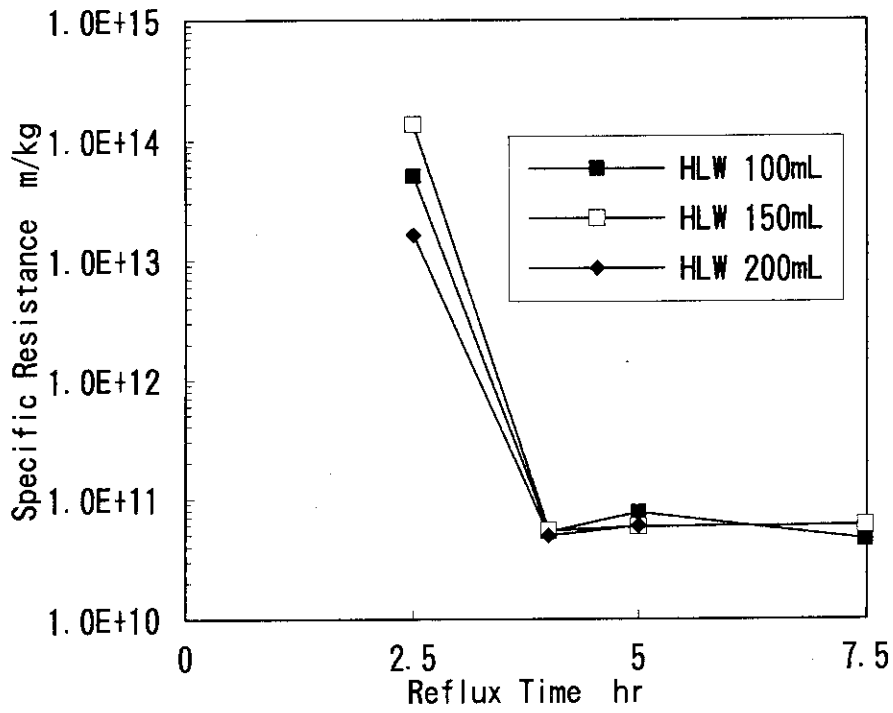


Fig. 9 Influence of liquid volume and heat time in reflux on specific resistance

Evaporation rate for reflux : 0.21 g/L·sec  
 Evaporation rate for denitration : 0.13 g/L·sec  
 Denitration time : 2.5 hr

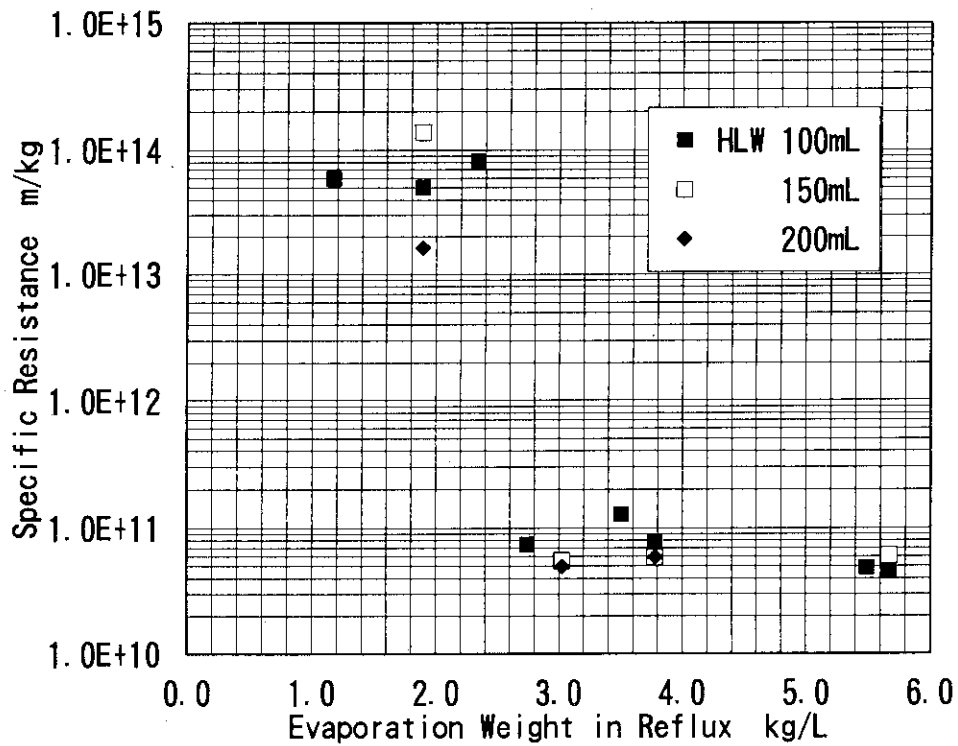


Fig. 10 Influence of liquid volume and evaporation weight in reflux on specific resistance

Denitration time : 2.5 hr

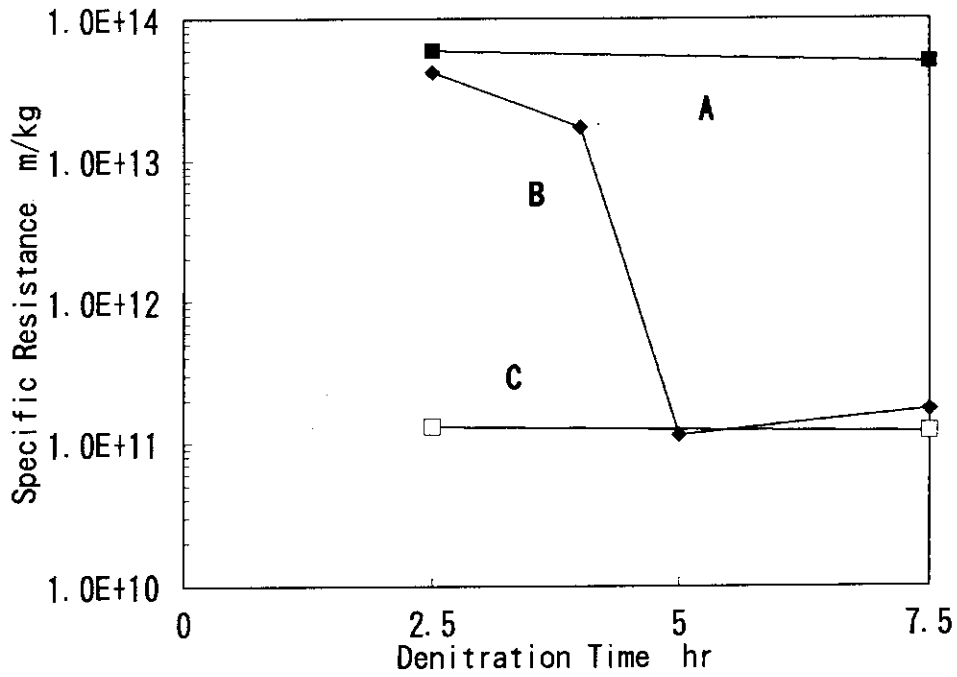


Fig. 11 Effect of denitration time on specific resistance  
 Evaporation rate for reflux 0.13 g/L·sec  
 A:Reflux time 2.5 hr  
 B:Reflux time 2.5 hr,  
 Evaporation rate for denitration 0.31 g/L·sec  
 C:Reflux time 7.5 hr

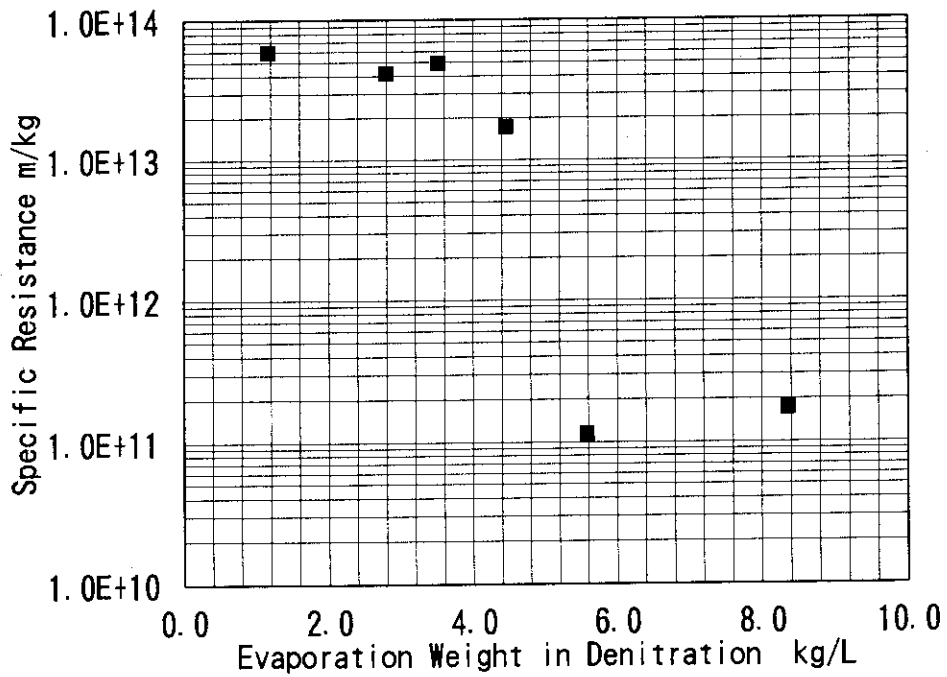


Fig. 12 Dependence of specific resistance on evaporation weight  
 Evaporation rate for reflux 0.13 g/L·sec  
 Reflux time 2.5 hr