

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2015-139718

(P2015-139718A)

(43) 公開日 平成27年8月3日(2015.8.3)

(51) Int.Cl.			F I			テーマコード (参考)	
B 0 1 D	11/04	(2006.01)	B 0 1 D	11/04	1 0 2	4 D 0 5 6	
C 2 2 B	3/26	(2006.01)	C 2 2 B	3/00	J	4 K 0 0 1	
C 2 2 B	23/00	(2006.01)	C 2 2 B	23/00	1 0 2		

審査請求 有 請求項の数 3 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2014-12259 (P2014-12259)
 (22) 出願日 平成26年1月27日 (2014.1.27)
 (11) 特許番号 特許第5648943号 (P5648943)
 (45) 特許公報発行日 平成27年1月7日 (2015.1.7)

(出願人による申告) 平成21年度独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 『省水型・環境調和型水循環プロジェクト/水循環要素技術研究開発/有用金属・有害物質の分離・回収技術の開発』委託研究、産業技術力強化法第19条の適用を受ける特許出願

(71) 出願人 391028339
 日本カニゼン株式会社
 東京都足立区官城1-35-11
 (71) 出願人 505374783
 国立研究開発法人日本原子力研究開発機構
 茨城県那珂郡東海村大字舟石川765番地1
 (74) 代理人 100110423
 弁理士 曾我 道治
 (74) 代理人 100111648
 弁理士 梶並 順
 (74) 代理人 100147500
 弁理士 田口 雅啓
 (74) 代理人 100166235
 弁理士 大井 一郎

最終頁に続く

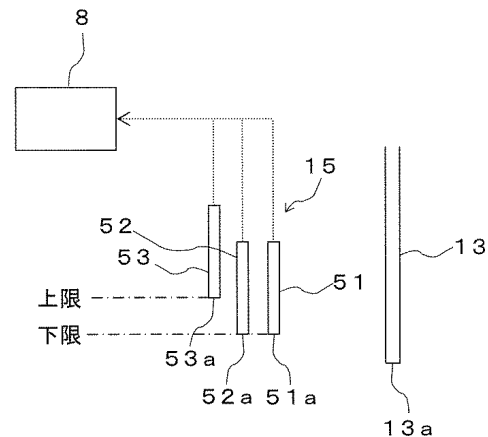
(54) 【発明の名称】 溶液処理装置

(57) 【要約】

【課題】 エマルションフローの高さを自動で制御することのできる溶液処理装置を提供する。

【解決手段】 制御装置8は、第1電極51と、第2電極52と、第3電極53とのそれぞれの間に電流が流れるようになったら、第2ポンプ22の出力を下げ、第1電極51と、第2電極52との間に流れなくなったら、第2ポンプ22の出力を上げる。これにより、カラム部11内のエマルションフローのレベルが、第1電極51の下端51a及び第2電極52の下端52a(下限)と第3電極53の下端53a(上限)との間の範囲に維持される。

【選択図】 図2



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

カラム部と、
回収対象の成分を含む水溶液を前記カラム部内に供給する第 1 供給手段と、
前記水溶液と混じり合わない溶媒を前記カラム部内に供給する第 2 供給手段と
を備え、前記カラム部内で、前記水溶液と前記溶媒とが向流接触することによりエマルションフローが発現する溶液処理装置であって、
前記カラム部には、前記エマルションフローの高さを検出するレベル検出手段が設けられ、

該レベル検出手段の検出値に基づいて、前記第 2 供給手段による前記溶媒の供給量を調節する溶液処理装置。

10

【請求項 2】

前記エマルションフローは電気を通す特性を有し、
前記レベル検出手段は少なくとも 2 つの電極を備え、
前記カラム部内の前記エマルションフローを介して前記電極間に電流が流れることにより、前記エマルションフローの高さを検出する、請求項 1 に記載の溶液処理装置。

【請求項 3】

前記レベル検出手段は、第 1 電極と、第 2 電極と、第 3 電極とを備え、
前記第 1 電極の下端は前記第 2 電極の下端と同じ位置かあるいは前記第 2 電極の下端よりも低く、かつ、前記第 2 電極の下端は前記第 3 電極の下端よりも低く、
前記第 1 電極と前記第 2 電極との間に電流は流れるが、前記第 2 電極と前記第 3 電極との間に電流は流れないように、前記第 2 供給手段による前記抽出溶媒の供給量を調節する、請求項 2 に記載の溶液処理装置。

20

【請求項 4】

前記溶液処理装置は、前記回収対象の成分が溶解する前記水溶液から前記溶媒へ前記回収対象の成分を抽出する液液抽出装置であり、

前記カラム部内で、前記水溶液中の前記回収対象の成分を前記溶媒へ抽出した後、前記回収対象の成分を含有した前記溶媒と逆抽出液とを接触させて、該逆抽出液に前記回収対象の成分を逆抽出する逆抽出塔と、

該逆抽出塔内の前記逆抽出液中の前記回収対象の成分の濃度を推定する濃度推定手段とをさらに備え、

30

該濃度推定手段によって推定された前記回収対象の成分の濃度が、予め設定された上限値に達したら、前記液液抽出装置の運転を停止し、前記逆抽出塔内の前記逆抽出液を交換する、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の溶液処理装置。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

この発明は、溶液処理装置に係り、特に、エマルションフローによる 2 液相接触を利用して溶液中の回収対象の成分を回収する溶液処理装置に関する。

【背景技術】

40

【0002】

水溶液に含まれる目的成分を、水と混じり合わない抽出溶媒に抽出する従来の液液抽出装置では、攪拌や振動などの機械的外力を加えることで 2 液相混合を行う必要がある。2 液相混合を行う際にこのような機械的外力を用いる必要のない液液抽出装置が特許文献 1 に記載されている。この液液抽出装置は、カラム部内で上記水溶液と上記抽出溶媒とを向流接触させることによりエマルションフローを発現させることで、2 液相混合を行うのに機械的外力を不要としている。ここで、エマルションフローとは、混じり合わない液体同士が接触することにより乳濁混合相を形成し、その乳濁混合相の流れのことである。

【先行技術文献】**【特許文献】**

50

【 0 0 0 3 】

【特許文献 1】特許第 5 3 0 5 3 8 2 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 4 】

特許文献 1 に記載の液液抽出装置では、カラム部内のエマルションフローの高さを高く安定させることで、安定かつ高い抽出率を得ることができる。エマルションフローの高さの制御は、カラム部内に供給される抽出溶媒の供給量を調節することにより行われる。しかしながら、特許文献 1 に記載の液液抽出装置では、エマルションフローの高さを制御する機構が存在せず、手動で抽出溶媒の供給量を調節する必要がある。このため、抽出溶媒の供給量の調節を厳密に行うのが困難であり、抽出溶媒の供給量が小さければエマルションフローの高さが低下し、抽出溶媒の供給量が大きければエマルションフローがカラム部から流出してしまうおそれがあった。

10

【 0 0 0 5 】

この発明はこのような問題点を解決するためになされたもので、エマルションフローの高さを自動で制御することのできる溶液処理装置を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 6 】

この発明に係る溶液処理装置は、カラム部と、回収対象の成分を含む水溶液をカラム部内に供給する第 1 供給手段と、水溶液と混じり合わない溶媒をカラム部内に供給する第 2 供給手段とを備え、カラム部内で、水溶液と溶媒とが向流接触することによりエマルションフローが発現する溶液処理装置であって、カラム部には、エマルションフローの高さを検出するレベル検出手段が設けられ、レベル検出手段の検出値に基づいて、第 2 供給手段による溶媒の供給量を調節する。

20

エマルションフローは電気を通す特性を有し、レベル検出手段は少なくとも 2 つの電極を備え、カラム部内のエマルションフローを介して電極間に電流が流れることにより、エマルションフローの高さを検出してもよい。

レベル検出手段は、第 1 電極と、第 2 電極と、第 3 電極とを備え、第 1 電極の下端は第 2 電極の下端と同じ位置があるいは第 2 電極の下端よりも低く、かつ、第 2 電極の下端は第 3 電極の下端よりも低く、第 1 電極と第 2 電極との間に電流は流れるが、第 2 電極と第 3 電極との間に電流は流れないように、第 2 供給手段による前記抽出溶媒の供給量を調節してもよい。

30

溶液処理装置は、回収対象の成分が溶解する水溶液から溶媒へ回収対象の成分を抽出する液液抽出装置であり、カラム部内で、水溶液中の回収対象の成分を溶媒へ抽出した後、回収対象の成分を含有した溶媒と逆抽出液とを接触させて、逆抽出液に回収対象の成分を逆抽出する逆抽出塔と、逆抽出塔内の逆抽出液中の回収対象の成分の濃度を推定する濃度推定手段とをさらに備え、濃度推定手段によって推定された回収対象の成分の濃度が、予め設定された上限値に達したら、液液抽出装置の運転を停止し、逆抽出塔内の逆抽出液を交換してもよい。

【発明の効果】

40

【 0 0 0 7 】

この発明によれば、カラム部内のエマルションフローの高さを検出するレベル検出手段の検出値に基づいて、第 2 供給手段による溶媒の供給量を調節するので、エマルションフローの高さを自動で制御することができる。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 0 8 】

【図 1】この発明の実施の形態に係る溶液処理装置の構成模式図である。

【図 2】この実施の形態に係る溶液処理のカラム部内に発現するエマルションフローの高さを検出するためのレベル計の構成模式図である。

【発明を実施するための形態】

50

【0009】

以下、この発明の実施の形態を添付図面に基づいて説明する。

図1に示されるように、溶液処理装置である液液抽出装置1は、鉛直方向に延びる正抽出塔2と、鉛直方向に延びる逆抽出塔3と、回収対象すなわち抽出対象の成分であるニッケルが溶解した水溶液を貯留する水溶液タンク4と、当該水溶液と混じり合わない抽出溶媒を貯留する抽出溶媒タンク5と、逆抽出液である硫酸を貯留する逆抽出液タンク6と、抽残液を貯留する抽残液タンク7と、液液抽出装置1の運転を制御する制御装置8とを備えている。この実施の形態で使用する抽出溶媒は、
- ヒドロキシオキシム系抽出剤である2-ヒドロキシ-5-ノニルアセトフェノンオキシム(BASF社製LIX84I)20体積%と、酸性有機リン化合物であるビス(2-エチルヘキシル)リン酸(大八化学社製DP8R)2体積%と、有機溶媒であるセルゾールD70(セル化学社製、パラフィン55質量%、ナフテン45質量%)78体積%とを混合したものである。

10

【0010】

正抽出塔2は、カラム部11と、カラム部11の下端に設けられた相分離部12とを備えている。カラム部11の上端には、カラム部11の内部に下端に向かって延びるノズル部13が設けられている。カラム部11の内部において、下端付近には、第1ヘッド部14が設けられ、上端付近には、後述するエマルションフローの高さを検出するレベル検出手段であるレベル計15が設けられている。尚、レベル計15の詳細な構成については後述する。

20

【0011】

ノズル部13には、一端が水溶液タンク4内に連通した水溶液管16の他端が接続されている。水溶液管16には、水溶液タンク4内の水溶液を水溶液管16及びノズル部13を介してカラム部11内に供給する第1供給手段である第1ポンプ17と、水溶液管16内を流れる水溶液の流量を検出する流量計18とが設けられている。また、第1ヘッド部14には、一端が抽出溶媒タンク5内に連通した抽出溶媒管21の他端が接続されている。抽出溶媒管21には、抽出溶媒タンク5内の抽出溶媒を抽出溶媒管21及び第1ヘッド部14を介してカラム部11内に供給する第2供給手段である第2ポンプ22と、抽出溶媒管21内を流れる抽出溶媒の流量を検出する流量計23とが設けられている。さらに、相分離部12と抽残液タンク7とは、抽残液管19を介して連通している。抽残液管19には、抽残液中のニッケル濃度を検出するためのUVセンサー20が設けられている。

30

【0012】

逆抽出塔3の内部において、下端付近には、第2ヘッド部31が設けられている。第2ヘッド部31には、一端がカラム部11の上端からカラム部11内に連通した正抽出移送管32の他端が接続されている。また、逆抽出塔3の下端には、一端が逆抽出液タンク6に接続された逆抽出液管33の他端が接続されて、逆抽出塔3と逆抽出液タンク6とが連通している。逆抽出液管33には、逆抽出液タンク6内の硫酸を逆抽出液管33を介して逆抽出塔3内に供給する第3ポンプ34と、逆抽出液管33内を流れる硫酸の流量を検出する流量計35とが設けられている。逆抽出液管33にはさらに、逆抽出塔3の下端と流量計35との間から分岐するドレイン管36が設けられている。ドレイン管36には、第4ポンプ37と、ドレイン管36内を流れる液体の流量を検出する流量計38とが設けられている。逆抽出塔3の上端から逆抽出塔3の内部に、逆抽出移送管39の一端が挿入されており、逆抽出移送管39の他端は、抽出溶媒タンク5と第2ポンプ22との間で抽出溶媒管21に接続されている。

40

【0013】

抽出溶媒管21には、抽出溶媒タンク5と逆抽出移送管39が接続する部分との間と、流量計23と第1ヘッド部14との間とのそれぞれに、電動弁41及び42が設けられている。正抽出移送管32には、電動弁43が設けられている。逆抽出移送管39には、電動弁44が設けられている。水溶液管16には、流量計18とノズル部13との間に、電動弁45が設けられている。抽残液管19には、電動弁46が設けられている。逆抽出液管33には、流量計35とドレイン管36が接続する部分との間に、電動弁47が設けら

50

れている。ドレイン管 36 には、第 4 ポンプ 37 と逆抽出液管 33 に接続する部分との間に、電動弁 48 が設けられている。正抽出塔 2 及び逆抽出塔 3 のそれぞれの上端には、ベント用の電動弁 49 及び 50 がそれぞれ設けられている。

【0014】

レベル計 15 と、第 1 ポンプ 17 と、第 2 ポンプ 22 と、第 3 ポンプ 34 と、第 4 ポンプ 37 と、流量計 18, 23, 35, 38 と、UV センサー 20 とはそれぞれ、制御装置 8 に電氣的に接続されている。図 1 を複雑にしないために図示していないが、電動弁 41 ~ 50 もそれぞれ、制御装置 8 に電氣的に接続されている。

【0015】

図 2 に示されるように、レベル計 15 は、第 1 電極 51 と、第 2 電極 52 と、第 3 電極 53 との 3 本の電極を有しており、それぞれは制御装置 8 に電氣的に接続されている。第 1 電極 51 と、第 2 電極 52 と、第 3 電極 53 とはそれぞれ、第 1 電極 51 の下端 51a の位置と第 2 電極 52 の下端 52a の位置とが同じであり、第 1 電極 51 の下端 51a 及び第 2 電極 52 の下端 52a が第 3 電極 53 の下端 53a よりも低く、ノズル部 13 の下端 13a が第 1 電極 51 の下端 51a 及び第 2 電極 52 の下端 52a よりも低くなるように設けられている。

10

【0016】

後述するエマルションフローは電気を通すので、エマルションフローの上面が第 1 電極 51 の下端 51a 及び第 2 電極 52 の下端 52a と第 3 電極 53 の下端 53a との間に位置している場合には、第 1 電極 51 と第 2 電極 52 との間には電流が流れるが、第 1 電極 51 及び第 2 電極 52 と第 3 電極 53 との間には電流が流れない。エマルションフローの上面が第 3 電極 53 の下端 53a よりも高い位置にある場合には、第 1 電極 51 と、第 2 電極 52 と、第 3 電極 53 とのそれぞれの間には電流が流れるようになる。このため、第 1 電極 51 と第 2 電極 52 との間には電流が流れるが、第 2 電極 52 と第 3 電極 53 との間には電流が流れない状態では、エマルションフローの上面が第 1 電極 51 の下端 51a 及び第 2 電極 52 の下端 52a と第 3 電極 53 の下端 53a との間に位置していることとなる。すなわち、エマルションフローの高さの下限を第 1 電極 51 の下端 51a 及び第 2 電極 52 の下端 52a の高さとし、上限を第 3 電極 53 の下端 53a の高さとしていることとなる。

20

【0017】

次に、この発明の実施の形態に係る溶液処理装置の動作について説明する。尚、以下の説明において明記しないが、各ポンプの起動及び停止や各電動弁の開閉は、制御装置 8 が行う。

30

図 1 に示されるように、電動弁 41 ~ 50 のすべてが閉じた状態から、電動弁 45 及び 49 を空けた後、第 1 ポンプ 17 を起動させて、水溶液タンク 4 内の水溶液を水溶液管 16 及びノズル部 13 を介してカラム部 11 内に供給する。カラム部 11 内の水溶液のレベルが、カラム部 11 の高さの半分程度の高さになったら、第 1 ポンプ 17 を停止し、電動弁 45 を閉める。尚、カラム部 11 内の水溶液のレベルは、レベル計 15 とは異なる水溶液用の図示しないレベル計によって検出してもよいし、流量計 18 の検出値を積算することによって求めたカラム部 11 内の水溶液の容量から算出してもよい。

40

【0018】

また、電動弁 47 及び 50 を空けた後、第 3 ポンプ 34 を起動させて、逆抽出液タンク 6 内の硫酸を逆抽出液管 33 を介して逆抽出塔 3 内に供給する。逆抽出塔 3 内の硫酸のレベルが、逆抽出塔 3 の高さの半分程度の高さになったら、第 3 ポンプ 34 を停止し、電動弁 47 を閉める。尚、逆抽出塔 3 内の硫酸のレベルも、図示しないレベル計によって検出してもよいし、流量計 35 の検出値を積算することによって求めた逆抽出塔 3 内の硫酸の容量から算出してもよい。

【0019】

次に、電動弁 41 及び 42 を空けた後、第 2 ポンプ 22 を起動させて、抽出溶媒タンク 5 内の抽出溶媒を抽出溶媒管 21 及び第 1 ヘッド部 14 を介してカラム部 11 内に供給す

50

る。カラム部 1 1 内では、水溶液と抽出溶媒とは混じり合わず、下方に水溶液の相が形成され、上方に抽出溶媒の相が形成される。抽出溶媒のレベルが、レベル計 1 5 の第 3 電極 5 3 の下端 5 3 a (図 2 参照) を超えて、予め決められた上限レベルに達したら、電動弁 4 9 を閉めると共に電動弁 4 3 を開ける。尚、カラム部 1 1 内の抽出溶媒のレベルも、図示しないレベル計や流量計 2 3 の検出値を積算することから算出してもよい。

【 0 0 2 0 】

電動弁 4 9 を閉じることにより正抽出塔 2 が密閉状態になるので、カラム部 1 1 内の抽出溶媒は、正抽出移送管 3 2 及び第 2 ヘッド部 3 1 を介して逆抽出塔 3 内に供給される。逆抽出塔 3 内では、抽出溶媒と硫酸とは混じり合わず、下方に硫酸の相が形成され、上方に抽出溶媒の相が形成される。抽出溶媒のレベルが、逆抽出塔 3 の予め決められた上限レベルに達したら、電動弁 4 1 及び 5 0 を閉じると共に電動弁 4 4 を開ける。尚、逆抽出塔 3 内の抽出溶媒のレベルも、図示しないレベル計や流量計 2 3 の検出値を積算することから算出してもよい。

10

【 0 0 2 1 】

電動弁 5 0 を閉じることにより逆抽出塔 3 が密閉状態になるので、逆抽出塔 3 内の抽出溶媒は、逆抽出移送管 3 9 を介して逆抽出塔 3 から流出する。逆抽出移送管 3 9 を流れる抽出溶媒は、抽出溶媒管 2 1 に流入するが、電動弁 4 1 が閉じているため、第 2 ポンプ 2 2 に流入した後、第 2 ポンプ 2 2 によって昇圧されて、カラム部 1 1 内に供給される。これにより、第 2 ポンプ 2 2 によって抽出溶媒が正抽出塔 2 と逆抽出塔 3 との間を循環するようになり、液液抽出装置 1 の運転準備が完了する。その後、第 2 ポンプ 2 2 を停止する。

20

【 0 0 2 2 】

液液抽出装置 1 の運転を開始するためには、第 2 ポンプ 2 2 を再び起動させる。すると、抽出溶媒が正抽出塔 2 と逆抽出塔 3 との間を循環する。第 2 ポンプ 2 2 から吐出された抽出溶媒は、第 1 ヘッド部 1 4 から微細な液滴の形態で水溶液の相中に噴出されることにより、カラム部 1 1 内で抽出溶媒と水溶液とが向流接触して乳濁混合相が生じる。制御装置 8 が第 2 ポンプ 2 2 の出力を徐々に上げて、抽出溶媒の循環量、すなわち、第 1 ヘッド部 1 4 から噴出される抽出溶媒の供給量を徐々に上げていくと、カラム部 1 1 内での乳濁混合相のレベルが上昇する。この乳濁混合相は電流を通すので、レベル計 1 5 によって、カラム部 1 1 内の乳濁混合相のレベルが検出される。図 2 に示されるように、乳濁混合相のレベルが第 3 電極 5 3 の下端 5 3 a 以上の高さになったことを、第 1 電極 5 1 と、第 2 電極 5 2 と、第 3 電極 5 3 とのそれぞれの間に電流が流れるようになることで検出する。

30

【 0 0 2 3 】

乳濁混合相のレベルが第 3 電極 5 3 の下端 5 3 a 以上の高さになったら、図 1 に示されるように、制御装置 8 が第 2 ポンプ 2 2 の出力を制御して、第 2 ポンプ 2 2 による抽出溶媒の吐出量を低下する。すなわち、正抽出塔 2 と逆抽出塔 3 との間の抽出溶媒の循環流量を低下させる。続いて、電動弁 4 5 及び 4 6 を開けると共に第 1 ポンプ 1 7 を起動させて、カラム部 1 1 内への水溶液の供給を開始する。これにより、カラム部 1 1 内で水溶液と抽出溶媒とが向流接触することになり、乳濁混合相からなる流れ、すなわちエマルションフローが発現する。エマルションフローが発現した後、制御装置 8 が第 2 ポンプ 2 2 の出力を徐々に上げることで、エマルションフローのレベルが徐々に高くなる。

40

【 0 0 2 4 】

これ以後、制御装置 8 は、第 1 電極 5 1 と第 2 電極 5 2 との間には電流が流れるが、第 2 電極 5 2 と第 3 電極 5 3 との間には電流が流れない状態となるように、第 2 ポンプ 2 2 の出力を制御する。具体的には、第 1 電極 5 1 と、第 2 電極 5 2 と、第 3 電極 5 3 とのそれぞれの間に電流が流れるようになったら、第 2 ポンプ 2 2 の出力を下げ、第 1 電極 5 1 と、第 2 電極 5 2 との間に電流が流れなくなったら、第 2 ポンプ 2 2 の出力を上げる。これにより、カラム部 1 1 内のエマルションフローのレベルが、第 1 電極 5 1 の下端 5 1 a 及び第 2 電極 5 2 の下端 5 2 a (下限) と第 3 電極 5 3 の下端 5 3 a (上限) との間の範囲に維持される。

50

【 0 0 2 5 】

エマルションフロー内では、水中のニッケルが抽出溶媒中に移動する。ニッケルを溶解した抽出溶媒は、カラム部 1 1 内を上昇し、エマルションフローの上に、ニッケルを溶解した抽出溶媒の相を形成する。一方、エマルションフロー内でニッケルが抽出溶媒中に移動することにより、ニッケル濃度が低下した水溶液が相分離部 1 2 に貯留される。電動弁 4 5 を開ける際に電動弁 4 6 も開けることにより、正抽出塔 2 の相分離部 1 2 から水溶液が流出し、抽残液管 1 9 を介して抽残液タンク 7 に流入する。抽残液タンク 7 に流入する水溶液は、抽残液として抽残液タンク 7 内に貯留され、抽残液中のニッケル濃度が UV センサー 2 0 によって検出され、ニッケル濃度の変化がモニタリングされる。

【 0 0 2 6 】

カラム部 1 1 からは、正抽出移送管 3 2 を介して、エマルションフローの上に形成された抽出溶媒の相内の抽出溶媒が流出する。この抽出溶媒は、正抽出移送管 3 2 を流れた後、第 2 ヘッド部 3 1 から微細な液滴の形態で、逆抽出塔 3 内の硫酸の相中に噴出されることにより、逆抽出塔 3 内で抽出溶媒と硫酸とが向流接触する。この抽出溶媒にはニッケルが溶解しているので、抽出溶媒と硫酸とが向流接触することで、ニッケルが抽出溶媒から硫酸中に移動する。抽出溶媒は逆抽出塔 3 内を上昇し、逆抽出塔 3 内で硫酸の相の上に抽出溶媒の相が形成される。この結果、この抽出溶媒の相中のニッケル濃度は、カラム部 1 1 から流出した抽出溶媒中のニッケル濃度よりも低くなる。

【 0 0 2 7 】

逆抽出塔 3 からは、逆抽出移送管 3 9 を介して、抽出溶媒の相内の抽出溶媒が流出する。この抽出溶媒は、逆抽出移送管 3 9 を流れた後、抽出溶媒管 2 1 に流入し、再び第 2 ポンプ 2 2 によって昇圧されてカラム部 1 1 に供給される。

【 0 0 2 8 】

以上の動作を継続することで、水溶液タンク 4 内に貯留された水溶液中のニッケルは、逆抽出塔 3 内の硫酸中に溶解した状態で回収され、ニッケルが除去ないしニッケル濃度が低下した水溶液が抽残液タンク 7 内に回収されることになる。

【 0 0 2 9 】

以上の動作を継続していき、逆抽出塔 3 内の硫酸中のニッケル濃度が飽和すると、逆抽出塔 3 内の抽出溶媒の相中のニッケル濃度が上昇していき、ニッケル濃度の高い抽出溶媒がカラム部 1 1 内に供給されることになる。すると、カラム部 1 1 内のエマルションフロー内で、水溶液から抽出溶媒へのニッケルの移動量が低下し、相分離部 1 2 内の水溶液中のニッケル濃度が上昇する。その結果、抽残液タンク 7 内の抽残液中のニッケル濃度が上昇する。制御装置 8 に、抽残液中のニッケル濃度の上限値を予め設定しておくことにより、UV センサー 2 0 の検出値が当該上限値に達したら、硫酸中のニッケル濃度が飽和したと判断することができる。この場合、制御装置 8 及び UV センサー 2 0 は、硫酸中のニッケル濃度を推定する濃度推定手段を構成する。

【 0 0 3 0 】

硫酸中のニッケル濃度が飽和したと判断したら、制御装置 8 は、第 1 ポンプ 1 7 及び第 2 ポンプ 2 2 を停止することで、液液抽出装置 1 の運転を停止する。続いて、電動弁 4 8 及び 5 0 を空けた後、第 4 ポンプ 3 7 を起動させて、逆抽出塔 3 から硫酸をドレイン管 3 6 を介して排出する。逆抽出塔 3 から硫酸を排出したか否かは、逆抽出塔 3 に硫酸を供給するときと同じように図示しないレベル計を用いて判断してもよいし、流量計 3 8 の検出値を積算することから判断してもよい。

【 0 0 3 1 】

逆抽出塔 3 から硫酸を排出したら、第 4 ポンプ 3 7 を停止すると共に電動弁 4 8 を閉じ、続いて電動弁 4 7 を空けて第 3 ポンプ 3 4 を起動させることで、逆抽出液タンク 6 内の硫酸を逆抽出塔 3 に供給する。その後は、上述した方法で液液抽出装置 1 の運転を再開する。

【 0 0 3 2 】

このように、カラム部 1 1 内のエマルションフローの高さを検出するレベル計 1 5 の検

10

20

30

40

50

出値に基づいて、第2ポンプ22による抽出溶媒の供給量を調節するので、エマルションフローの高さを自動で制御することができる。

【0033】

この実施の形態では、UVセンサー20の検出値に基づいて、逆抽出塔3内の硫酸中のニッケル濃度が飽和したか否かを判断していたが、この形態に限定するものではない。逆抽出塔3内の硫酸の量が決まっていれば、硫酸がニッケルで飽和するのに必要なニッケル量は算出できる。正抽出塔2に供給した水溶液中のニッケルが全て抽出されて硫酸中に移動すると仮定すると、水溶液タンク4内の水溶液中のニッケル濃度が分かっているならば、硫酸がニッケルで飽和するのに必要なニッケル量を正抽出塔2に供給するための水溶液の量も算出できる。この量の水溶液が正抽出塔2に供給されたか否かは、流量計18の検出値を積算することで判定できるので、これにより、硫酸がニッケルで飽和したか否かを判断することができる。この場合、制御装置8及び流量計18が、硫酸中のニッケル濃度を推定する濃度推定手段を構成する。尚、正抽出塔2に供給した水溶液中のニッケルが全て抽出されて硫酸中に移動すると仮定したが、100%未満の任意の抽出率を仮定して、必要な水溶液の量を算出してもよい。

10

【0034】

この実施の形態では、カラム部11内のエマルションフローの高さを制御するために、制御装置8が第2ポンプ22の出力を制御しているが、第2ポンプ22の形態に応じて様々な制御方法が存在する。例えば、ダイヤフラム式ポンプを用いる場合には、駆動電圧を制御すればよい。インバータ駆動式のポンプを用いる場合には、回転数を制御すればよい。定格駆動を行いバルブにより流量を制御するポンプを用いる場合には、バルブの開度を制御すればよい。

20

【0035】

この実施の形態では、水溶液中のニッケルを抽出していたが、ニッケルに限定するものではない。この液液抽出装置1は、金属の精製、核燃料の再処理、廃水中の有害成分の除去、有価物質の分離・回収によるリサイクルなど、様々な産業において利用することができる。また、抽出溶媒及び逆抽出液についても、この実施の形態で用いたものに限定するものではなく、各産業で様々な物質を抽出するのに適した抽出溶媒及び逆抽出液を適宜選択することができる。

30

【0036】

この実施の形態では、レベル計15は、第1電極51の下端51aの位置と第2電極52の下端52aの位置とが同じであったが、この形態に限定するものではない。第2電極52の下端52aは、第1電極51の下端51aよりも高く、かつ、第3電極53の下端53aよりも低い位置であってもよい。この場合は、第2電極52の下端52aの位置がエマルションフローの高さの下限となる。また、この実施の形態では、レベル計15は、第1電極51と第2電極52と第3電極53との3つの電極から構成されていたが、3本に限定するものではない。例えば、2本の電極からレベル計を構成し、2本の電極間に電流が流れたら、第2ポンプ22の出力を低下させるといった、エマルションフローの高さの上限のみを検出する形態でもよく、4本以上の電極からレベル計を構成し、エマルションフローの高さの変化を細かくモニタリングするようにしてもよい。

40

【0037】

この実施の形態では、レベル計15は、エマルションフローが電流を流す特性を利用したものであったが、これに限定するものではない。例えば、超純水からの微量成分の抽出を行う場合にこの発明を適用する場合には、発現するエマルションフローに電流が流れないので、この実施の形態におけるレベル計15は使用できない。この場合には、エマルションフローは乳濁したものであることから光の透過率が低下するので、この光の透過率の低下を利用した光式のレベル計や、エマルションフローと抽出溶媒との誘電率の違いにより検出する静電容量式のレベル計、エマルションフローでレーザーや超音波を反射させてその距離を検出することによるレーザー・超音波式のレベル計、さらに、ガイドバルブ式

50

のレベル計等を用いることができる。

【0038】

この実施の形態では、溶液処理装置は、水溶液に溶解している成分を、当該水溶液と混じり合わない溶媒に抽出して回収する液液抽出装置であったが、これに限定するものではない。例えば、有機物または無機物の粒子成分が水に溶解しないで混じり合った水溶液から当該粒子成分を回収する固液分離装置であってもよい。このような固液分離装置の例として、特開2010-82530号公報に開示された装置を挙げることができる。この装置は、水相中の粒子成分が液液界面に凝集する現象を利用して、当該粒子成分を回収する装置である。具体的には、粒子成分を含む水溶液と溶媒とをカラム部内で向流接触させてエマルションフローを発現させると、水溶液中の粒子成分がカラム部の内壁に付着するので、カラム部の内壁に付着した粒子成分を回収することができる。このような装置でも、エマルションフローの高さを制御することで回収率の向上に結びつけることができる。

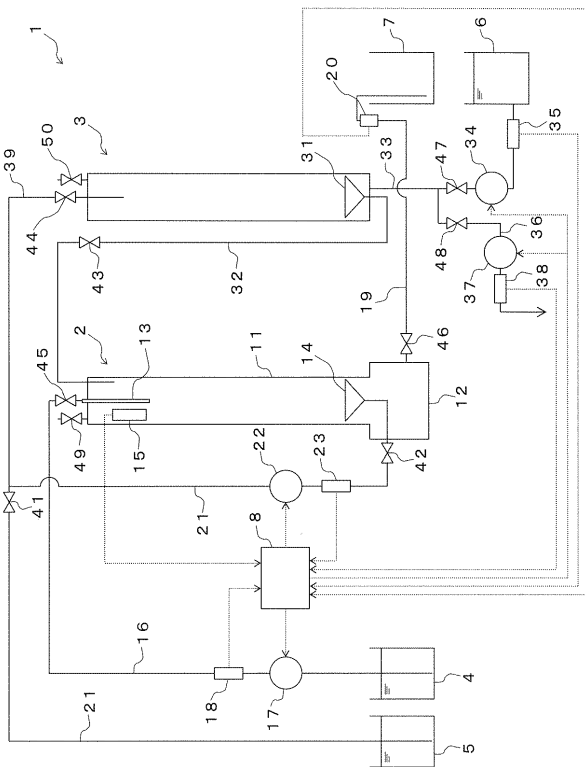
10

【符号の説明】

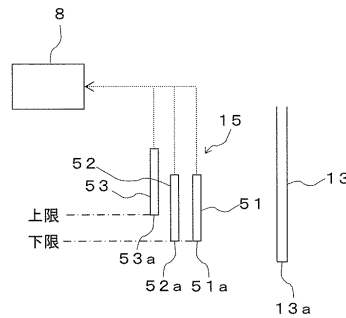
【0039】

1 液液抽出装置（溶液処理装置）、3 逆抽出塔、8 制御装置（濃度推定手段）、11 カラム部、15 レベル計（レベル検出手段）、17 第1ポンプ（第1供給手段）、18 流量計（濃度推定手段）、20 UVセンサー（濃度推定手段）、22 第2ポンプ（第2供給手段）、51 第1電極、51a（第1電極の）下端、52 第2電極、52a（第2電極の）下端、53 第3電極、53a（第3電極の）下端。

【図1】



【図2】



【手続補正書】

【提出日】平成26年9月29日(2014.9.29)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0006】

この発明に係る溶液処理装置は、鉛直方向に延びるカラム部と、回収対象の成分を含む水溶液をカラム部内に供給する第1供給手段と、水溶液と混じり合わない溶媒をカラム部内に供給する第2供給手段とを備え、カラム部内で、水溶液と溶媒とが向流接触することによりエマルションフローが発現する溶液処理装置であって、カラム部には、エマルションフローの上面の界面位置を検出するレベル検出手段が設けられ、レベル検出手段の検出値に基づいて、第2供給手段による溶媒の供給量を調節し、エマルションフローは電気を通す特性を有し、レベル検出手段は少なくとも2つの電極を備え、カラム部内のエマルションフローを介して電極間に電流が流れることにより、エマルションフローの上面の界面位置を検出する。

レベル検出手段は、第1電極と、第2電極と、第3電極とを備え、第1電極の下端は第2電極の下端と同じ位置かあるいは第2電極の下端よりも低く、かつ、第2電極の下端は第3電極の下端よりも低く、第1電極と第2電極との間に電流は流れるが、第2電極と第3電極との間に電流は流れないように、第2供給手段による前記抽出溶媒の供給量を調節してもよい。

溶液処理装置は、回収対象の成分が溶解する水溶液から溶媒へ回収対象の成分を抽出する液液抽出装置であり、カラム部内で、水溶液中の回収対象の成分を溶媒へ抽出した後、回収対象の成分を含有した溶媒と逆抽出液とを接触させて、逆抽出液に回収対象の成分を逆抽出する逆抽出塔と、逆抽出塔内の逆抽出液中の回収対象の成分の濃度を推定する濃度推定手段とをさらに備え、濃度推定手段によって推定された回収対象の成分の濃度が、予め設定された上限値に達したら、液液抽出装置の運転を停止し、逆抽出塔内の逆抽出液を交換してもよい。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0007】

この発明によれば、鉛直方向に延びるカラム部内のエマルションフローの上面の界面位置を検出するレベル検出手段の検出値に基づいて、第2供給手段による溶媒の供給量を調節するので、エマルションフローの高さを自動で制御することができる。

【手続補正3】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

鉛直方向に延びるカラム部と、

回収対象の成分を含む水溶液を前記カラム部内に供給する第1供給手段と、

前記水溶液と混じり合わない溶媒を前記カラム部内に供給する第2供給手段とを備え、前記カラム部内で、前記水溶液と前記溶媒とが向流接触することによりエマルションフローが発現する溶液処理装置であって、

前記カラム部には、前記エマルションフローの上面の界面位置を検出するレベル検出手段が設けられ、

該レベル検出手段の検出値に基づいて、前記第2供給手段による前記溶媒の供給量を調節し、

前記エマルションフローは電気を通す特性を有し、

前記レベル検出手段は少なくとも2つの電極を備え、

前記カラム部内の前記エマルションフローを介して前記電極間に電流が流れることにより、前記エマルションフローの上面の界面位置を検出する溶液処理装置。

【請求項2】

前記レベル検出手段は、第1電極と、第2電極と、第3電極とを備え、

前記第1電極の下端は前記第2電極の下端と同じ位置があるいは前記第2電極の下端よりも低く、かつ、前記第2電極の下端は前記第3電極の下端よりも低く、

前記第1電極と前記第2電極との間に電流は流れるが、前記第2電極と前記第3電極との間に電流は流れないように、前記第2供給手段による前記抽出溶媒の供給量を調節する、請求項1に記載の溶液処理装置。

【請求項3】

前記溶液処理装置は、前記回収対象の成分が溶解する前記水溶液から前記溶媒へ前記回収対象の成分を抽出する液液抽出装置であり、

前記カラム部内で、前記水溶液中の前記回収対象の成分を前記溶媒へ抽出した後、前記回収対象の成分を含有した前記溶媒と逆抽出液とを接触させて、該逆抽出液に前記回収対象の成分を逆抽出する逆抽出塔と、

該逆抽出塔内の前記逆抽出液中の前記回収対象の成分の濃度を推定する濃度推定手段とをさらに備え、

該濃度推定手段によって推定された前記回収対象の成分の濃度が、予め設定された上限値に達したら、前記液液抽出装置の運転を停止し、前記逆抽出塔内の前記逆抽出液を交換する、請求項1または2に記載の溶液処理装置。

フロントページの続き

(74)代理人 100179914

弁理士 光永 和宏

(72)発明者 齋木 幸則

東京都足立区宮城 1 - 3 5 - 1 1 日本カニゼン株式会社内

(72)発明者 平林 洋一

東京都足立区宮城 1 - 3 5 - 1 1 日本カニゼン株式会社内

(72)発明者 谷川 純一郎

東京都足立区宮城 1 - 3 5 - 1 1 日本カニゼン株式会社内

(72)発明者 長縄 弘親

茨城県那珂郡東海村白方白根 2 番地 4 独立行政法人日本原子力研究開発機構 東海研究開発センター 原子力科学研究所内

F ターム(参考) 4D056 AB03 AC01 BA05 CA03 CA13 CA17 CA20 CA34 CA37 CA40

DA03 DA05

4K001 AA19 BA24 DB28 DB34