

J A E R I - M
93-010

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工学的規模でのろ過試験

1993年2月

松村 昌明*・近藤 康雄・山口五十夫・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工学的規模でのろ過試験

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・山口五十夫・久保田益充

(1993年1月6日受理)

群分離プロセス評価予備試験装置を用いて、模擬高レベル廃液の還流および脱硝により生成するスラリーのろ過試験を実施した。本装置では、1バッチ当り最高10Lの模擬高レベル廃液を処理することができ、工学的規模での脱硝およびろ過試験が可能である。

ろ過試験は2種類の模擬廃液を用いて実施した。一つは、沈殿をまったく含まない模擬廃液であり、残る一つは、模擬廃液調製後2年5ヶ月間の室温放置により生成した沈殿を含む模擬廃液である。沈殿を含まない模擬廃液を用いた試験では、脱硝前に 5.7×10^6 [J/L]以上の熱量を与えて還流をおこなうことにより、易ろ過性のスラリーを得ることができ、実験室規模での実験結果が再現された。一方、室温放置により生成した沈殿を含む模擬廃液を用いた実験では、沈殿を含まない模擬廃液と同様の条件により還流・脱硝をおこなってもスラリーは難ろ過性となり、助材ろ過をおこなう必要があった。これは、室温放置により生成した粒径が $0.5 \mu\text{m}$ 前後の微小粒子がスラリー中に多く含まれていたことに因るものであった。

Development of Partitioning Method : An Engineering Scale
Filtration Test of Slurry Formed in Denitration of
Simulated High Level Liquid Waste

Masaaki MATSUMURA^{*}, Yasuo KONDO, Isoo YAMAGUCHI
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 prepared by heating under reflux condition and denitration of simulated high level liquid waste (HLLW) was examined, using a preliminary test apparatus for assessment of partitioning process. This apparatus can be treated maximum 10L of simulated HLLW at one operation, and a filtrability of the slurry can be examined on an engineering-scale.

Two kinds of simulated HLLW were prepared for the filtration test. One had no solid particles, and the other contained solids particles, which were formed in the solution by aging for 2 years and 5 months at ambient temperature. In the case of the simulated HLLW without solid particles, "easy-to-filter" slurry was obtained by refluxing the simulated HLLW before denitration until the total heat input exceeded 5.7×10^6 [J/L]. The experimental results agreed with those of our small-scale tests. On the other hand, "difficult-to-filter" slurry was formed when the simulated HLLW containing solid particles was refluxed and denitrated under the similar conditions to above mentioned ones. In this case, separation of solid particles was attained by a

* HITACHI Techno-Engineering Co., Ltd.

"filter-aid filtration". Decreasing of the filtration rate was due to the fine particles of about 0.5 μm diameter suspended in the slurry. These fine particles would be formed by longtime aging of the simulated HLLW at ambient temperature.

Keywords: Filtration, Filterability, High Level Liquid Waste, Partitioning, Slurry, Particle Size, Filtercake Washing, Denitration, Refluxing

目 次

1. はじめに	1
2. 実 験	2
2.1 実験装置	2
2.2 模擬高レベル廃液	2
2.3 スラリーの調製	2
2.4 ろ 過	3
3. 結果および考察	5
3.1 スラリーの組成	5
3.2 スラリー中の固体粒子の形状	5
3.3 定圧ろ過特性	6
3.4 助材ろ過特性	7
3.5 ケーク洗浄特性	8
4. ま と め	10
文 献	11
付 録	24

Contents

1. Introduction	1
2. Experimental	2
2.1 Experimental Apparatus	2
2.2 Simulated High Level Liquid Waste	2
2.3 Preparation of Slurry	2
2.4 Filtration	3
3. Results and Discussion	5
3.1 Slurry Composition	5
3.2 Configuration of Solid Particles	5
3.3 Filterability of Slurry by Constant Pressure Filtration	6
3.4 Filterability of Slurry by Filter Aid Filtration	7
3.5 Efficiency of Filter Cake Washing	8
4. Summary	10
References	11
Appendix	24

1. はじめに

使用済み燃料の再処理によって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)⁽¹⁾。これら4群の中でも超ウラン元素群はその半減期が長いこと等により放射性廃棄物処分の観点から重要視されており、特に高い回収率(99.9%以上)が求められている。群分離研究室では、この目的を達成できる超ウラン元素群の分離法としてジイソデシルリン酸(DIDPA)による溶媒抽出プロセスの開発を進めている。このプロセスでは抽出工程の前処理として、高レベル廃液にギ酸を添加して脱硝することにより廃液中の硝酸濃度を2 Mから約0.5 Mに調整する工程が必要である。

脱硝により高レベル廃液の酸性度調整をおこなった場合、廃液中に溶存しているZr、Mo、Te等が沈殿として溶液から分離する⁽²⁾。また、実際の高レベル廃液は、冷却・貯蔵のための蒸発・濃縮処理の際の強制加熱および廃液中に溶存する放射性核種の崩壊熱により熱負荷を受けていることから、脱硝前の高レベル廃液中にも既に沈殿が生成している可能性が高い⁽³⁾⁻⁽⁵⁾。これらの沈殿が高レベル廃液中に存在すると、その後の超ウラン元素群の抽出工程において、クラッド発生や流路閉塞の原因となることから、抽出操作をおこなう前にこれらの沈殿を高レベル廃液から分離する必要がある。筆者らはこれまでに、高レベル廃液中に生成した沈殿を溶液から分離する方法の一つとして、模擬高レベル廃液を用いて定圧ろ過による固液分離法に関する実験をおこない、(1)模擬高レベル廃液(スラリー)中の固体の粒度分布がスラリーのろ過特性に大きな影響をおよぼし、スラリー中に粒径 $0.1\ \mu\text{m}$ 程度の微細な粒子が多く存在するとスラリーは難ろ過性を示す、(2)微細粒子の大部分は、模擬高レベル廃液の脱硝時に生成する、(3)微細粒子の生成は、脱硝前に 5.7×10^6 [J/L-模擬廃液]以上の熱を加えて模擬廃液を還流するか、脱硝時に模擬廃液に 1.1×10^7 aJ/L-模擬廃液以上の熱を加えることにより抑制できる、等を明らかにした⁽⁶⁾。

従来の実験では、1バッチ当り数10~100mlの模擬高レベル廃液を取り扱うのみであったが、スラリー移送も含めスラリーのろ過特性を工学的見地から検討するためには、1バッチ当りの処理量を大きくした工学的規模の装置による試験が必要となる。本報告は、脱硝およびろ過を工学的規模(1バッチ当り最大10L)で試験する目的で製作した群分離プロセス評価予備試験装置を用いて、模擬高レベル廃液を還流・脱硝した際に生成するスラリーのろ過試験をおこなった結果を述べたものであり、工学的規模での還流・脱硝時の模擬高レベル廃液中の沈殿生成、還流・脱硝により得られるスラリーのろ過特性およびろ過ケーキ中に含まれる母液の洗浄特性について検討をおこなった。また、本試験により得られた結果をもとに、高レベル廃液を工学的規模で脱硝・ろ過等をおこなう際の技術的課題についても摘出・整理した。

2. 実 験

2.1 実験装置

本試験に使用した群分離プロセス評価予備試験装置の概略のフローシートおよび装置全体の外観をFig. 2およびPhoto. 1に示す。群分離プロセス評価予備試験装置は、1バッチ当り最大約10Lの模擬高レベル廃液を処理することができ、模擬高レベル廃液の還流、ギ酸による脱硝および還流・脱硝により生成したスラリーのろ過試験が実施できる。なお、本装置の概要およびその運転マニュアルを付録に示す。

2.2 模擬高レベル廃液

Table 1に本実験で想定した高レベル廃液の組成および模擬高レベル廃液(模擬廃液)の組成を示す。この高レベル廃液の組成は、比出力30MW/MT、燃焼度28,000MWD/MTの条件で燃焼させた軽水炉燃料を5年間冷却後Purex法により再処理し、その際に発生する抽出後液(TBPラフィネート等)を燃料1t当り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⁽⁷⁾。高レベル廃液中に含まれる超ウラン元素や希土類元素は、溶液中での化学的挙動が似ている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還流・脱硝により沈殿を生成する元素を含むものとした。模擬廃液を調製する際、各元素は硝酸塩の形で添加したが、Moは $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 、Teは $\text{H}_2\text{TeO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ の形で添加した。

模擬廃液の調製は、当研究室の実験室およびレアメタリック(株)にておこない、当研究室で調製した模擬廃液については調製後1時間以内に試験に供し、レアメタリック製の模擬廃液については調製後2年5ヶ月間室温で放置した後に試験に供した。なお、レアメタリック製の模擬廃液中には、試験に供する段階で既に沈殿が生成していたが、攪拌機により十分攪拌した後に沈殿を含んだ状態で模擬廃液を脱硝釜に投入し実験をおこなった。同時に、模擬廃液より上澄み液を採取し、東洋ろ紙No.5Cでろ過した後、上澄み液中の元素濃度を測定することにより、室温放置期間中に生成した沈殿の成分を分析した。

2.3 スラリーの調製

ろ過試験に供したスラリーは、模擬廃液を還流およ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。当研究室において調製した模擬廃液については、模擬廃液作製後1時間以内に模擬廃液5Lを脱硝釜に投入し、マントルヒーターにより溶液への総入熱量が 1.15×10^7 [J/L-模擬廃液]となるまで沸騰状態で加熱還流(還流時間32時間)をおこなった。次に、脱硝時の急激なガス(NO_x, CO_2)発生を避けるため5M亜硝酸ナトリウム100mlを沸騰状態で加えた後、22.8Mギ酸を30分間一定流量で連続投入し、ギ酸の投入終了後6時間脱硝をおこなった。脱硝時に加えたギ酸の量は、模擬廃液中の硝酸モル数の1.5倍のモル量であり、溶液への総入熱量は 2.16×10^6 [J/L-模擬廃液]である。ここで、溶液への総入熱量とは、還流および脱硝をおこなった際に実際に溶液に与えた熱量の合計であり、総入熱量を変化させると、還流および脱硝による各元素の沈殿率が変化する⁽⁶⁾。レアメタリック製の模擬廃液については、模擬廃液10Lを沈殿を含んだまま脱硝釜に投入し、当研究室において調製した模擬廃

液と同様の方法により還流・脱硝をおこなった。この際、還流時および脱硝時の模擬廃液への総入熱量は、還流時が 6.76×10^6 [J/L-模擬廃液]、脱硝時が 5.63×10^5 [J/L-模擬廃液]とした。

また、上述のスラリーの調製条件は、いずれの場合も筆者らが実験室規模の実験により得た易ろ過性スラリーを得るための調製条件⁽⁶⁾を満足するものである。脱硝終了後、スラリーを後述する方法でろ過し、ろ液の酸性度およびろ液中の各元素の液中残留率を測定し沈殿の成分を調べた。溶液中の元素濃度は、プラズマ発光分析(ICP)または原子吸光分析により測定した。

2.4 ろ過

2.4.1 定圧ろ過

2.3に示した条件により調製したスラリーに、脱硝釜に設けたノズルより圧空を吹き込むことにより固体粒子を均一に分散させた後、スラリーをトップフィード型ろ過槽へ移送し定圧ろ過をおこない、ろ過時間(t)に対するろ液量(V)を測定した。ろ過は、圧力(差圧):約53.3kPa(約400mmHg)、ろ過面積: $1.04 \times 10^{-2} \text{m}^2$ 、ろ材: $2 \mu\text{m}$ 金網フィルター、スラリー温度:室温(約30°C)の条件でおこなった。

ろ過がケーキろ過の機構によりおこなわれる場合、ろ過速度はRuthのろ過速度式により整理でき⁽⁸⁾、定圧ろ過試験データを t/V 対 V としてプロットした直線の傾き($1/K$)よりRuthの定圧ろ過係数(K [m^2/s])を求めることができる。また K は平均ろ過比抵抗(α [m/kg])との間に(1)式で示される関係があり、

$$K = 2 p \kappa / \alpha \mu \quad (1)$$

ただし p :ろ過圧力 [Pa]

κ :ろ過ケーキ中の単位固体重量当りのろ液量 [m^3/kg]

μ :ろ液の粘度 [Pa·sec]

K がわかれば α が求まる。平均ろ過比抵抗 α は、スラリーのろ過の難易を表すろ過特性値であり、 $\alpha < 10^{11}$ の場合スラリーは易ろ過性、 $\alpha > 10^{13}$ の場合スラリーは難ろ過性でありケーキろ過では固液分離が困難なスラリーであることを示している。したがって、平均ろ過比抵抗はケーキろ過法が適用可能かどうかを判定するための重要なファクターであり、本試験ではスラリーのろ過特性を平均ろ過比抵抗 α で評価することとした。平均ろ過比抵抗 α を求める際に必要となる(1)式中の κ および μ は、スラリーの調製条件により大きな変化はないものと考えられることから、筆者らが実験室規模の実験において本試験と同様の条件で調製したスラリーについて求めた値(Table 3)を使用した⁽⁶⁾。

2.4.2 助材ろ過

後述するように、レアメタリック製の模擬廃液を用いてスラリーを調製した場合、スラリーは難ろ過性を示し単純な定圧ろ過により固液分離を行うことは困難であった。難ろ過性スラリーのろ過を助長するための方法の一つにろ過助材を利用した助材ろ過法がある。本試験では、難ろ過性を示したスラリーについて以下の条件でスラリー中にろ過助材を添加後、定圧ろ過と同様

の条件で助材ろ過を実施した。

ろ過助材の種類：珪藻土（平均粒子径： $3\mu\text{m}$ 、真比重2.25、かさ密度： $0.38\text{g}/\text{cm}^3$ ）

ろ過助材添加量：スラリー中の固体重量（ 16 [g/L] ）の3倍量

ろ過方式：ボディーフィード方式

ろ過助材の添加量は、予備試験として、難ろ過性スラリー100mlにスラリー中の固体重量の0.5倍、等倍および3倍のろ過助材を添加した後、定圧ろ過と同様の実験条件において脱水ろ過試験装置により助材ろ過試験をおこない決定した。

2.4.3 ケーク洗浄

スラリーのろ過操作終了後、ろ過ケーキを金網フィルターに捕捉させたまま0.5M硝酸溶液を用いて定圧ろ過と同様の条件においてろ過ケーキの洗浄をおこない、流出洗浄液中に含まれる元素濃度と流出洗浄液量との関係を求めた。洗浄液中の元素濃度はプラズマ発光分析により測定した。洗浄後のろ過ケーキは、金網フィルターごとろ過槽より取り出し、厚さと直径を測定した後、大気中 100°C で1週間乾燥させ、ろ過ケーキの乾燥重量を測定した。硝酸溶液によるろ過ケーキの洗浄効果を調べるために、乾燥後のろ過ケーキ200mgを0.7Mシュウ酸25mlに溶解させ、群分離プロセスにおいて群分離の対象元素となっているNd, Cs, SrおよびRuの溶解液中の含有量をプラズマ発光分析により測定した。また、ろ過ケーキ中の固体の形状および粒径を走査型電子顕微鏡(SEM)により観察した。

3. 結果および考察

3.1 スラリーの組成

Table 2に示した条件により調製したスラリーの、還流後の上澄み液および定圧または助材ろ過後のろ液中の各元素濃度をTable 4に示す。No.1スラリーは当研究室で作製した模擬廃液を調製することにより得られたものであり、No.2スラリーはレアメタリック製模擬廃液を調製して得られたものである。No.2スラリーの模擬廃液上澄み液中の元素濃度の測定は、模擬廃液を調製後2年5ヶ月を経過した後に試験に供したため、スラリー調製前の模擬廃液中に既に沈殿が存在しており室温放置期間中に沈殿した成分を調べるためにおこなったものである。また、No.3スラリーについては、No.2スラリーが単純な定圧ろ過試験では難ろ過性を示したことから、定圧ろ過を途中で中断し、前述の条件で助材ろ過をおこなった結果、得られたろ液中の元素濃度を示している。No.1スラリーでは、模擬廃液の還流時にMoの約90%、Zrの約50%およびTeの約35%が沈殿し、その後の脱硝操作によりMoおよびNaを除く元素の溶液中の濃度が10~20%程度低下した。脱硝による溶液中の元素濃度の低下は、脱硝時に模擬廃液1L当り約130mlのギ酸を添加したことから脱硝後の溶液の総体積が脱硝前に比べ1割程度増加していることが大きな原因と考えられ、脱硝時に10%程度の沈殿率を示した元素は実際にはほとんど沈殿していないものと考えられる。また、ろ液中のNa濃度が約150%と高い値を示しているのは、脱硝操作の前に亜硝酸ナトリウムを添加したことによるものである。一方、No.2スラリーでは、2年5ヶ月間の室温放置によりMoの約60%、Zrの約40%、Teの約80%が沈殿し、模擬廃液の加熱還流操作によりMoの約20%、Zrの約10%が新たに沈殿し、約15%のTeが再溶解した。更に、還流後の脱硝操作により、溶液中に溶存しているMo、ZrおよびTeのほとんどすべて、約40%のRuが沈殿した。また、No.3スラリーのろ液中の各元素の濃度は、No.2スラリーのろ液中の元素濃度とほぼ同じであり、ろ過助材に選択的に吸着される元素の存在は見られなかった。

還流および脱硝をおこなった際の溶液の酸性度変化については、No.1およびNo.2スラリーとも還流による酸性度変化はなかったが、還流後におこなった脱硝により酸性度は約2Mから約0.2Mまで低下した。筆者らは、これまでの実験室規模の実験において、2M硝酸濃度の模擬廃液を[ギ酸]/[硝酸]=1.5の条件で脱硝した場合、脱硝後の溶液の酸性度は約0.5Mに調整でき、脱硝をおこなう前に 5.7×10^6 [J/L-模擬廃液]以上の熱量を与えて加熱還流しておけば脱硝時に新たな沈殿はほとんど生じないことを確かめている^{(6)・(9)}。ところが、工学的規模でおこなった本実験では、脱硝後の溶液の酸性度は約0.2Mにまで低下し、かつ脱硝時に新たな沈殿が生成している。脱硝時の新たな沈殿の生成は、脱硝により溶液の酸性度が0.5M以下に低下したことが大きな原因であると考えられるが、酸性度が従来得られている値に比べ低くなった原因については本実験の範囲内では明かではない。なお、脱硝後の溶液の酸性度は、脱硝時の[ギ酸]/[硝酸]比または脱硝時に与える熱量を変化させることにより容易に調整できることから、実際の群分離プロセスでは予め実装置により上記パラメータと脱硝後の溶液の酸性度の関係を測定し、酸性度を目標とする値に調整するための運転条件を決めておけばよいことになる。

3.2 スラリー中の固体粒子の形状

Table 4に示した各スラリーをろ過・洗浄後、大気中100℃で1週間乾燥させたスラリー中に含まれる固体粒子をSEMにより観察した結果をphoto 2に示す。また、No.2スラリーについて、スラリー調製前の模擬廃液中に含まれていた沈殿(2年5ヶ月間の室温放置により生成した沈殿)および還流・脱硝によりスラリーを調製した後の溶液中に含まれていた沈殿の粒度分布を遠心沈降式粒度分布計により測定した結果をFig. 3に示す。比較のために、実験室規模の実験により易ろ過性を示したスラリー中に含まれていた沈殿の粒度分布もFig. 3に示した。

No.1スラリー中の固体粒子は、直径0.5~1 μm 、長さ3~5 μm 程度の中央がややくぼんだ針状の粒子であり、形状・寸法はほぼ均一であった。また、粒子相互が凝集したフロックの形成は見られなかった。No.1スラリーを調製する前の模擬廃液中にはまったく沈殿は存在していなかったことから、これらの針状の固体粒子は模擬廃液の還流・脱硝時に生成したものであるといえる。一方、No.2スラリー中の固体粒子には、No.1スラリー中に見られた針状の固体粒子に加えて粒径が0.5 μm 前後の粒状の固体粒子および脱硝により生成したと考えられる粒径が0.1 μm 前後の微細粒子が存在し、いずれの粒子についてもフロックの形成は見られなかった。Fig. 3に示した沈殿の粒度分布では、粒径が0.5 μm 前後の固体粒子は、還流・脱硝前の模擬廃液中および還流・脱硝後のスラリー中の沈殿の両方に存在しており、これらの粒子は還流・脱硝前に生成したものであるといえる。還流・脱硝前の模擬廃液中の沈殿生成過程には大きく分けて2つの過程があり、一つは模擬廃液の室温放置による沈殿生成であり、もう一つは模擬廃液の調製段階で生成する沈殿である。模擬廃液の室温放置により沈殿する元素はZr、MoおよびTeであり、各元素の沈殿率は室温放置時間が長くなるにつれて増大する傾向がある。また、模擬廃液の室温放置におけるTeの沈殿率は、室温放置時間が長くなると模擬廃液を還流した場合の沈殿率(約30%)の2倍以上になることが知られている⁽²⁾。一方、模擬廃液の調製段階での沈殿生成については一定の傾向が見いだされているわけではないが、一般には、MoおよびZrの溶解操作が適切でない場合、模擬廃液の調製段階でこれらの元素が沈殿する可能性がある。No.2スラリーにおいて、室温放置により生成したTeの沈殿率は、No.1スラリーの還流後のTeの沈殿率の2倍以上の値になっていることから、No.2スラリー中に見られた粒径0.5 μm 前後の固体粒子の大部分は室温放置期間中に生成した沈殿であると考えられるが、レアメタリック社で模擬廃液を調製する段階で生成した沈殿も一部含まれている可能性がある。また、室温放置期間中に生成した沈殿の粒径は、その後の還流および脱硝により熱負荷を受けてもほとんど変化しないといえる。No.3スラリーは助材ろ過に使用したものであり、スラリー中には多孔質の円筒形をしたろ過助材が見られ、No.2スラリー中に見られた粒状の固体粒子の大部分がろ過助材側面の孔内に捕捉されていることがわかる。

3.3 定圧ろ過特性

Table 2に示した条件により調製したNo.1およびNo.2スラリーの定圧ろ過試験により得られた、ろ過時間と流出ろ液量の関係をFig. 4およびFig. 5に示す。また、各スラリーについての、平均ろ過比抵抗、ろ過ケーキの乾燥重量、沈殿の回収率、ろ材上面に堆積したろ過ケーキの厚さおよび最終ろ液量をTable 5に示す。なお、Table 5には後述する助材ろ過をおこなったNo.3スラリーについての結果も示した。

当研究室において製作した模擬廃液より調製したNo.1スラリーでは、ろ過開始後約30分間でろ

過は終了し、最終ろ液量は4.92L (処理した模擬廃液量: 5 L)、平均ろ過比抵抗は 1.5×10^{11} [m/kg]でありスラリーは易ろ過性であった。しかし、脱硝釜からろ過槽へスラリーを移送する際にスラリー中の固体粒子が脱硝釜や配管内に堆積し、ろ材に捕捉された固体粒子の量は全体の約30%程度であった。一方、レアメタリック製の模擬廃液を調製することにより得たNo.2スラリーでは、ろ過の初期段階からろ過速度は遅く(約0.3L/h)、ろ過開始後20時間ではろ過速度は約0.05L/hとなった。この場合の平均ろ過比抵抗は 1.0×10^{13} [m/kg]以上の値であり、単純な定圧ろ過による固液分離は困難であると判断し、ろ過開始後20時間でろ過試験を中断した。

筆者らは実験室規模でのろ過試験により、模擬廃液の還流・脱硝により得られるスラリーの定圧ろ過特性はスラリー中に含まれる固体の粒度分布に大きく影響を受け、スラリー中に粒径が $0.1 \mu\text{m}$ 程度の微細粒子が多く含まれているとスラリーは難ろ過性を示し、微細粒子が存在しない場合にはスラリーは易ろ過性となることを確かめている⁽⁶⁾。また、スラリーを難ろ過性にする微細粒子の生成は模擬廃液の脱硝時に起こり、脱硝前に 5.7×10^6 [J/L-模擬廃液]以上の熱量を与えて模擬廃液を還流するか、脱硝時に模擬廃液に 1.1×10^7 [J/L-模擬廃液]以上の熱量を加えてやることにより微細粒子の生成が抑制されることを見いだした⁽⁶⁾。本実験で用いたNo.1およびNo.2スラリーの調製条件は、いずれの場合も上述の微細粒子生成の抑制条件を満たすものであったにもかかわらず、No.1スラリーにおいては実験室規模での実験結果と同様に易ろ過性を示し、No.2スラリーにおいては難ろ過性を示した。これは、3.2でも述べたように、No.2スラリー中には模擬廃液調製後2年5ヶ月間の室温放置により生成した粒径 $0.5 \mu\text{m}$ 程度の粒状の固体粒子が多く含まれていることに起因するものと考えられる。室温放置期間中に生成した沈殿は粒径が比較的小さい上に、Fig. 3の粒度分布の変化からもわかるように還流および脱硝のために模擬廃液に熱負荷をかけても粒子の大きさは変化しない。したがって、No.2スラリーのように予め粒状粒子を含んだ模擬廃液より調製したスラリーでは、脱硝時に生成する微細粒子の生成を抑制する条件でスラリー調製をおこなっても、還流および脱硝により新たに沈殿する粒子を粗大化することはできるが、還流前にすでに溶液中に存在していた粒状粒子を成長または溶解させることはできず、結果として難ろ過性のスラリーしか得られないことになる。実際の高レベル廃液中には、蒸発・濃縮工程および一時貯蔵期間中に生成した沈殿が含まれており、群分離プロセスの実験をおこなうにあたっては、これらの沈殿がスラリーのろ過特性に与える影響を予め把握しておく必要がある。

3.4 助材ろ過特性

3.4.1 ろ過助材添加量と助材ろ過特性

上述したようにNo.2スラリーの定圧ろ過においては、ろ過開始直後よりろ過速度が遅く、単純な定圧ろ過により固液分離することは困難であった。そこで、定圧ろ過試験を中断後、ろ過槽上部より未ろ過のスラリーをポンプで回収し、回収したスラリーについて助材ろ過を実施した。

助材ろ過をおこなうにあたり、スラリー中に添加する助材量を決定するために脱水ろ過試験装置を用いて、助材の添加量とろ過速度の関係を測定した。ポンプにより回収したスラリー100mLにスラリー中の沈殿量(16[g/L])の0.5倍、等倍および3倍の量のろ過助材を添加したときの各スラリーの平均ろ過比抵抗をFig. 6に示す。平均ろ過比抵抗は、ろ過助材の添加量が増大するに

つれて減少し、原液中の沈殿量の3倍量のろ過助材を添加することにより平均ろ過比抵抗は 5.7×10^{11} [m/kg]となり、ほぼ易ろ過性のスラリーとなった。一般にボディフィード方式で助材ろ過をおこなう場合、助材の添加量は原液中の固体重量と等量とすることが推奨されているのに対し⁽⁸⁾、本実験で易ろ過性のスラリーを得るために原液中の固体重量の3倍量のろ過助材を要したのは、本実験で用いたスラリー中の固体濃度が約0.5%と比較的小さく、スラリー中に $0.5 \mu\text{m}$ 以下の微小粒子が多く含まれていたことが原因であると考えられる。

3.4.2 難ろ過性スラリーの助材ろ過特性

難ろ過性を示したNo.2スラリーの未ろ過スラリーについて、ろ過助材の添加効果を調べるために、未ろ過スラリー5Lにろ過助材240[g] (未ろ過スラリー5L中の固体重量の3倍量)を添加し、攪拌機により十分攪拌したスラリー (No.3スラリー)をろ過槽へ移送し、定圧ろ過と同じ条件にて助材ろ過をおこなった。流出ろ液量とろ過時間の関係をFig. 7に、平均ろ過比抵抗、ろ過ケーキの乾燥重量、沈殿の回収率、ろ材上面に堆積したろ過ケーキの厚さおよび最終ろ液量をTable 5に示す。Fig. 7中に示した計算値は、群分離プロセス評価予備試験装置により難ろ過性スラリーの助材ろ過を実施した場合のろ過速度を上述の脱水ろ過試験により得た平均ろ過比抵抗値 5.7×10^{11} [m/kg]を用いて推定した値を示したものであり、No.2スラリーについての実験結果はFig. 5の結果を再掲したものである。

難ろ過性スラリーを助材ろ過した場合、助材を添加しない場合に較べてろ過速度は2～3倍となり、平均ろ過比抵抗は 8.0×10^{11} [m/kg]であった。また、ろ過助材を添加しない場合には、ろ過時間の増大とともにろ過速度が急激に減少する、すなわちろ過機構がケーキろ過から閉塞ろ過に移行する現象がみられたが、助材ろ過の場合には脱水ろ過試験により得た平均比抵抗値を用いて計算したろ過速度と実測値とが良好一致を示していることからわかるように全ろ過工程においてケーキろ過が実現していることがわかる。このことは、模擬廃液の還流および脱硝により生成したスラリーが難ろ過性を示す場合、適当なるろ過助材を添加した助材ろ過をおこなうことによりスラリーの固液分離をおこなうことが可能であることを示しているが、易ろ過性を示したNo.1スラリーに較べ、ろ過速度は約40分の1、ろ過ケーキの量はスラリー中の全固形分がろ過ケーキとなった場合の比較で約5倍であり、助材ろ過を実際の群分離プロセスに適用するに当たっては、処理速度および固体廃棄物の発生量の観点からの検討が必要であるといえる。

3.5 ケーキ洗浄特性

No.1スラリーおよびNo.3スラリーのろ過操作終了後、ろ過ケーキを金網フィルターに捕捉したまま0.5M硝酸を用いてケーキ洗浄をおこなった時の、洗浄液の流出量と洗浄液中に溶解していた各元素濃度の関係をFig. 8およびFig. 9に示す。洗浄液中の各元素濃度は、スラリーをろ過後ろ液中に含まれていた各元素の濃度を100%として表示している。また、洗浄済みのろ過ケーキを大気中100℃で乾燥させた後0.7Mシュウ酸に溶解した時の、溶解液中のRu、Nd、SrおよびCsの濃度およびオリジナルの模擬廃液から沈殿中へ移行した割合をTable 6に示す。なお、同表中には、No.1スラリーを調製した際に脱硝釜の上部および下部の壁面に付着した固体を溶解したときの溶解液中の各元素濃度および模擬廃液から沈殿への移行割合も同時に示した。

No.1スラリーのケーキ洗浄においては、流出洗浄液量が増加するにしたがって流出液中の元素濃度は減少し、流出洗浄液量が3 L以上で各元素の濃度はほぼ一定となり、洗浄液に含まれる割合は、オリジナルの模擬廃液中の濃度に対して1%以下となった。また、5 Lの洗浄液で洗浄後のろ過ケーキ中には、還流および脱硝により沈殿するZr、MoおよびTeに加えて、オリジナルの模擬廃液中の濃度に対して約6%のRu、約0.05%のNd、約1%のCsおよび約0.6%のSrの存在が確認できた。一般にろ過ケーキの洗浄過程は置換洗浄期間と拡散洗浄期間に分けられ、置換洗浄期間においては洗浄液がろ過ケーキ内に残留する母液を押しだしながらケーキを洗浄し、拡散洗浄期間では置換洗浄後に微少な細孔や粒子表面に残留した母液(溶質元素)が洗浄液中へ溶解することによりケーキ洗浄がおこなわれる⁽⁸⁾。No.1スラリーのケーキ洗浄結果は、約3 Lの洗浄液の流出により置換洗浄はほぼ終了しているが、拡散洗浄を完全におこなうには本実験でおこなった洗浄方法では不十分であることを示しているといえる。また、No.1スラリーを調製後の脱硝釜上部および下部の壁面に付着した固体は、No.1スラリーをろ過槽へ移送する際に脱硝釜中に残留したものであると仮定すると、壁面に付着した固体に含まれる元素の割合はNo.1スラリーのろ過ケーキ中に含まれる割合と等しいはずである。Table 6に示した壁面に付着した固体中の元素濃度の分析結果は、脱硝釜下部に付着した固体についてはNo.1スラリーのろ過ケーキ中に含まれる固体とほぼ同じ組成を有することを示しているが、脱硝釜上部に付着した固体については固体中のRuの構成割合が約97wt%と高くNo.1スラリーのろ過ケーキとは異なる組成を示している。これは、脱硝釜上部に付着した固体は、模擬廃液の還流または脱硝により沈殿として生成したものではなく、長時間の加熱により揮発したRu、および還流または脱硝により溶液が沸騰している際に、液表面での気泡薄膜の破裂(小粒径飛沫発生)と破裂に伴う噴射作用(大粒径飛沫発生)によってRu等を含んだ飛沫が発生し、その一部が蒸発蒸気に同伴して輸送され(飛沫同伴)、蒸気が釜の壁面や凝縮器で凝縮して発生した固体である可能性が高い。飛沫同伴の現象は、これまでの実験室規模での実験では確認されておらず、本実験のように1回当りの模擬廃液の処理量が多くなる場合の新たな検討課題であるといえる。

一方、助材ろ過をおこなったNo.3スラリーのケーキ洗浄では、Zr、MoおよびTeを除く元素については、No.1スラリーの場合と同様に流出洗浄液量が増加するとともに洗浄液中の元素濃度は減少し、流出洗浄液量が2 L以上で各元素の濃度はほぼ一定となり、洗浄液に含まれる割合は、オリジナルの模擬廃液中の濃度に対して3%以下となった。また、Zr、MoおよびTeの洗浄液中の濃度は、流出洗浄液量が2 Lまでは流出量とともにやや低下する傾向を示したが、流出量が3 L以上では洗浄液中の濃度が急激に増大した。助材ろ過をおこなった場合、ろ過助材側面の孔内にスラリー中の微細粒子が捕捉されることによりろ過速度の改善が図られることになるが、本実験結果は、ろ過助材に捕捉された微細粒子は、ケーキ洗浄工程において徐々に洗浄液中に流出することを示しているものといえる。また、Zr、MoおよびTe以外の元素の洗浄液中の濃度が、No.1スラリーの洗浄液中の濃度よりも高かったことは、ろ過助材を使用することによりろ過ケーキ中に残留する母液量が多くなり、かつろ過ケーキの置換洗浄の効率も低下することを示している。

したがって、助材ろ過を実際の群分離プロセスに適用するに当たっては、処理速度および固体廃棄物の発生量の問題に加えて、ろ過ケーキの洗浄効率についても検討をおこなう必要がある。

4. まとめ

高レベル廃液の脱硝・ろ過を工学的規模で試験することを目的として設計・製作した群分離プロセス評価予備試験装置を用いて、模擬廃液の還流および脱硝により生成するスラリーのろ過試験をおこない、以下の知見を得た。

模擬廃液中に沈殿をまったく含まない状態で、還流および脱硝により調製したスラリーでは、スラリー調製時に生成する固体粒子は直径 $0.5\sim 1\mu\text{m}$ 、長さ $3\sim 5\mu\text{m}$ 程度の中央がややくぼんだ針状の粒子であり、5 Lのスラリーのろ過に要した時間は約30分であった。この時の平均ろ過抵抗値は $1.5\times 10^{11}[\text{m/kg}]$ であり、スラリーは易ろ過性であった。また、0.5M硝酸溶液によるろ過ケーキの洗浄効果も比較的大きく、5 Lの洗浄液により洗浄した後の乾燥ケーキ中に含まれていたNd、SrおよびCsの割合は、オリジナルの模擬廃液中の元素濃度の1%以下であった。

一方、模擬廃液を調製後2年5ヶ月間室温で放置した後に、還流および脱硝により調製したスラリーでは、常温放置時に生成した粒径約 $0.5\mu\text{m}$ の粒状の固体粒子がスラリー中に多く含まれ、単純な定圧ろ過による固液分離は困難で、スラリー中の固体重量の3倍量のろ過助材(珪藻土)を添加したボディーフィード方式の助材ろ過により固液分離が可能となった。しかし、本実験でおこなった助材ろ過では、易ろ過性のスラリーの場合に比べ、ろ過速度は約40分の1、ろ過ケーキの量は5倍となった上に、ろ過終了後のケーキ洗浄工程においてろ過助材に捕捉された微細粒子が洗浄液中に流出する現象が見られた。助材ろ過を実際の群分離プロセスに適用するためには、これらの問題について検討をおこなう必要がある。

また、群分離プロセス評価予備試験装置は、脱硝およびろ過を工学的規模で試験するために製作した装置であるが、本実験で得た結果からは、高レベル廃液を工学的規模で脱硝・ろ過をおこなう際の技術的検討課題として以下のものが摘出・整理される。

- ①脱硝操作をおこなう際のバッチ量が工学的規模(本実験では5~10L)となると、脱硝後の模擬廃液中の酸性度を実験室規模での実験結果をもとに評価することはできず、脱硝時の[ギ酸]/[硝酸]比および溶液に加える熱量と脱硝後の溶液中の酸性度の関係を実装置により測定し、酸性度を目標とする値に調整するための運転条件を予め決めておく必要がある。
- ②模擬廃液の還流、脱硝または室温放置により生成する固体は溶液内で沈降し易く、スラリーを移送する際に脱硝釜底部や配管内に固体が残留し均一なスラリーをろ過槽へ移送することが困難であった。この問題は、高レベル廃液を一括ガラス固化により処理・処分する場合とも共通する問題であり、均一なスラリーを調整し固体を配管等に残留させることなく確実に移送する方法を開発することは、群分離やガラス固化プロセスの開発をおこなう上で必要不可欠な検討課題である。
- ③大量の模擬廃液の還流または脱硝のために、長時間にわたって溶液を沸騰状態に保っておくと、Ru等の揮発性溶質元素を含んだ飛沫が発生し、飛沫同伴現象により脱硝釜の壁面や凝縮器に揮発性溶質元素が沈着する可能性がある。このため、同伴飛沫を除去するための飛沫分離器について検討する必要がある。
- ④1バッチ当りの処理量の増大により、スラリーの固液分離後に得られる固体廃棄物の量も当然増加するが、この大量の固体廃棄物をガラス固化設備または他の処理設備へ確実に移送するた

めの方法および装置に関する検討が必要である。

これらの技術的検討課題の大部分は、再処理プロセスを構築していくうえでの検討課題でもあり、一般化学工業プラントの建設実績も含めて考えると、技術的課題の解決に必要な技術的基盤は既に整っているといえる。これらの技術を集大成して、安全性を第一とし、信頼性、経済性等を考慮した群分離プロセスの設計・施工が期待されるところである。

おわりに、走査型電子顕微鏡による沈殿観察を実施して頂いた、化学部固体化学研究室、大津仁総括主査および北條喜一副主任研究員に御礼申し上げます。また、本実験をおこなうにあたり、終始ご協力いただ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)および室員の御援助に感謝致します。

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 Management, (Proc. of the 198 Joint Int. Waste Management Conf.), vol. 2, 537-542, (1989).
- (2) M. Kubota, T. Fukase : "Formation of Precipitate in High-Level Liquid Waste from Nuclear Fuel Reprocessing", J. Nucl. Sci. Tech., vol. 17, 783, (1980).
- (3) M. H. Lloyd : "Chemical Behavior of Plutonium in LWR Fuel Reprocessing Solution", Proc. The Plutonium Cycle, May 2-4, Bal Harbour, Florida, VI. 5-1, (1977).
- (4) B. S. M. Rao, E. Gantner, J. Reinhardt, D. Steinert, H. J. Ache : "Characterization of the Solids Formed from Simulated Nuclear Fuel Reprocessing Solutions", J. Nucl. Mater., vol. 170, 39, (1990).
- (5) T. Izumida, F. Kawamura : "Precipitates Formation Behavior in Simulated High Level Liquid Waste of Fuel reprocessing", J. Nucl. Sci. Tech., vol. 27, 267, (1990).
- (6) 松村昌明、近藤康雄、久保田益充 : "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"、JAERI-Mレポート投稿中
- (7) M. Kubota, H. Nakamura, S. Tachimori, T. Abe, H. Amano : "Removal of Transplutonium Elements from High-Level Waste", (Proc. Int. Symp., Vienna, June 2-6, 1980), IAEA-SM-246/24, 351, (1981).
- (8) 化学工学協会編 : "ろ過工学", 槇書店, (1974).
- (9) Y. Kondo, M. Matsumura, M. Kubota : "Solid Formation in Simulated High Level Liquid Waste of Relatively Low Nitric Acid Concentration", J. Radioanal. Nucl. Chem., Articles, to be submitted.

めの方法および装置に関する検討が必要である。

これらの技術的検討課題の大部分は、再処理プロセスを構築していくうえでの検討課題でもあり、一般化学工業プラントの建設実績も含めて考えると、技術的課題の解決に必要な技術的基盤は既に整っているといえる。これらの技術を集大成して、安全性を第一とし、信頼性、経済性等を考慮した群分離プロセスの設計・施工が期待されるところである。

おわりに、走査型電子顕微鏡による沈殿観察を実施して頂いた、化学部固体化学研究室、大津仁総括主査および北條喜一副主任研究員に御礼申し上げます。また、本実験をおこなうにあたり、終始ご協力いただ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)および室員の御援助に感謝致します。

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 Management, (Proc. of the 198 Joint Int. Waste Management Conf.), vol. 2, 537-542, (1989).
- (2) M. Kubota, T. Fukase : "Formation of Precipitate in High-Level Liquid Waste from Nuclear Fuel Reprocessing", J. Nucl. Sci. Tech., vol. 17, 783, (1980).
- (3) M. H. Lloyd : "Chemical Behavior of Plutonium in LWR Fuel Reprocessing Solution", Proc. The Plutonium Cycle, May 2-4, Bal Harbour, Florida, VI. 5-1, (1977).
- (4) B. S. M. Rao, E. Gantner, J. Reinhardt, D. Steinert, H. J. Ache : "Characterization of the Solids Formed from Simulated Nuclear Fuel Reprocessing Solutions", J. Nucl. Mater., vol. 170, 39, (1990).
- (5) T. Izumida, F. Kawamura : "Precipitates Formation Behavior in Simulated High Level Liquid Waste of Fuel reprocessing", J. Nucl. Sci. Tech., vol. 27, 267, (1990).
- (6) 松村昌明、近藤康雄、久保田益充 : "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"、JAERI-Mレポート投稿中
- (7) M. Kubota, H. Nakamura, S. Tachimori, T. Abe, H. Amano : "Removal of Transplutonium Elements from High-Level Waste", (Proc. Int. Symp., Vienna, June 2-6, 1980), IAEA-SM-246/24, 351, (1981).
- (8) 化学工学協会編 : "ろ過工学", 槇書店, (1974).
- (9) Y. Kondo, M. Matsumura, M. Kubota : "Solid Formation in Simulated High Level Liquid Waste of Relatively Low Nitric Acid Concentration", J. Radioanal. Nucl. Chem., Articles, to be submitted.

Table 1 Chemical composition and compounds used for simulated HLLW

Component	Reagent	Concentration (M)	
		Estimated HLLW	Simulated HLLW
H ⁺		2.0	2.0
Fe	Fe(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O	0.038	0.038
Cr	Cr(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O	0.0091	0.0091
Ni	Ni(NO ₃) ₃ ·6H ₂ O	0.0060	0.0060
Al		0.00076	—
Na	NaNO ₃	0.076	0.076
U		0.0076	—
Pu		0.00095	—
NO ₃ ⁻		3.0	3.0
PO ₄ ³⁻		0.0023	—
SiO ₃ ²⁻		0.0076	—
Mo	(NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ ·4H ₂ O	0.069	0.069
Tc		0.015	—
Sr	Sr(NO ₃) ₂	0.0165	0.0165
Ba	Ba(NO ₃) ₂	0.0207	0.0207
Cs	CsNO ₃	0.0371	0.0371
Rb	RbNO ₃	0.0074	0.0074
Zr	ZrO(NO ₃) ₂ ·2H ₂ O	0.069	0.069
Ru	Ru(NO)(NO ₃) ₃	0.034	0.034
Rh	Rh(NO ₃) ₃	0.0080	0.0080
Pd	Pd(NO ₃) ₂	0.018	0.018
Ag		0.00085	—
Cd		0.00085	—
Te	H ₂ TeO ₄ ·2H ₂ O	0.0068	0.0068
Y		0.0084	0.127
La		0.0147	
Ce		0.033	
Pr		0.0137	
Nd	Nd(NO ₃) ₃ ·6H ₂ 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 Number		No.1	No.2	No.3
Initial liquid volume (L)		5	1 0	
Aging time at ambient temperature		< 1 hr	29 months	
Initial acidity (M)		2. 0 9	2. 2 3	
Reflux	Heat input (J/L)	1.15×10^7	6.76×10^6	
	Reflux time (hr)	3 2	3 0	
Denitration	[HCOOH]/[HNO ₃]	1. 5		
	Heat input (J/L)	2.16×10^6	5.63×10^5	
	Reflux time (hr)	6	2. 5	
Weight of filter aid (g/L)		-	-	4 8

Table 3 Physical properties of slurry

Slurry	Density (kg/m ³)	1 0 9 0
Filtrate	Density (kg/m ³)	1 0 8 0
	Dynamic viscosity, μ (Pa·sec)	1.07×10^{-3}
	Volume of filtrate per unit weight of solids, κ (m ³ /kg)	0.0 6 2 5
Solid particle	Dry weight of solids (kg/m ³)	1 6
	True density (kg/m ³)	3 5 0 0
	Weight fraction of solids (-)	0.0 1 4
	Volume fraction of solids (-)	0.0 0 4 4

Table 4 Percentage of each element remained in solution after refluxing or denitration of simulated HLLW

	No.1 slurry		No.2 slurry		No.3 slurry	
	After refluxing	After denitration	Before refluxing	After refluxing	After denitration	After denitration
Mo	7.3	3.7	39	17	1.2	1.7
Zr	47	32	65	54	3.2	7.1
Te	64	42	23	39	1.6	3.1
Ru	94	74	95	94	64	63
Nd	100	89	98	97	88	82
Na	101	150	93	94	147	144
Cs	101	90	103	101	92	86
Rb	102	89	99	99	89	82
Fe	91	78	101	100	83	80
Cr	92	84	103	101	92	85
Ni	99	88	101	101	94	85
Ba	99	90	99	99	90	82
Sr	101	89	99	99	90	83
Rh	90	82	100	98	90	83
Pd	90	82	102	101	92	84

HNO ₃ (M)	2.09	0.18	2.23	2.23	0.17	0.17
pH	-0.25	0.95	-0.29	-0.29	1.07	1.07

Table 5 Summary of filtration tests

Slurry number	No.1	No.2	No.3
Specific resistance (m/kg)	1.5x10 ¹¹	1.0x10 ¹³	8.0x10 ¹¹
Dry weight of filtercake (g)	19.1	—	227
Recovery of solid particle (%)	30	—	70
Filtercake thickness (mm)	1.2	—	22
Final filtrate volume (L)	4.92	—	4.34

Table 6 Concentration of each element in dissolved solution (a)
and percentage of each element retained in filtercake
after washing (b)

(a) Concentration of each element in dissolved solution (g/L)

	No.1 slurry	Wall surface (upper)	Wall surface (bottom)	No.3 slurry
Nd	0.0093	0.0053	0.0046	0.0057
Cs	0.045	0.0013	0.070	0.0089
Sr	0.0093	0.0001	0.014	0.0005
Ru	0.21	0.21	0.255	0.040

(b) Percentage of each element retained in filtercake (%)
(100% = concentration of element in original simulated HLLW)

	No.1 slurry	Wall surface (upper)	Wall surface (bottom)	No.3 slurry
Nd	0.05	0.029	0.025	0.031
Cs	0.91	0.026	1.42	0.18
Sr	0.64	0.0069	0.97	0.033
Ru	6.1	6.1	7.4	1.16

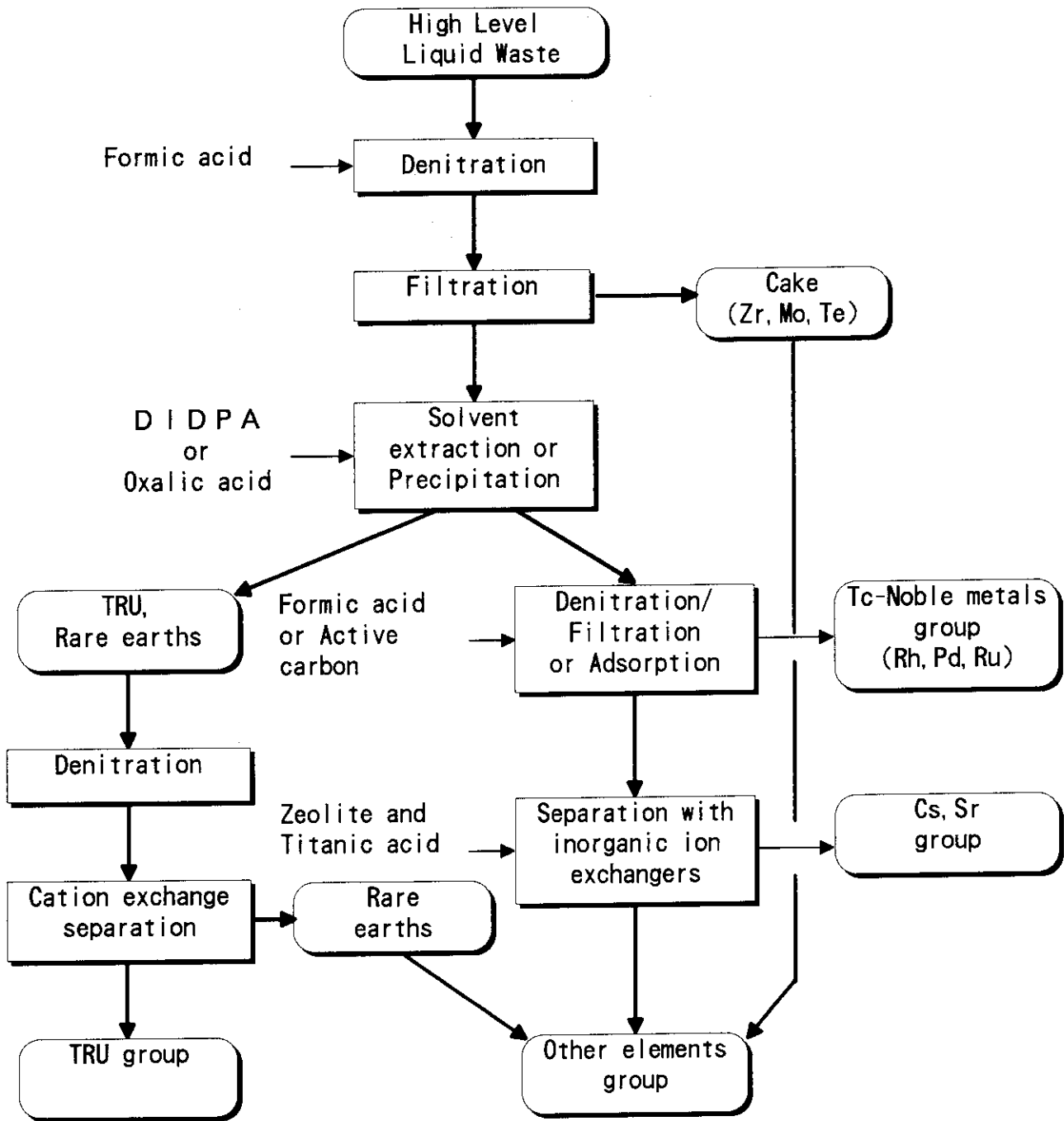


Fig.1 Flowsheet of Partitioning process

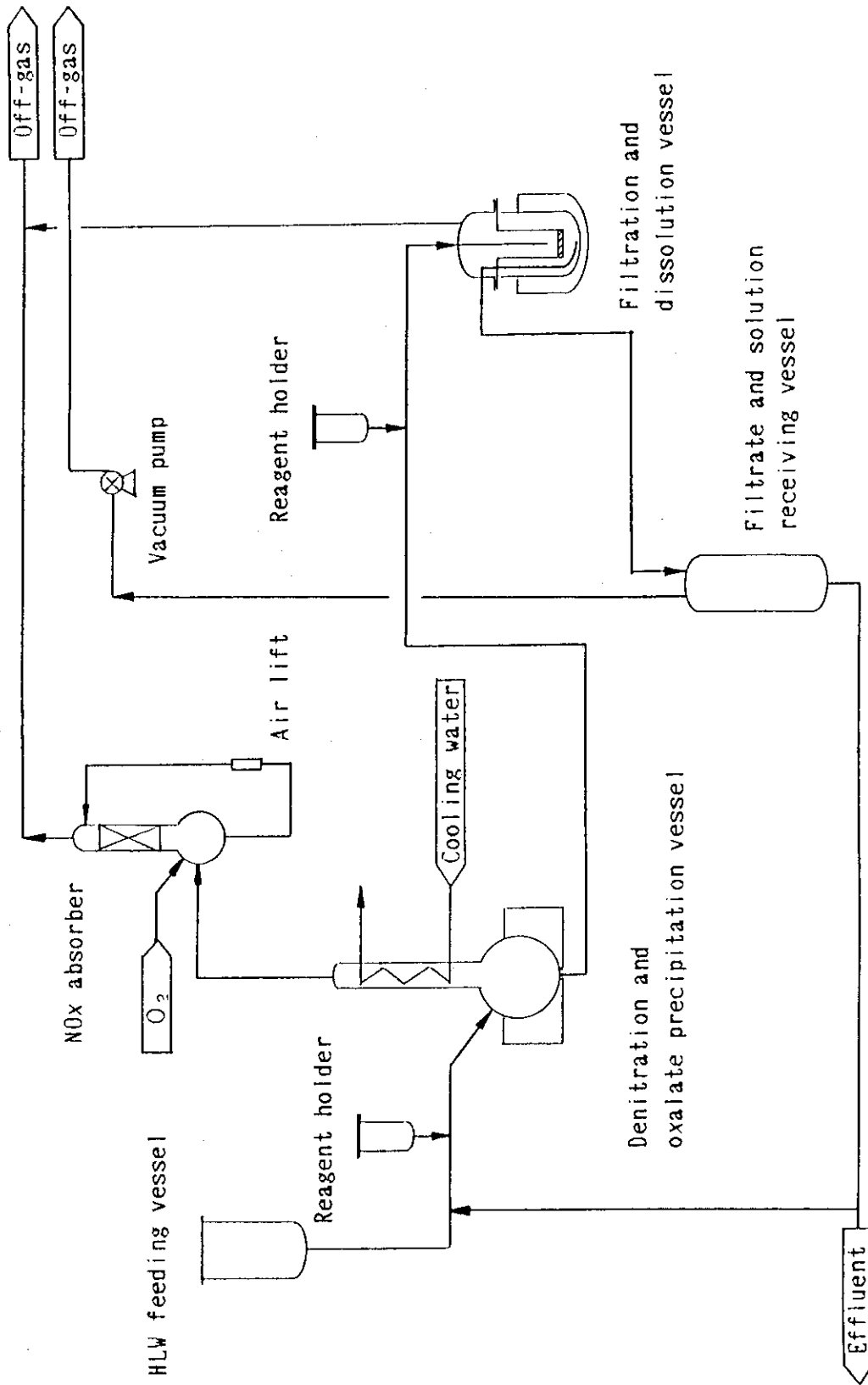


Fig.2 Schematic diagram of the apparatus

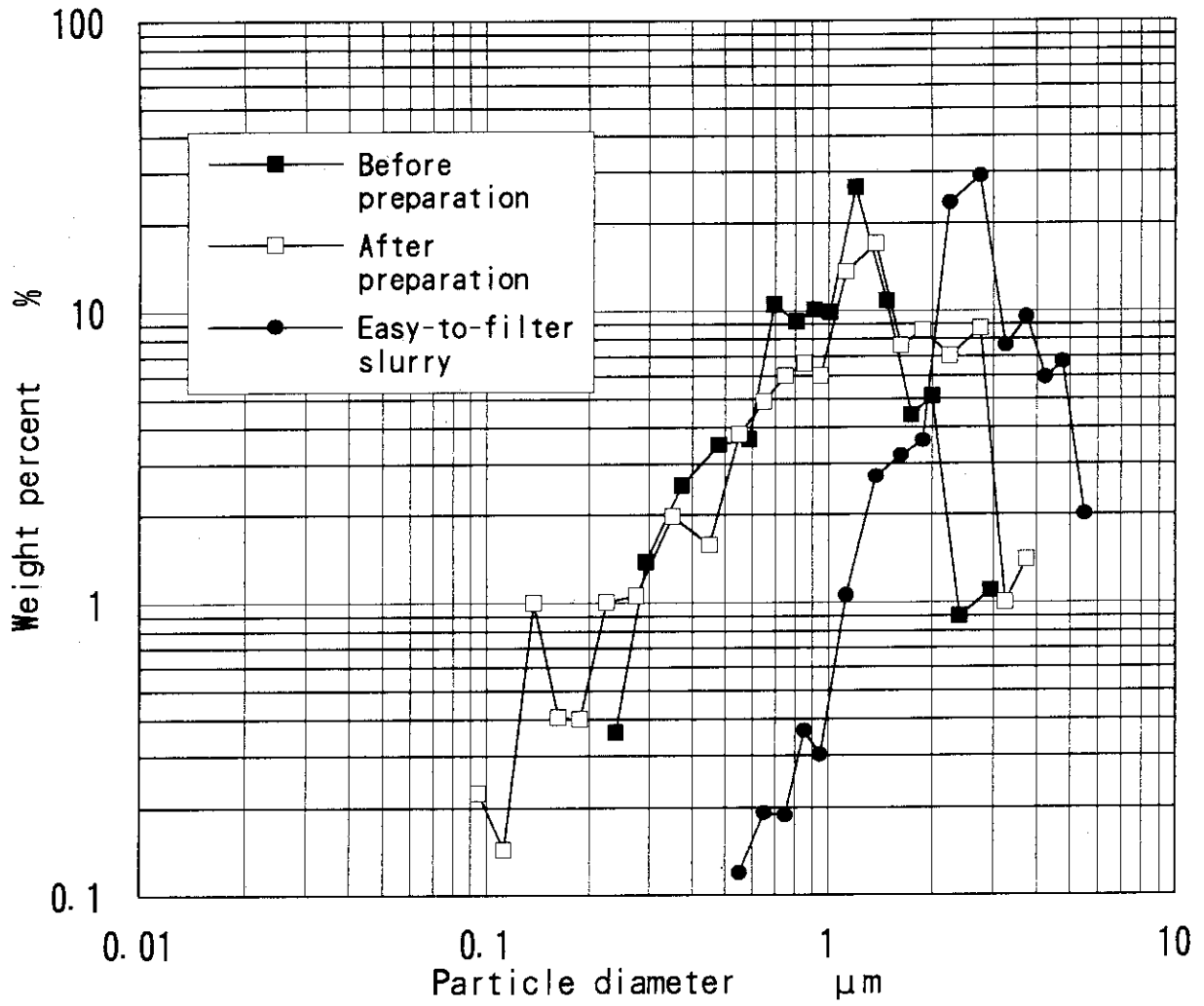


Fig. 3 Particle size distribution of solid in No. 2 slurry

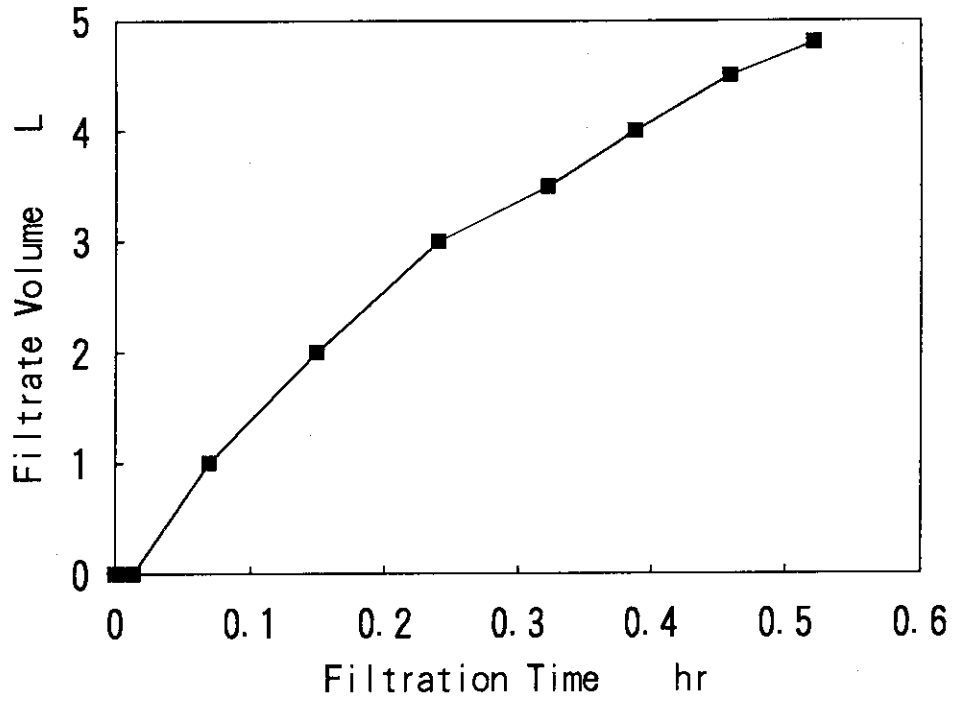


Fig. 4 Filtration velocity of No. 1 slurry

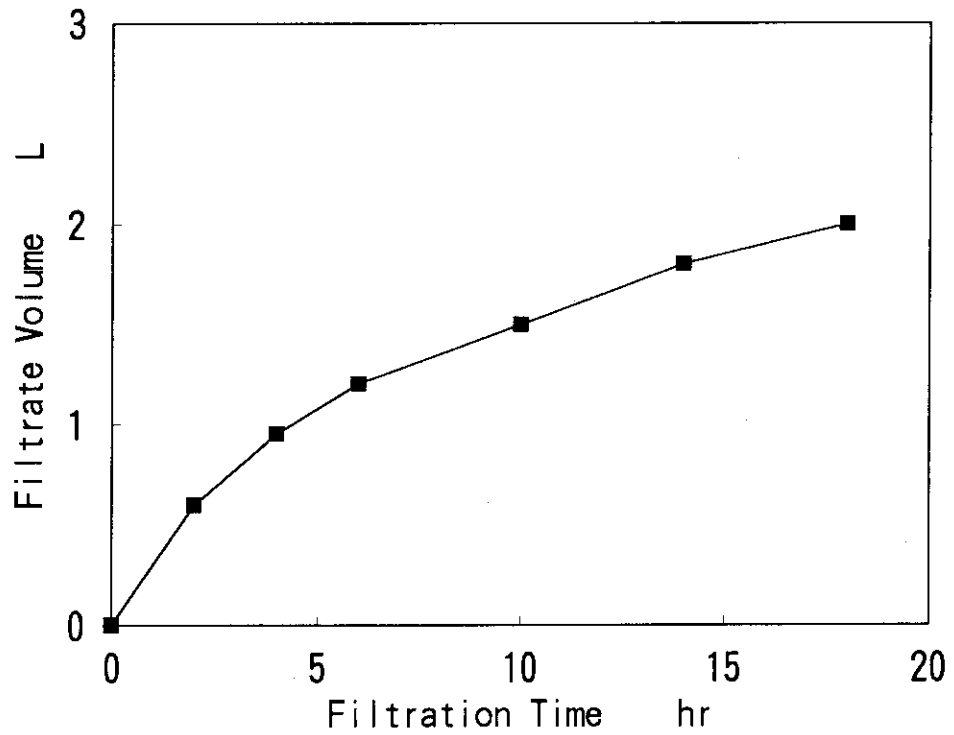


Fig. 5 Filtration velocity of No. 2 slurry

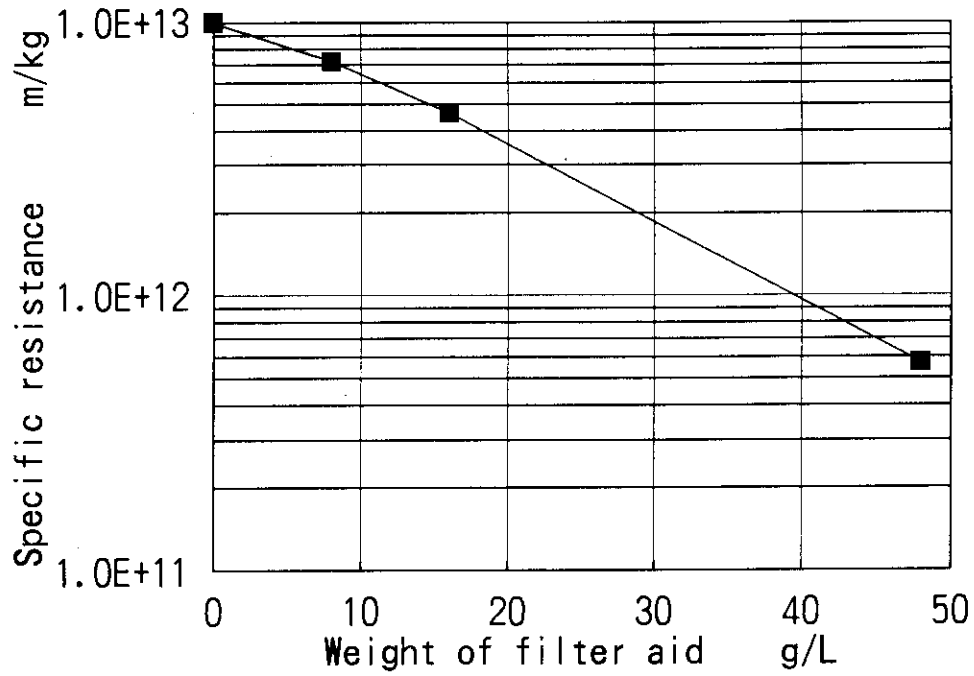


Fig.6 Relationship between weight of filter aid and specific resistance of slurry

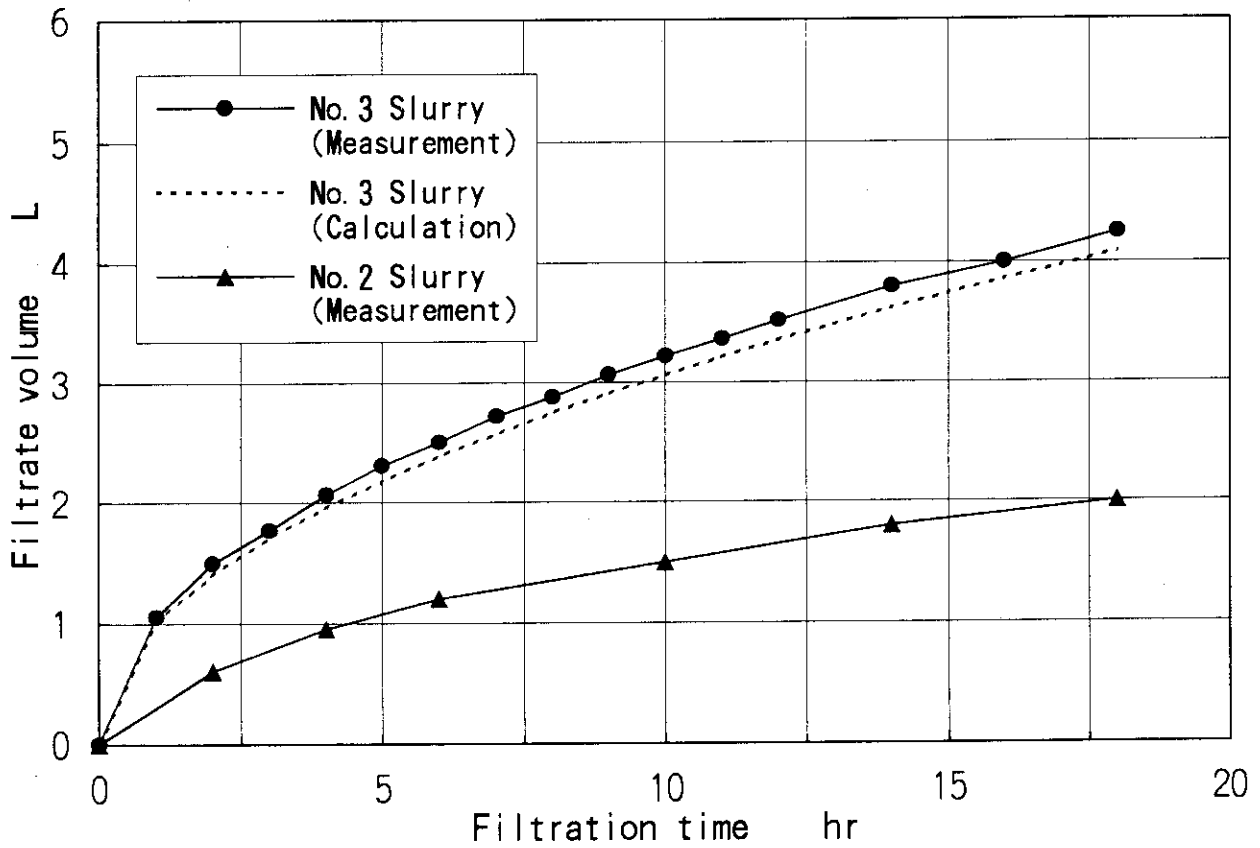


Fig.7 Filtration velocity of No. 3 slurry

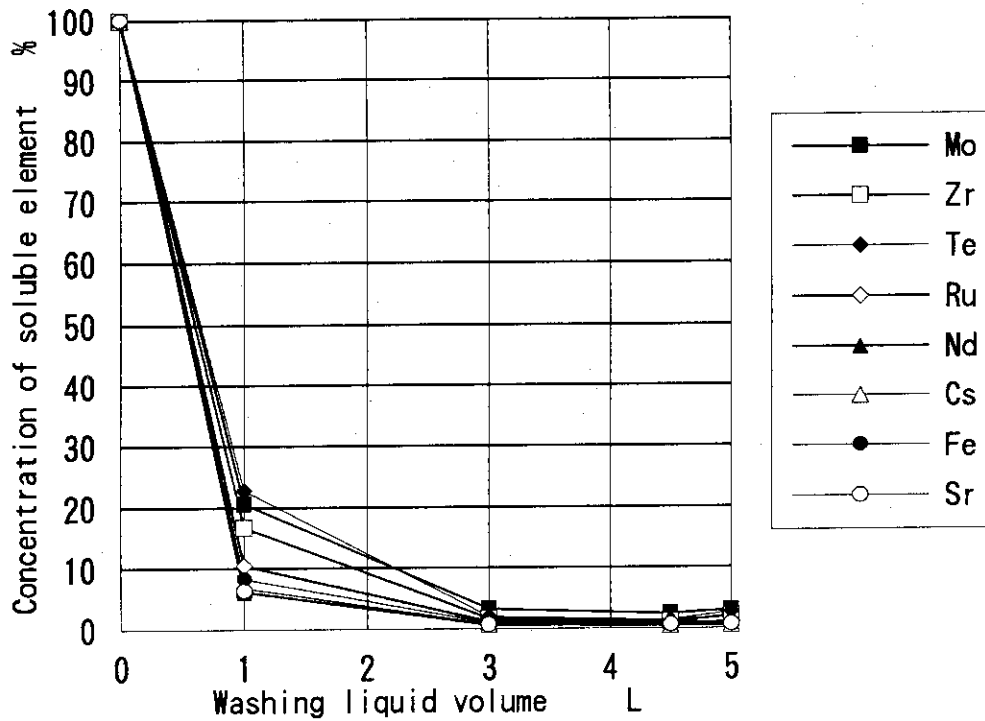


Fig. 8 Relationship between washing liquid volume and concentration of soluble element in washing liquid for No.1 slurry (100% = concentration of each element in filtrate)

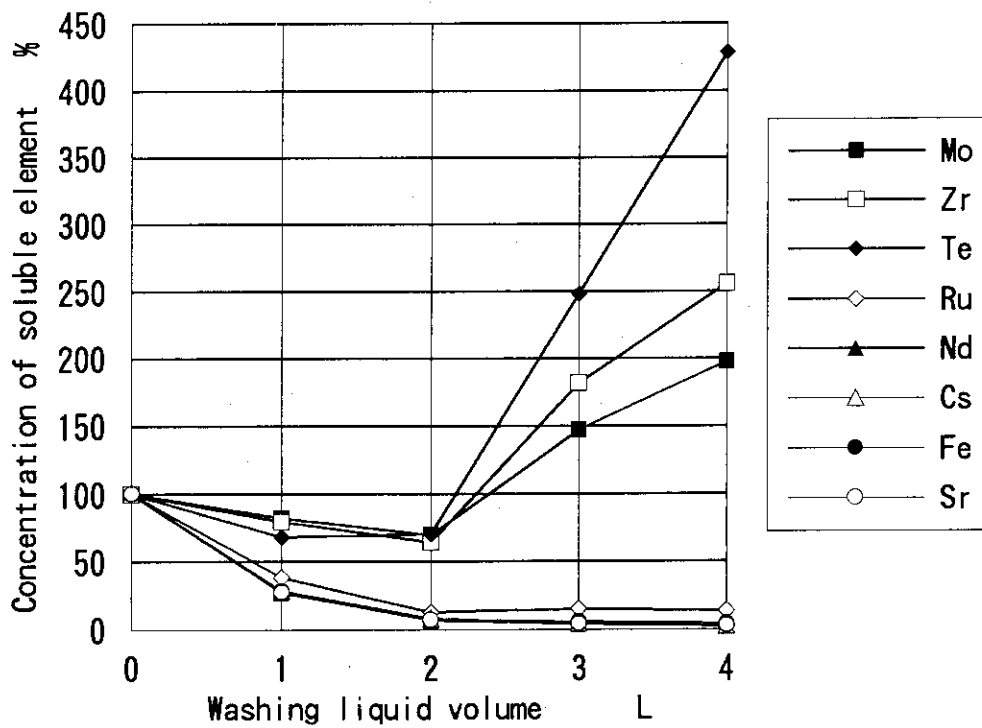


Fig. 9 Relationship between washing liquid volume and concentration of soluble element in washing liquid for No.3 slurry (100% = concentration of each element in filtrate)

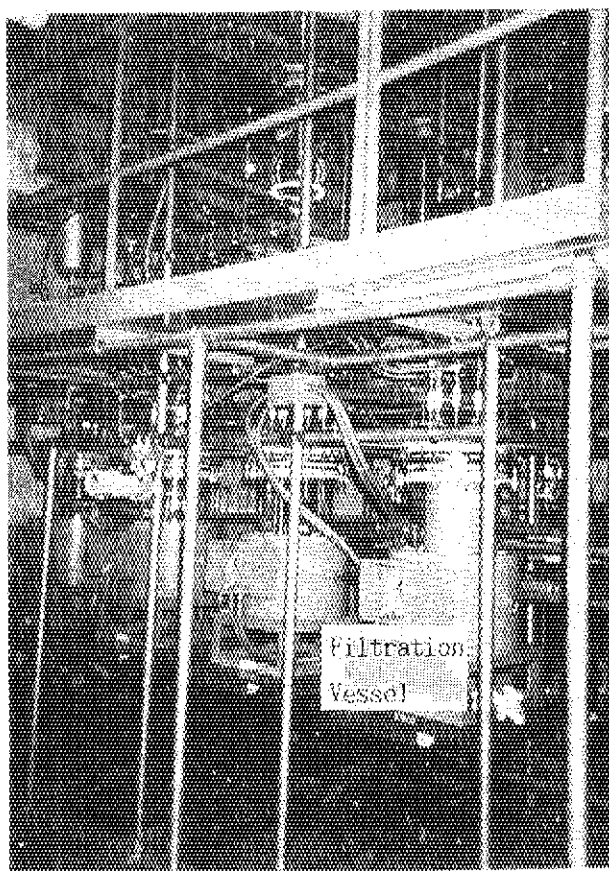
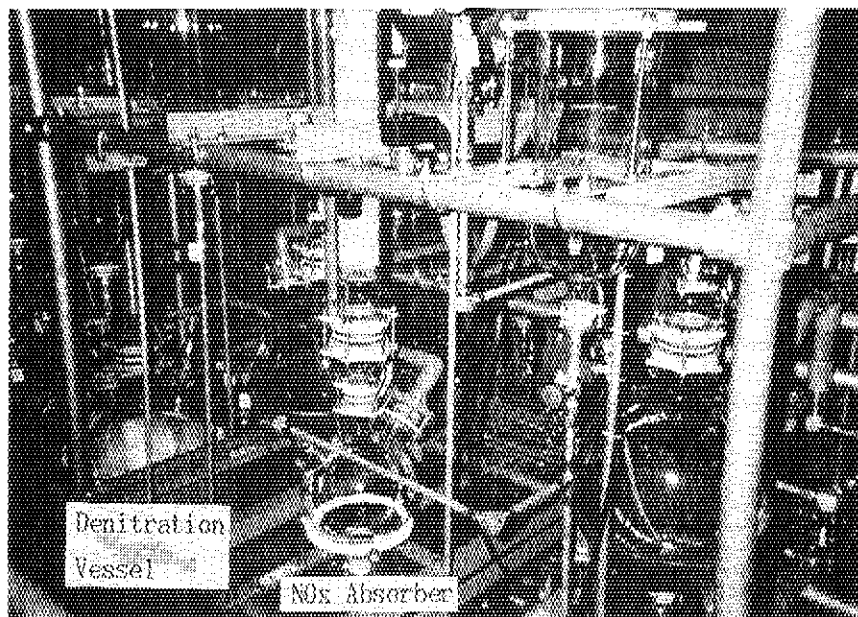


Photo 1 Overview of preliminary test apparatus for assessment of partitioning process

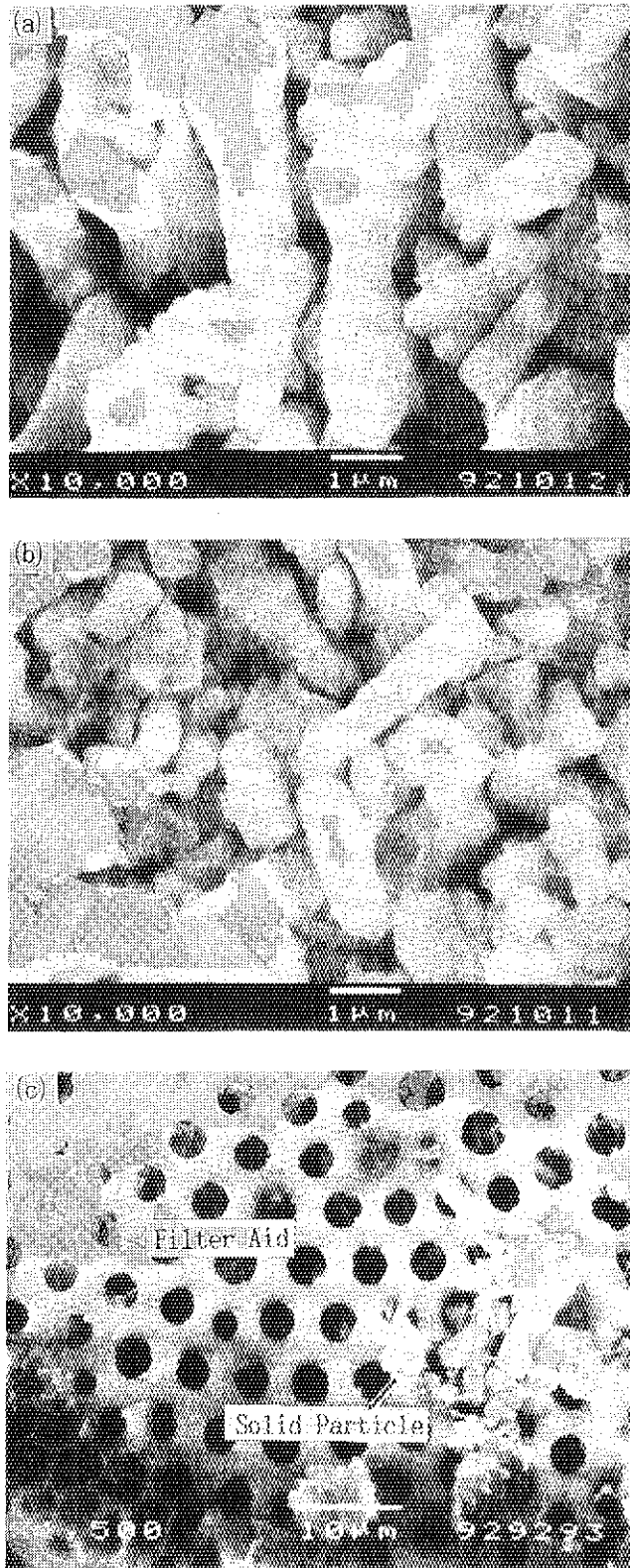


Photo 2 Secondary electron micrographs for solid particles
(a) No.1 slurry, (b) No.2 slurry, (c) No.3 slurry

付 録

A 1. 群分離プロセス評価予備試験装置の概要

群分離プロセス評価予備試験装置の詳細フローシートをFig. Aに示す。本装置は、模擬高レベル廃液・試薬供給系、脱硝・シュウ酸沈殿系、沈殿ろ過・溶解系、廃液貯槽系、ユーティリティ系および計装設備により構成され、1バッチ当り最高10Lの模擬廃液を用いて、ギ酸による脱硝およびシュウ酸による沈殿生成試験、脱硝およびシュウ酸塩沈殿物のろ過試験およびそれらの溶解試験をおこなうことができる。さらに装置の特徴として、NO_x回収装置や廃液中和槽等を設け安全面にも配慮したことがあげられる。本装置による主な試験目的は、模擬廃液脱硝後の沈殿を含む溶液およびシュウ酸塩沈殿物を含む溶液のろ過特性を明かにすることであり、試験の経過を目視により確認可能なように主容器の材質はガラス製とした。また、溶液の温度および流量の調節は危険を避けることから、制御盤のコントローラー等により遠隔操作可能なように設計した。

本装置により実際に模擬廃液の脱硝をおこなった際の、脱硝釜およびNO_x回収塔の様子をPhoto AおよびBに、脱硝により得られたスラリーを脱硝釜からろ過槽へ移送する様子およびろ過操作の様子をPhoto CおよびDに示す。

A 2. 群分離プロセス評価予備試験装置運転マニュアル

1. 試験前洗浄

純水により装置内を洗浄する。フィルタは、洗浄前に取り外すこと。

[] 内は、このマニュアルの順に行う場合、操作不要

1.1. R-10, V-90, 91, 92, 93, 94, 95, 96への純水供給

- a. 盤電源ON
- b. 弁301, 306, 401, 402, 404, 405, 406, 514, 519, [503], 504, 506, 507, 513, 518, 101, 102, 201閉
- c. [弁302, 307開]
- d. 純水供給ポンプ(P-1)起動、弁504半開
- e. 弁506開でV-10へ純水供給
- f. V-10内に純水が約10L満たされたら弁506閉
- g. V-10のスターラーを起動し、V-10内を攪拌する。
- h. 弁507開でR-10へ純水を直接供給
- i. R-10内に純水が約20L満たされたら弁507閉
- j. V-90, 91, 92を洗瓶にて洗浄する。(手作業)
- k. 弁401, 402開、三方弁403をV-90側へ切替、試薬ポンプ(P-6)起動
- l. V-90内の水が無くなった時、弁401閉、三方弁403をV-91側へ切替
- m. V-91が空になった時、P-6停止、弁402閉
- n. 弁404開でV-92内の水をR-10へ重力移送、移送終了後弁404閉
- o. (ホースを差し込んだ後) 弁518開でV-95へ純水供給
- p. V-95に5L満たされた時、弁518閉
- q. ホースをV-94に挿入して弁518開
- r. V-94に5L満たされた時、弁518閉
- s. ホースをV-93に挿入して弁518開
- t. V-93に5L満たされた時、弁518閉
- u. 弁513開でV-96に供給開始
- v. V-96に5L満たされた時、純水供給ポンプ(P-1)停止、弁504, 513閉
- w. V-10スターラー停止

注) j.k.l.m.n.は、他の作業と並行して行う。

1.2. R-10~P-3~R-10ラインの洗浄

- a. 弁214, 216, 218, 221閉確認、弁219, 220, 222開確認
- b. 弁201開
- c. 廃液移送ポンプ(P-3)起動、ポンプ、配管内に溜まった水をT-10に排水する。
- d. 約5L排出し、pH6~8であることを確認した後、弁221, 224開、弁222閉

- e. 約3分間純水の循環を行った後、P-3停止
- f. 弁218開で排水
- g. 排水終了後、弁201, 218, 221, 222, 224閉

1.3. R-10内洗浄

- [a. 弁302, 307閉]
- [b. 弁301, 306開]
- c. 弁101開でV-10内の純水をR-10へ移送
- d. 移送終了時、弁101閉
- e. 純水供給ポンプ起動、弁504半開
- f. 弁507開でR-10へ純水を供給
- g. R-10内に純水が約30L満たされたら弁507閉
- h. ベビコン(U-1)起動、PCV-004にて元圧0.2kG前後に設定
- i. 弁603開により攪拌開始(3分間攪拌)
- j. 弁603閉で攪拌停止、[ベビコン停止]

1.4. A-10内洗浄

- a. 弁517閉、弁[307], 516開
- b. 弁514開で、A-10に純水を供給
- c. 供給終了後、弁514閉
- d. O₂ガスポンベ(U-3)元弁開、PCV-005, 612, 613開で配管内の水抜き
- e. U-3元弁閉、PCV-005, 612, 613閉
- [f. ベビコン起動、PCV-004にて元圧0.2kG前後に設定]
- g. 弁614開によりエアリフトAE-1を起動し純水循環開始。
- h. 3分間循環後、弁517開でT-10へ排出
- i. A-10内の純水がなくなった後、弁614閉で循環停止、[ベビコン停止]
- j. 弁517閉

1.5. R-10~V-20ライン及びV-20内洗浄

- a. 弁104, 105, 107, 109, 110, 111, 304, 701, 702, 703, 704, 705, 706, 607閉
- b. 三方弁103をV-30側へ切換
- c. 弁102, 708開
- d. 真空ポンプP-5A, B起動、弁709開、[弁711閉]
- e. 全ての液がV-20に移送された後、1分後に真空ポンプ停止、弁304開
- f. 弁102, 708, 709閉
- [g. ベビコン起動、PCV-004にて元圧0.25kG前後に設定]
- h. 弁607開により攪拌開始(3分間攪拌)
- i. 弁607閉で攪拌停止、[ベビコン停止]

1.6. V-20~V-30ライン及びV-30内洗浄

- a. 弁106,609閉、[三方弁103をV-30側へ切換]
- b. 弁104,305.MV-2開で重力移送
- c. 全ての液がV-30に移送された後、弁104閉
- [d. ベビコン起動、PCV-001にて一時圧0.25 k G前後に設定]
- e. 弁609.MV-1開により攪拌開始(3分間攪拌)
- f. 弁609閉で攪拌停止、[ベビコン停止]
- [g. 弁305.MV-2閉]

1.7. V-30~R-20~V-40ライン洗浄

- a. 弁204,205,206,207,208,209,210,213,214,215,313閉
- b. 弁[105,107,305.MV-2],106,109,203,211,212,705開
- c. 真空ポンプP-5A, B起動、弁709開
- d. 移送中に弁108,202,230開、30秒後に弁230閉(導圧管内洗浄)
- e. 全ての液の移送完了後、弁203閉、弁230開で導圧管内の液抜き
- f. 弁230閉、弁203開で配管内の液抜き
- g. 2分後に真空ポンプ停止
- h. 弁313開
- i. 弁106,109.MV-2,203,212,313,705,709閉

1.8. R-10~V-20及びV-93,94~R-20,30,40ライン洗浄

- a. 純粋供給ポンプ起動、弁504半開
- b. 弁507開でR-10へ純水供給
- c. R-10内に純水が約30L満たされた後、弁507閉
- d. 弁[104,105,107],304,607,708,203,204,205,112,309,407,619閉
- e. 弁110,113,310,408,620,111,114,206,207,208,311,409,621,622,209,511閉
- f. 三方弁103をR-20側へ切換
- g. 弁102,405,411,701,702,703開
- h. 真空ポンプ起動、弁709開
- i. 弁407開でV-93の水をR-20へ移送開始
- j. V-93の水2L移送後、弁405,407閉、弁408開
- k. 弁406開でV-94の水をR-30へ移送開始
- l. V-94の水がなくなった後、30秒後に弁406,408閉、弁409開
- m. 弁519開でV-95の水をR-40へ移送開始
- n. V-95の水がなくなった後、30秒後に弁409,411,519閉
- o. 弁109開でR-10内の液をV-20経由でR-20へ移送開始
- p. 約10Lの液がR-20に移送された時、弁109閉、弁110開
- q. 約10Lの液がR-30に移送された時、弁110閉、弁111開

- r. 全ての液がR-40に移送された後、弁109,110開で配管内液抜き
- s. 1分後に真空ポンプ停止
- t. 弁304開、弁102,109,110,111閉、三方弁103をV-30側へ切換
- u. 弁701,702,703,709閉、弁309,310,311開
(R-40内の水の一部がV-60に吸い上げられる。)
- v. MV-3,624開でV-60内に吸い上げられた水をR-40に戻す。
- w. R-40の液位が一定になった後、MV-3,624閉

1.9. R-20, 30, 40内洗浄

- a. 弁407,408,409開、三方弁618を配管側へ切換
- [b. ベピコン起動、PCV-004にて元圧0.25 k G前後に設定]
- c. 弁617開により攪拌開始(3分間攪拌)
- d. 弁617閉で攪拌停止、[ベピコン停止]、弁407,408,409閉

1.10. R-20, 30, 40~R-50ライン洗浄

- a. 弁512, [109,203,407,619,701,110,113,204,205,408,620,702]閉
- b. 弁[111,114,206,207,208,409,621,703,209],312,410,625,627閉
- c. 三方弁626,628を配管側
- d. 弁112,115,704, [309,310,311]開
- e. 真空ポンプ起動、弁709開
- f. 約5 L移送された時、弁112閉、弁113開
- g. 約5 L移送された時、弁113閉、弁114開
- h. 約5 L移送された時、弁114,115閉
- i. 弁405,410開でV-93の水をR-50へ移送開始
- j. V-93の水がなくなった後、弁405閉、30秒後に弁410閉、405開
- k. 弁115開、30秒後に弁112,113,114開(配管内の液抜き)
- l. 真空ポンプ停止、弁312開
- m. 弁112,113,114,115,405,704,709閉

1.11. R-50内洗浄

- [a. 弁312開、三方弁626を配管側へ切換]
- [b. ベピコン起動、PCV-004にて元圧0.25 k G前後に設定]
- c. 弁625開により攪拌開始(3分間攪拌)
- d. 弁625閉で攪拌停止、ベピコン停止

1.12. R-50~V-50ライン洗浄

- a. 弁[203,204,205,206,207,208],210,[212],216,217,315閉
- b. 弁209,211,213,312,706開

- c. 真空ポンプ (P-5 A, B) 起動、弁709開
- d. 全ての液が移送された後、2分後に真空ポンプ停止
- e. 弁315開
- f. 弁209, 213, 315, 706, 709閉

1.13. V-40, 50液排水

- a. 弁214, 216, 313, 315開
- b. 弁215, 217を少し開き、液をサンプリング。pHをチェック
- c. pH6~8の時、弁218開で直接排出
- d. pH6未満または8を越えるの時、弁219, 220, 222開、廃液移送ポンプを起動し、T-10へ移送(後日、中和処理する)。弁214, 216, 219閉

1.14. R-20, 30~V-40, 50ライン洗浄

- a. 弁[204, 205, 206, 207, 208, 209, 210, 213, 214, 215, 216, 217], 313, 315閉
- b. 弁203, [211, 309, 310], 212, 705, 706開
- c. 真空ポンプ (P-5 A, B) 起動、弁709開
- (d. 移送中に弁211閉、弁210開)
- e. R-20の全ての液がV-40に移送された後、弁203, 212閉
- f. 弁205, 213開でR-30からV-50へ移送開始
- g. 移送途中に弁204開、弁205閉
- h. 全ての液が移送された後、弁203, 205, 212開で配管内の液抜き
- i. 2分後に真空ポンプ停止
- j. 弁313, 315開
- k. 弁203, 204, 205, 212, 213, 313, 315, 705, 706, 709閉

1.15. V-40, 50液排水

- a. 弁214, 216, [313, 315]開
- b. 弁215, 217を少し開き、液をサンプリング。pHをチェック
- c. pH6~8の時、弁218開で直接排出
- d. pH6未満または8を越えるの時、弁219, 220, 222開、廃液移送ポンプを起動し、T-10へ移送(後日、中和処理する)。弁214, 216, 219閉

1.16. R-40~V-40ライン洗浄

- a. 弁[203, 204, 205], 206, 207, [209], 210, [213, 214], 215, 313閉
- b. 弁208, MV-4, 211, 212, 705開
- c. 真空ポンプ起動、弁709開
- d. 約3分の1の液がV-40に移送された時、弁208, MV-4閉、弁207開
- e. 約3分の2の液がV-40に移送された時、弁207閉、弁206開

- f. 全ての液が移送された後、弁207, 208, MV-3, MV-4, 624開（配管内の液抜き）
- g. 2分後に真空ポンプ停止
- h. 弁313開
- i. 弁206, 207, 208, 212, 624, 705, 709, MV-3, MV-4閉

1.17. PdIR001導圧管の液抜き

- a. 弁[203, 204, 205, 206, 207, 208, 209, 213, 214], 313閉
- b. 弁309, 107, 108, 202, 211, 212, 230, 705開
- c. 真空ポンプ起動、弁709開
- d. 1分後に真空ポンプ停止
- e. 弁313開
- f. 弁107, 108, 202, 211, 212, 230, 705, 709閉

1.18. V-40液排水

- a. 弁214, 313開
- b. 弁215を少し開き、液をサンプリング。pHをチェック
- c. pH 6~8の時、弁218開で直接排出
- d. pH 6未満または8を越えるの時、弁219, 220, 222開、廃液移送ポンプを起動し、T-10へ移送（後日、中和処理する）。弁214, 219閉

2. 還流脱硝運転

2.1. 諸条件

2.1.1. 還流

- a. 模擬HLW：15成分10 L
- b. 還流時間：

2.1.2. 脱硝

- a. ギ酸： $[\text{HCOOH}]/[\text{HNO}_3]=1.5$ となる量（=1.3 L）
- b. 脱硝反応開始剤： NaNO_2 0.1 L
- c. ギ酸投入時間：30 min
- d. ギ酸投入終了後還流時間： hr
- e. NO_x 回収液：2M- NaOH , 1M- H_2O_2 5 L

2.2. 試験手順

2.2.1. 準備作業

- a. 模擬廃液充填：V-10に投入、弁101開, 224, 201, 102, 401, 402, 404, 506,

- 507閉でR-10に重力移送、移送完了後、弁101閉
- b. ギ酸試薬の作製充填：ギ酸約1.3Lを作製し、滴定によりモル濃度を定める。
ギ酸をギ酸ホルダー（V-91）に投入する。
- c. NO_x回収液：約5 L 作製（35wt%H₂O₂0.25 L + NaOH400 g + 水4.75 L）
作製&充填 弁514,517閉でV-96に投入、514 開でA-10に移送
移送完了後、弁514閉
- d. 亜硝酸Na : 0.1 L作製（NaNO₂34.5 g + 水0.1 L）
作製充填 弁401閉確認、V-90に投入

2.2.2. 還流

- a. 電源盤ON、制御盤電源ON
- b. 弁閉確認（101,224,401,402,404,507,102,201,603,605,302,509,303,609,
104,106,305,304,307,308,514,515,516,517,613,614,511,512,309,310,311,312）
- c. 弁301,306開
- d. R-10加熱開始（マントルヒーター300℃に設定）
- e. 冷却水循環器運転開始、記録計記録開始
- f. R-10沸騰確認（マントルヒーター350℃に設定）（還流開始）
- g. 時間経過後R-10加熱停止（還流終了）
- h. R-10内液温60℃以下になったら冷却器停止
- i. 全ての電源OFF
- j. R-10内の液を約10ml サンプリングする。

2.2.3. 脱硝

- a. 電源盤ON、制御盤電源ON
- b. R-10加熱開始（マントルヒーター350℃に設定）
- c. 冷却水循環器運転開始、記録計記録開始
- d. R-10沸騰確認（マントルヒーター350℃に設定）
- e. ベビコン（U-1）起動、弁601開、元弁（PCV004）二次圧 約0.25kgに設定
- f. 弁516,614 開でエアリフト始動しA-10のNO_x回収液循環開始
- g. O₂ ガスポンベ元栓を開、弁611,613 開、514閉、613で流量を12~15Nl/minに調節
- h. 弁401 開、P-6起動でV-90内の亜硝酸ナトリウム液をR-10に投入、終了後、若干量の純水でV-90及び配管内に残った液を洗い流す。401 閉
- i. 弁402開でV-91内ギ酸のR-10への連続供給開始（注入時間30分）
ギ酸注入完了後、若干量の純水でV-91及び配管内に残った液を洗い流す。
- j. P-6停止、弁402 閉
- k. 2.5 時間還流する。
- l. R-10加熱停止
- m. O₂ ガスポンベ元栓を閉、弁611,613 閉

- n. U-1 停止、弁601,614閉
- o. R-10 内液温50~60℃以下になったら冷却器停止
- p. 全ての電源OFF
- q. R-10 内の液を約10ml サンプリングする。

3. スラリーのろ過試験 (R-20 使用)

3.1. 試験条件

- a. ろ過方式: トップフィード、真空定圧
- b. フィルタ: 平板型、メッシュサイズ2 μ m、ろ過面積104cm²
- c. ろ過条件: 圧力: -400mmHg、温度: 室温
- d. ケーク洗浄: 条件はc. と同じ、洗浄液0.5M-HNO₃ 5l
- e. ケーク剥離: 手で行うか、シュウ酸溶液にて溶解する。

3.2. 準備

- a. 盤電源ON
- b. R-20 を分割する。
- c. フィルターをR-20 に取り付ける。
- d. R-20 を一体にする。ボルトはガス洩れがないように締め付ける。
- e. 弁105,107,109,112,203,309,407,511,619,702,703,704,705,706,708閉
- f. 三方弁103をV-30 側へ切り換える。
- g. 弁701開、真空ポンプ(P-5A, B) 起動、弁709開
- h. 真空が安定した後、弁709閉
- i. 真空ライン圧力計(弁707先)にて真空を確認(記録)
- j. 5分後に再び確認し、圧の変化が許容範囲内であれば、R-20 の気密OK
- k. 弁309開、弁701,709閉
- l. 真空度が著しく低下した場合、d.以降を繰り返す。
- m. 0.5N-HNO₃ を作製し、弁405,411閉でV-93 に投入する。

3.3. R-10 内脱硝スラリーの攪拌及びV-20 への移送

- a. 弁104,607閉、弁103をV-20 →V-30 の向きに切り換え
- b. ベビコン起動、弁601開
- c. PCV-004により元圧0.2kGに調節、弁603開で攪拌用圧縮空気にて攪拌開始
- d. 真空ポンプ起動
- e. 弁708,709開、304閉
- f. 弁102開によりスラリー移送開始

- g. R-10内のスラリーが少なくなったら、弁603閉により攪拌停止
- h. スラリー移送終了後、弁708閉、弁304開
- i. 弁102閉
- j. 真空ポンプ停止、弁709閉

3.4. ろ過 (V-20~R-20~V-40)

- a. 弁607開で攪拌用圧縮空気にて攪拌開始 (V-20が加圧にならない程度に)
- b. 弁109, 112, 309, 407, 619, 701, 110, 204, 205, 702, 111, 206, 207, 208, 703, 209, 704, 105, 107, 511, 210, 313, 214, 215, 213, 706閉
- c. 弁203, 211, 212, 705開
- d. レコーダー記録開始、PdIR-001用弁108, 202開及び230閉
- e. 真空ポンプ起動、弁709開
- f. 系内の圧力が-400mmHg (-0.544kG) になった時、弁709を絞り圧を一定に保つ。
- g. 弁109開で配管内のエア抜きを行う。
- h. 弁109閉
- i. 三方弁103をV-20→R-20の向きへ切り換え
- j. 系内の圧力がf.の値であることを確認する。圧の確認は、PdIR001にて行う。
- k. 弁109開でろ過開始
- l. ろ液量 (V-40の目盛りで読む) とろ過時間の関係を記録する。
- m. ろ液の濁りの変化を観察する。
- n. 常時、弁709を調節してf.の値を維持する。(真空度が上がった場合は弁711を少し開ける)
- o. V-20内の攪拌エアパイプが露出する前に、弁607閉により攪拌終了
- p. ろ液移送が完了した時、弁211閉及び210開、十秒後 211開及び211閉
- q. 1分後に真空ポンプ停止
- r. 弁109, 203閉
- s. 真空ポンプ起動、1分後に弁204, 205, 206, 207, 208, 209, MV-4少し開け、配管内に溜まったろ液回収
- t. 真空ポンプ停止
- u. 弁309, 313開
- v. 弁204, 205, 206, 207, 208, 209, MV-4, 212, 705, 709閉
- w. ポリタンクを弁215口に設置し、弁215を開け、ろ液を全量採取。弁215閉
- x. ポリタンク内のろ液を攪拌混合した後、分析用のろ液を数十ml採取する。
- y. R-20を分割し、ケーキを少量採取する。
- z. 分割したR-20を一体にする。

3.5. 固形分 (ケーキ) 洗淨

- a. 弁212, 216, 217, 309, 315, 405, 406, 407, 519, 705閉
- b. 弁411, 203, 211, 213, 706開

- c. レコーダー記録開始、PdIR-001用弁108,202開及び230閉
- d. 真空ポンプ起動、弁709開
- e. 系内の圧力が-400mmHg (-0.544kG) になった時、弁709を絞り圧を一定に保つ。
- f. 弁407開で配管内のエア抜きを行う。
- g. 弁407閉
- h. 弁405開
- i. 系内の圧力がe.の値であることを確認する。圧の確認は、PdIR001にて行う。
V-50の圧力計、弁707先の圧力計もチェックする。
- j. 弁407開で置換洗浄開始
- k. 洗浄液量（V-40の目盛りで読む）と洗浄時間の関係を記録する。
- l. 洗浄の濁りの変化を観察する。
- m. 常時、弁709を調節してe.の値を維持する。（真空度が上がった場合は弁711を少し開ける）
- n. 洗浄が完了した時、弁211閉及び210開、十秒後 211開及び211閉
- o. 1分後に真空ポンプ停止
- p. 弁405,411,407,203閉
- q. 真空ポンプ起動、1分後に弁204,205,206,207,208,209,MV-4,310,311,312を少し開け、配管内に溜まった洗浄液回収
- r. 真空ポンプ停止
- s. 弁309,315開
- t. 弁204,205,206,207,208,209,MV-4,213,706,709閉
- u. ポリタンクを弁217口に設置し、弁217を開け、洗浄液を全量採取。弁217閉
- v. ポリタンク内の洗浄液を攪拌混合した後、分析用の洗浄を数十ml採取する。
- w. R-20を分割し、ケーキを採取する。
- x. 分割したR-20を一体にする。

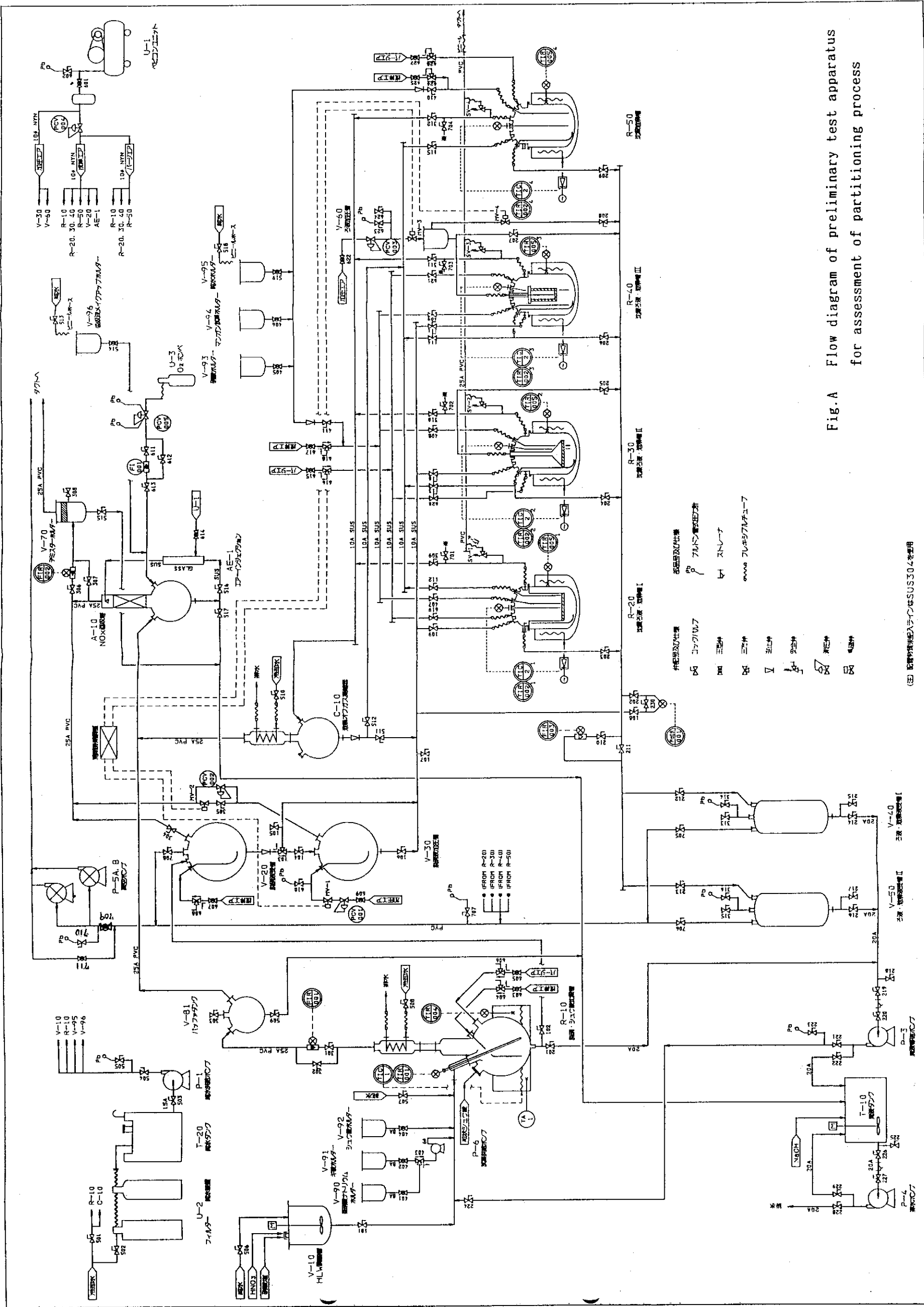


Fig.A Flow diagram of preliminary test apparatus for assessment of partitioning process

- ① 供給ポンプ
 ② 供給ポンプ
 ③ 供給ポンプ
 ④ 供給ポンプ
 ⑤ 供給ポンプ
 ⑥ 供給ポンプ
 ⑦ 供給ポンプ
 ⑧ 供給ポンプ
 ⑨ 供給ポンプ
 ⑩ 供給ポンプ
 ⑪ 供給ポンプ
 ⑫ 供給ポンプ
 ⑬ 供給ポンプ
 ⑭ 供給ポンプ
 ⑮ 供給ポンプ
 ⑯ 供給ポンプ
 ⑰ 供給ポンプ
 ⑱ 供給ポンプ
 ⑲ 供給ポンプ
 ⑳ 供給ポンプ
 ㉑ 供給ポンプ
 ㉒ 供給ポンプ
 ㉓ 供給ポンプ
 ㉔ 供給ポンプ
 ㉕ 供給ポンプ
 ㉖ 供給ポンプ
 ㉗ 供給ポンプ
 ㉘ 供給ポンプ
 ㉙ 供給ポンプ
 ㉚ 供給ポンプ
 ㉛ 供給ポンプ
 ㉜ 供給ポンプ
 ㉝ 供給ポンプ
 ㉞ 供給ポンプ
 ㉟ 供給ポンプ
 ㊱ 供給ポンプ
 ㊲ 供給ポンプ
 ㊳ 供給ポンプ
 ㊴ 供給ポンプ
 ㊵ 供給ポンプ
 ㊶ 供給ポンプ
 ㊷ 供給ポンプ
 ㊸ 供給ポンプ
 ㊹ 供給ポンプ
 ㊺ 供給ポンプ
 ㊻ 供給ポンプ
 ㊼ 供給ポンプ
 ㊽ 供給ポンプ
 ㊾ 供給ポンプ
 ㊿ 供給ポンプ

(注) 配管材質はステンレスSUS304を使用

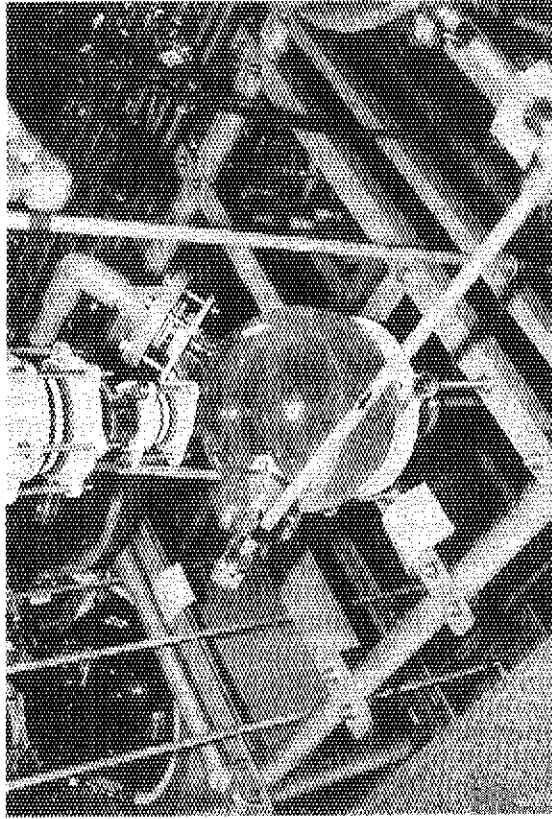


Photo B NOx absorber

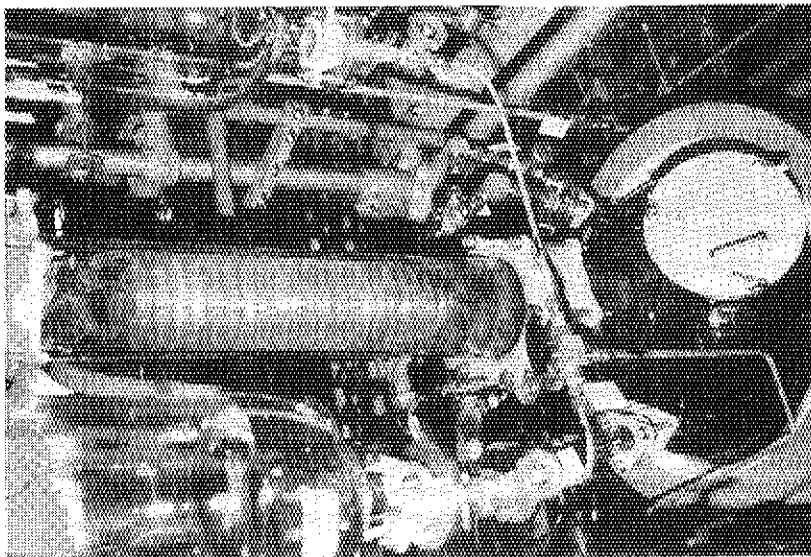


Photo A Denitration vessel

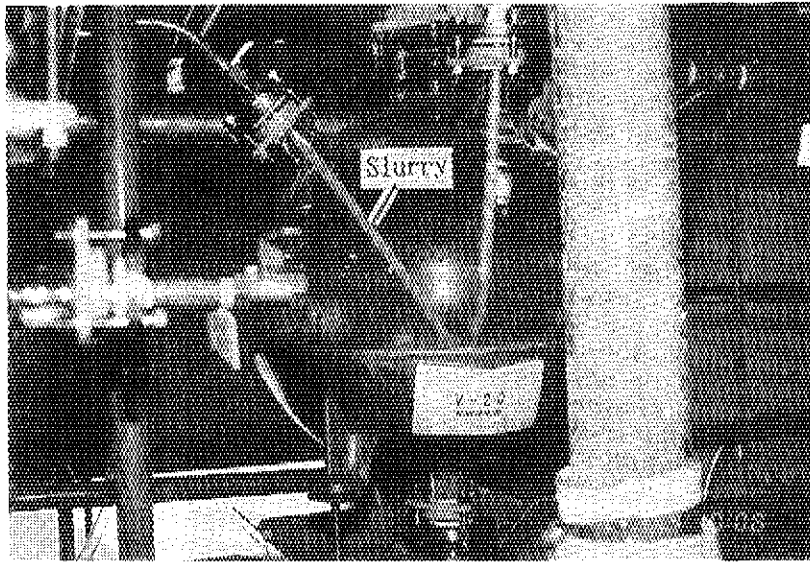


Photo C Transport of slurry

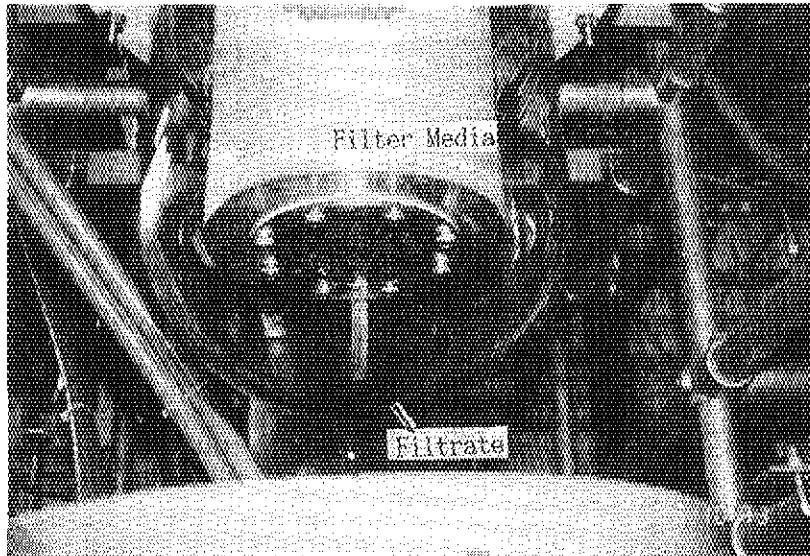


Photo D Filtration of slurry