

吸着法によるウラン製錬廃液等 からのフッ素回収法の開発

昭和 59 年 3 月

ユニチカ株式会社中央研究所

複製又はこの資料の入手については、下記にお問い合わせ下さい。

〒107 東京都港区赤坂 1 - 9 - 13

動力炉・核燃料開発事業団

技術協力部 技術管理室

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to: Technical Evaluation and Patent Office, Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation 9-13, 1-chome, Akasaka, Minato-ku, Tokyo 107, Japan

動力炉・核燃料開発事業団 (Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation)

目 次

1. 緒 言	1
2. 吸着法によるウラン製錬廃液からのフッ素回収法の開発	1
2-1 フッ素処理法の概略	1
2-2 前処理方法の検討	2
2-2-1 モデル液による凝集処理	2
2-2-2 実液による凝集処理	3
2-2-3 凝集処理実験結果まとめ	9
2-3 上澄水のフッ素吸着処理	10
2-3-1 UR-3700 によるフッ素の吸脱着	10
2-3-2 くり返し吸着処理による耐久性の評価	13
2-3-3 通液結果まとめ	16
3. 吸着法によるウラン濃縮試験工場廃液からのフッ素回収法の開発	16
3-1 フッ素処理法の概略	16
3-2 廃液中のフッ素及び共存物質の分析	17
3-3 カラム通液によるフッ素吸着除去法の検討	17
3-3-1 UR-3700 によるフッ素の吸脱着	17
3-3-2 通液結果まとめ	26
4. UR-3700 の基本的性質	26
5. 実 験	28
6. 結 論	34
7. 謝 辞	34
8. 参 考 文 献	34

1. 緒 言

前年度（昭和 57 年度）の受託研究において、ダム廃水中のラジウムの吸着除去に関する検討を行った際、種々のメタル酸分散型フェノール・ホルマリン樹脂の調製を行った。その中でジルコニウム酸を含有したフェノール・ホルマリン樹脂（UR-3700 と命名：以下 UR-3700 と略す）は、ラジウムに対しては、良好な吸着能を示さなかったが、フッ素に対しては選択的な吸着能を有することが明らかになった。

そこで本年度の受託研究では、ウラン製錬及び濃縮工場廃液中のフッ素処理に、UR-3700 を適用する方法について詳細な検討を行った。

その結果、両廃液とも液中のフッ素は樹脂に効率良く吸着され、吸着後の液のフッ素濃度は管理目標値（フッ素濃度：1.5 mg/ℓ）以下に低減出来ることが明らかになったので報告する。

2. 吸着法によるウラン製錬廃液からのフッ素回収法の開発

ウラン製錬廃液中には、フッ素が含まれているが、この廃液を河川に放流するには、県協定で、フッ素含有量 1.5 mg/ℓ 以下と定められている。現在、フッ素は石灰等による共沈法で処理されているが、共沈法だけで、フッ素濃度を 1.5 mg/ℓ 以下に低減するのは難しいのが実状である。廃液中のフッ素濃度をこのような低濃度に低減するには、吸着剤による吸着法が最も有利な方法であると考え、前年度の受託研究の過程で開発した UR-3700 を、ウラン製錬廃液中のフッ素吸着剤として用いる方法について種々検討を行った。

以下、本実験結果の内容を詳述する。

2-1 UR-3700 を用いるフッ素処理法の概略

ウラン製錬転換プラントから排出されるフッ素廃液は、フッ素濃度が 1～3 g/ℓ と高いために、この液を直接吸着剤で処理する方法は、① 1 回の F 吸着カラム通液における廃液の処理量が極めて少くなる。② 吸着剤の再生工程時に発生する高濃度フッ素含有液の処理が必要になる、等の理由により経済的な方法ではない。従って、本研究では、まず前処理（凝集処理）により廃液中のフッ素をあらどりの後に得られる凝集後液について UR-3700 の吸着処理を行う二段処理法について検討した。本法の概略を図-2-1 に示す。

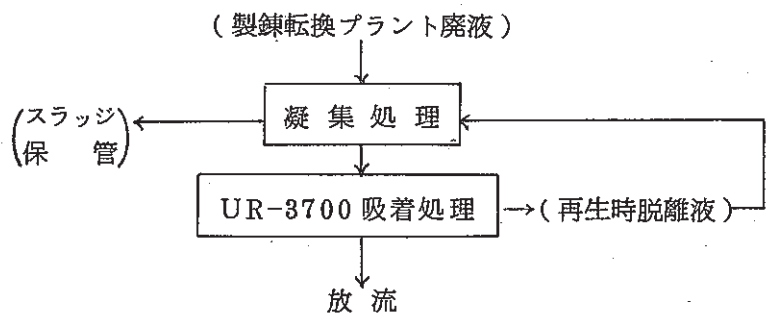


図-2-1 フッ素処理法の概略図

2-2 前処理方法の検討

製錬転換プラントフッ素廃液（以下T廃液と略す）の前処理として、フッ素廃液の処理法として通常用いられている消石灰凝集処理法^{1)~12)}の検討を行った。実験としてはまず、モデル廃液を用いて検討を行い、次に実廃液を用いて検討を行うことにした。

2-2-1 モデル液による凝集処理

2-2-1-1 モデル廃液の調整

実際のT廃液の液性は、フッ素濃度 $1 \sim 3 \text{ g/l}$ 、塩酸濃度 $2 \sim 11 \text{ g/l}$ なので、この値を参考にしてモデル廃液を調製した。調製したモデル廃液の液性を表-2-1に示す。

表-2-1 モデル廃液の液性

組成	F	cl	PH
濃度 (mg/l)	3330	9700	< 1

100 ~ 300 ppm

2-2-1-2 凝集処理

凝集処理実験は、前述した様に主として消石灰を廃液の中に加え、フッ素を CaF_2 の形で沈殿させ、これを汙別する方法で行い、凝集後液のフッ素濃度を最も低減させるための条件のスクリーニングを行った。

a. フッ素除去性に及ぼす消石灰添加量の影響

モデル廃液に所定量の消石灰を加えた後、生成する CaF_2 を汉別した後、残存のフッ素濃度を測定してフッ素除去性に及ぼす消石灰添加量の影響を調べた。

結果を図-2-2に示す。

図-2-2に示すように、残存フッ素濃度は、消石灰添加量に大きく依存し、消石灰添加量が当量比で約3以上にすれば、残存フッ素濃度を 5 mg/l 以下に低減出来ることが明らかになった。

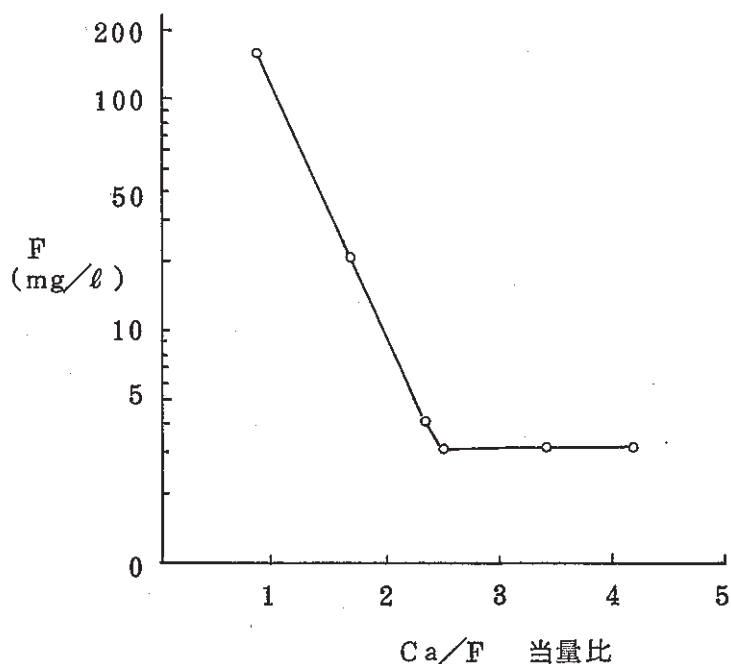


図-2-2 F除去性に及ぼす消石灰添加量の影響

b. 残存フッ素濃度の pH 依存性

a 項で述べたような実験条件では、消石灰の添加量が多くなる程、PH が上昇するために、フッ素除去性に及ぼす PH の影響を調べることが出来ない。そこで、所定量のカルシウム量を、塩化カルシウムを用いて廃液に加えた後 NaOH で所定の PH に調整し、生成した CaF_2 を汙別し、汉液のフッ素濃度を測定することにより PH の影響を調べた。結果を図-2-3 に示す。図-2-3 に示すように PH 6 以上でしかもカルシウム添加量がフッ素に対して 3 倍当量以上の時に、残存フッ素濃度は 5 mg/l 以下に低減出来ることが明らかになった。また、このモデル液を用いた実験で、カルシウムの添加による生成する CaF_2 の沈殿は非常に微細であり、沈降性・汉過性も悪いことが明らかになった。

以上の結果をもとに実液を用いて、さらに詳細な前処理の検討を行った。

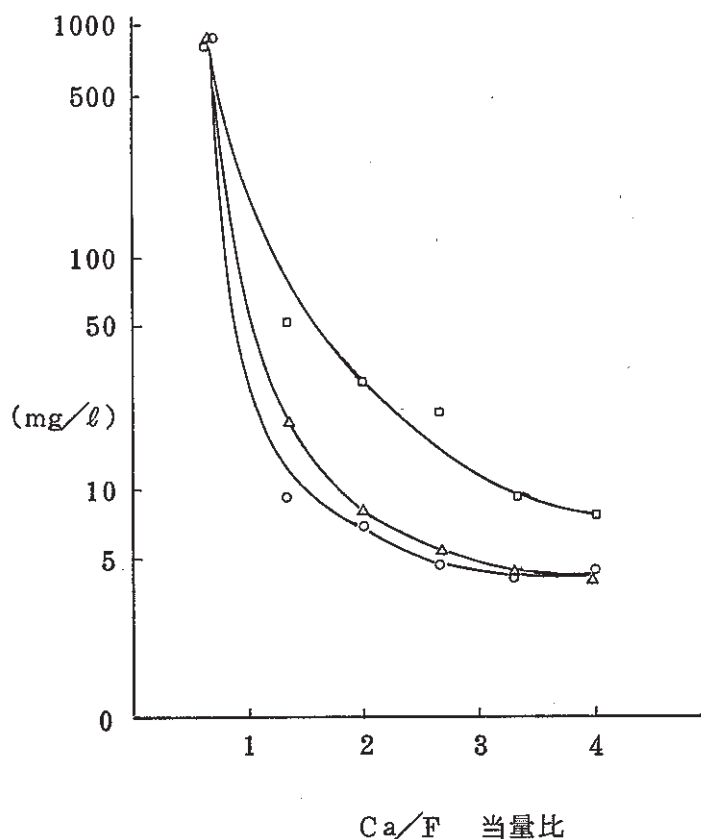


図-2-3 F 除去性に及ぼす PH の影響

—○— PH 3
—△— PH 6
—□— PH 12

2-2-2 実液による凝集処理試験

2-2-2-1 実液凝集試験 — I (ビーカースケールでの検討)

a. 凝集条件の検討

昭和 58 年 4 月 11 日に製錬転換プラントにて採取した 酸回収塔凝縮液を用いて、先ず、ビーカースケール (処理液量 $100 \sim 1000 \text{ ml}$ 程度) で、凝集処理の実験を行った。この時用いた T 廃液の液性を表-2-2 に示す。

モデル液での実験の結果、 CaF_2 の微細な沈殿をフロック化する必要が生じたので、凝集助剤に関する検討も併せて行った。

表-2-2 T 廃液の液性(I)

組 成	F	cc l	u	pH
濃 度 (mg/l)	1700	3920	0.43	< 1

検討事項としては、① カルシウムの添加量 ② CaF_2 凝集時の PH ③ 凝集助剤の種類（無機系として PAC、硫酸バンド、 FeCl_3 、有機系として、ユニフロッカー[®]（UF-105、106、108、204）、及び ④ 凝集助剤の添加量とした。実験結果をまとめて表-2-3に示す。

表-2-3 実液による凝集条件の検討

Ca添加量 (Ca/F当量比)	無機凝集剤		有機凝集剤		PH	残存F (mg/l)	*凝集状態
	種類	添加量(mg/l)	種類	添加量(mg/l)			
3.0			UF-105	40	11.6	3.6	○
			UF-108	40	11.6	3.8	△
			UF-106	40	11.6	2.9	◎
			UF-106	30	11.6	3.4	○
			UF-106	20	11.6	3.7	△
			UF-106	10	11.6	3.7	×
0.8			UF-106	40	1以下	753	×
1.5			UF-106	40	1.6	83.5	×
2.1			UF-106	40	2.3	29.4	×
2.6			UF-106	40	8.1	4.6	×
4.5			UF-106	40	12.5	2.2	◎
3.0	硫酸バンド	100	UF-106	20	4.2	9.1	○
	硫酸バンド	200	UF-106	20	4.4	9.5	○
	硫酸バンド	200	UF-204	10	4.3	10.3	○
	硫酸バンド	500	UF-106	25	4.0	11.4	○
	硫酸バンド	50	UF-106	40	4.2		×
	硫酸バンド	100	UF-204	20	5.2	7.8	○
	硫酸バンド	100	UF-204	30	5.0		×
	FeCl_3	400					
	FeCl_3	200	UF-204	20	5.2	2.9	△
	FeCl_3	200	UF-106	40	5.4	2.8	△
	FeCl_3	200	UF-204	20	5.6	4.3	△
	FeCl_3	200	UF-106	20	5.4		×
	FeCl_3	500	UF-204	40	5.0		×
	硫酸バンド	100	UF-204	40	5.0		×
	FeCl_3	400					
	硫酸バンド	500	UF-106	40	4.6	21.8	○
	硫酸バンド	1000	UF-106	30	4.2	22.5	○
2.4	FeCl_3	400	UF-204	30	5.4	4.5	○
	FeCl_3	200	UF-204	40	5.0		×
	PAC	2000	UF-204	40	6.0		×
3.0	硫酸バンド	200	UF-204	20	5.9	3.3	◎
	硫酸バンド	200	UF-204	20	6.5	4.2	◎

(*◎～×：良好～不良)

表-2-3, 図-2-4に示すように, カルシウムをフッ素に対して3倍当量以上添加し, PHに応じて, 凝集助剤の種類を選択すれば, 汙過容易な CaF_2 フロックが形成し, 上澄水のフッ素残存量は $7 \text{ mg}/\ell$ 以下に低減可能なことが明らかになった。

また, 凝集助剤としては, PHが微酸性～中性の時は, 無機系凝集剤と UF 204 の併用, PHが10～12の時は, UF 106 の単独使用の有効なことが明らかになった。

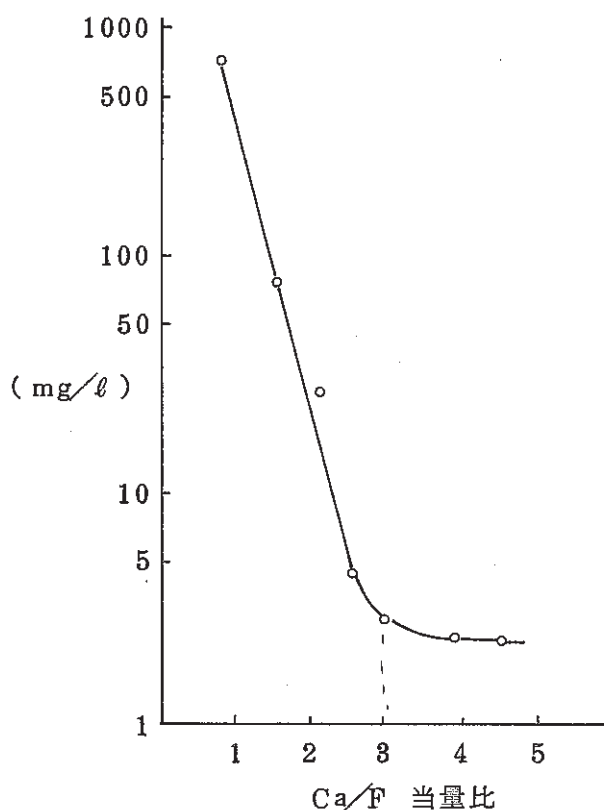


図-2-4 F除去性に及ぼす消石灰添加量の影響

b 汙過助剤の検討

a 項の実験で, 凝集助剤を使用すれば, 沈殿のフロック化が可能なることを述べたが, 更に, 凝集性を高めるために汙過助剤についての検討を行った。汙過助剤として, ケンソウ土 (商品名: ラジオライト) を選びその効果を定量的に調べた。この時行った凝集処理実験のフロースキームを図-2-5に示す。また, 凝集処理条件を表-2-4に示す。

表-2-4に示す条件で凝集性 (凝集時の沈降速度及びデカンテーション時の濃縮倍率) を測定した。結果を表-2-5に示す。表-2-5に, 示すように, ラジオライトの添加効果は, 顕著であり, 沈降速度, 濃縮

表-2-4 凝集処理条件

条件	中 和		凝 集	脱水調質
	Ca/F 当量比	ラジオライト (g/ℓ)	UF-106 (mg/ℓ)	UF-106 (mg/ℓ)
A	3.0	0	40	—
B	3.0	0.5	40	—
C	3.0	1.0	40	—
D	3.8	0	30	10
E	3.8	1.0	30	10
F	3.8	1.0	20	20

表-2-5 凝集性の評価

条件	沈降速度 (m/Hr)	濃 縮 倍 率
A	6	5.9
B	10	10
C	18	10
D	6	9.1
E	10	10
F	6	20

倍率とも，大巾に改善されることが，明らかになった。

次にこの凝集条件で生成するスラッジの汜過比抵抗を測定した。結果を表-2-6に示す。表-2-6に示すように，ラジオライトの添加，又は調質工程の導入により，汜過比抵抗は，大巾に低下することが明らかになった。また，凝集条件Ⅱにて凝集を行った時のスラッジの脱水性を評価した。結果を表-2-7に示す。表-2-7に示すように，このような汜過条件では，スラッジのケーキ水分率は77.1%となり，オリバーフィルターを使用した場合，この程度の水分率になるものと考えられる。

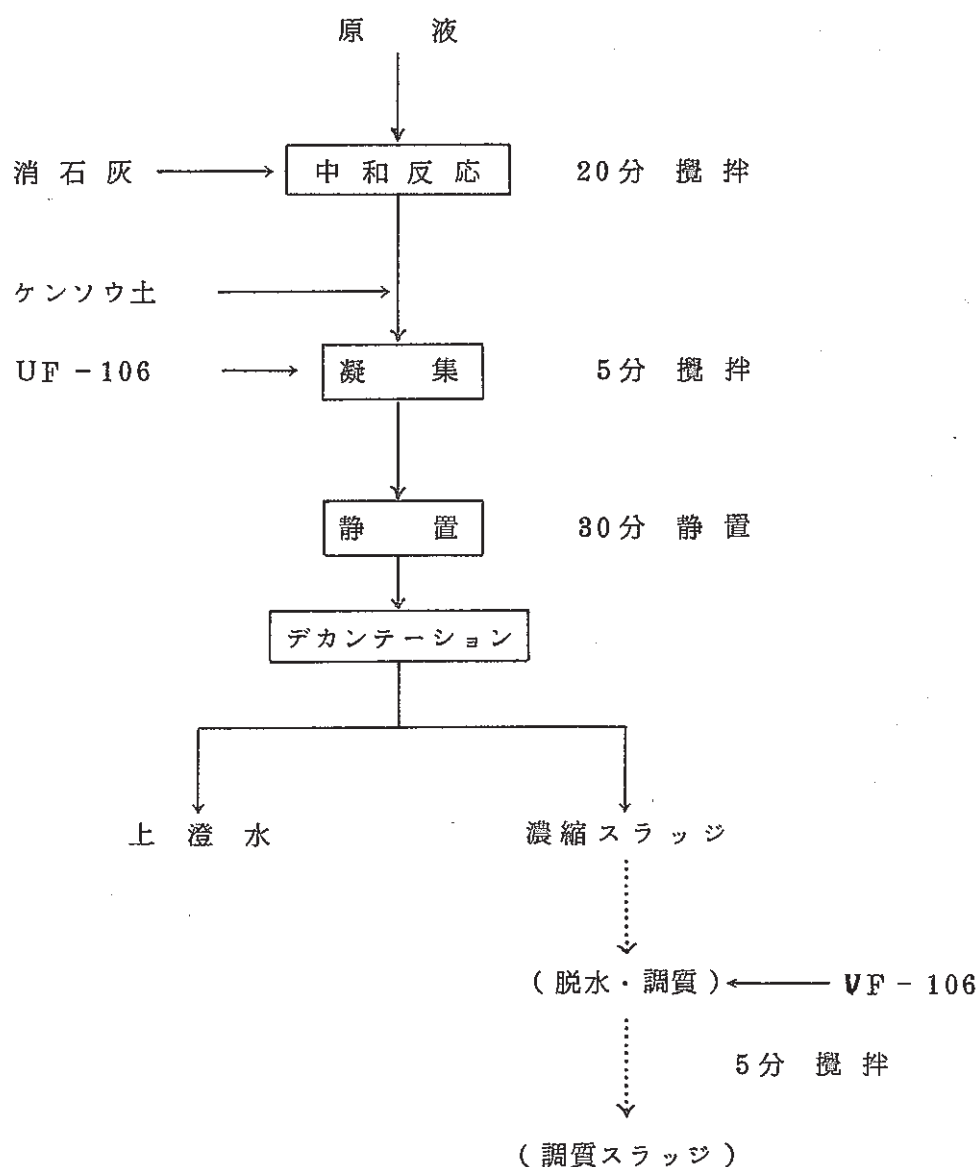


図-2-5 凝集のフロースキーム

表-2-6 スラッジの汙過比抵抗

条件	B 値 (S/cm ²)	SS 含有量 (g/ml)	汙過比抵抗 (m/kg)
A	8.02×10^{-2}	0.0348	4.41×10^{12}
B	1.72×10^{-2}	0.0590	5.57×10^{11}
C	1.09×10^{-3}	0.0465	1.09×10^{10}
D	5.14×10^{-4}	0.0529	5.05×10^9 *
E	3.85×10^{-4}	0.0769	2.06×10^9 *
F	測定不能	0.108	10^9 以下*

(*は汙過圧力 100 mm Hg)

表-2-7 スラッジ脱水性の測定結果

汙過速度	3.66 m ³ /m ² Hr
汙液清澄性	5° 以下
ケーキ厚さ	約 3 mm
ケーキ水分率	77.1 %

(汙過条件)

真空度 100 mm Hg, 浸漬時間 30 秒

吸引乾燥時間 120 秒

リーフ汙過面積 95 cm²

汙布 ポリエステル ジャージ

2-2-2-2 実液凝集実験—Ⅱ(20ℓスケール実験)

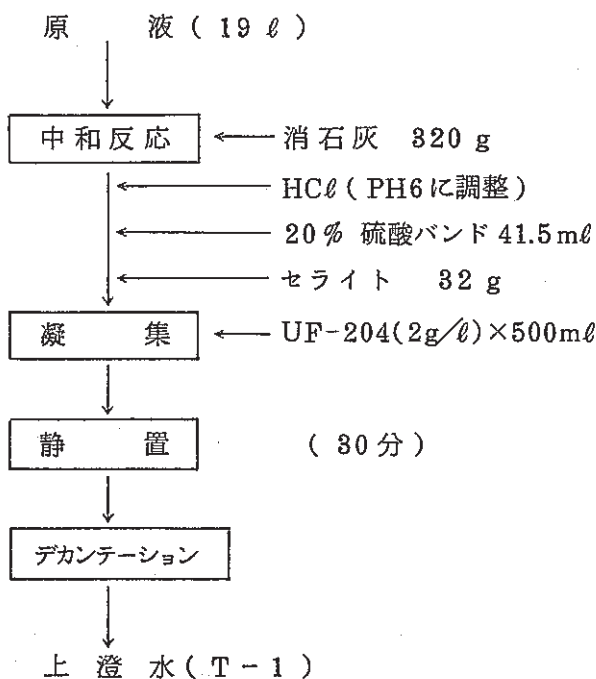
第1回実液実験の結果にもとずき、昭和58年6月7日に製錬転換プラントにて採取したT廃液について20ℓスケールで凝集処理実験を行った。(実験場所:人形峠事業所鉱石試験室内)本実験で用いたT廃液の液性を表-2-8に示す。

また、凝集処理フローを図-2-6に示す。図-2-6に示すように、凝集処理条件としては、2-2-2-1項記載

表-2-8 T廃液の液性(Ⅱ)

組成	F	Cl	U	PH
濃度(mg/ℓ)	2730	5605	116.2	< 1

凝集条件 G



凝集条件 H

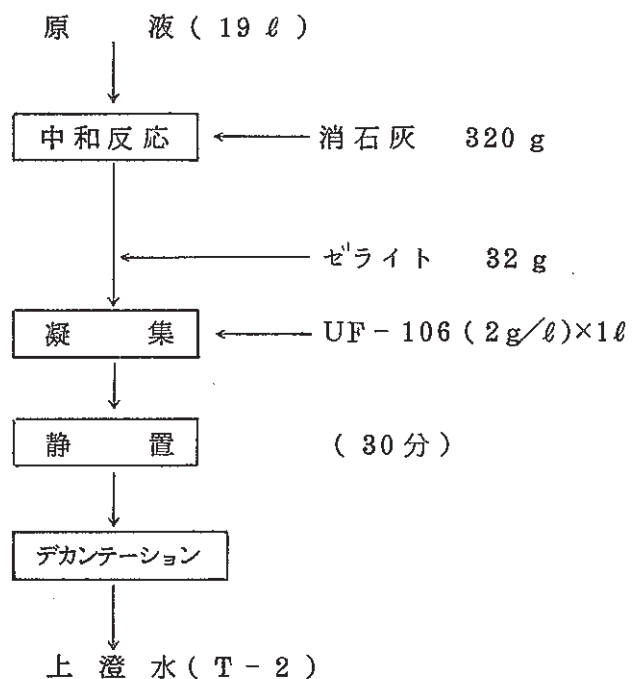


図-2-6 凝集処理フロー

の結果をもとに、中性条件及び微アルカリ性条件とした。また、図に示すようにこの時の凝集処理実験では汚濁助剤としてのケイソウ土（商品名：セライト57

表-2-9 上澄水の液性

上澄水	凝集条件	組成 (mg/ℓ)				PH
		F	Cl	U	Ca	
T-1	G	6.65	5351	39.8	3560	6.8
T-2	H	5.30	4916	0.66	3310	11.7

7……ラジオライトと同等品)の添加実験も併せて行った。この条件で、凝集処理を行った時の上澄水の液性を表-2-9に示す。表-2-9に示すように、フッ素の除去性は、凝集時のPHにより大きな変化は認められなかったが、ウランの除去性はPHが大きく影響し、高PHでの凝集の方がウラン除去性は良好であることが明らかになった。

2-2-2-3 実液凝集実験Ⅲ（連続凝集試験）

実液凝集実験Ⅰ、Ⅱの結果をもとに昭和58年9月7～8日、人形峠事業所：製錬転換プラン内で、現行1/8スケールで連続凝集実験を行った。

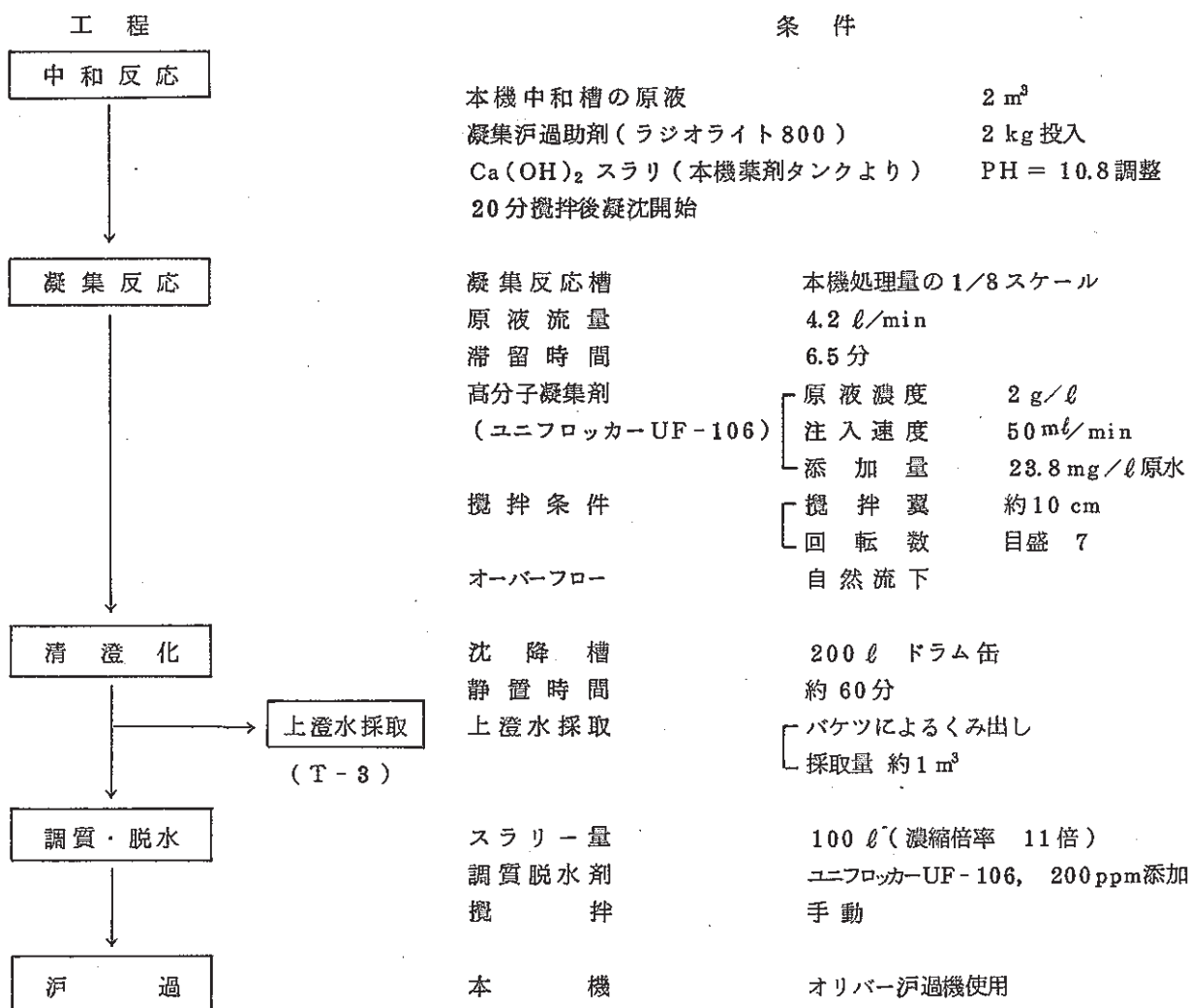


図-2-7

連続凝集処理条件

凝集処理フローと凝集条件を図-2-7に示すように、本機中和槽から定量ポンプでT廃液を引き抜き、塩ビ樹脂板を用いて試作した凝集槽で、連続的に凝集実験を行った。試作した凝集槽の概略図を図-2-8に示す。約5時間連続して凝集処理を行った結果、消石灰・凝集助剤・汙過助剤とも効率良く作用することが明らかになり、良好な凝集性・沈降性が得られた。

又、この実験により、上澄水約1000ℓを採取することが出来た。上澄水（T-3とした）液性の評価結果を表-2-10に示す。（T廃液原液のサンプリングが出来なかったため、原液の液性評価は行えなかった）表-2-10に示すように、採取した上澄水は、清澄性良好で、フッ素残存濃度も3～4mg/ℓと低く良好な結果が得られた。本実験で得られたスラッジを用いて現場本機（オリバー型真空汙過機）による汙過実験を行ったが、スラッジ量が過少であったため、汙過性の評価は行えなかった。

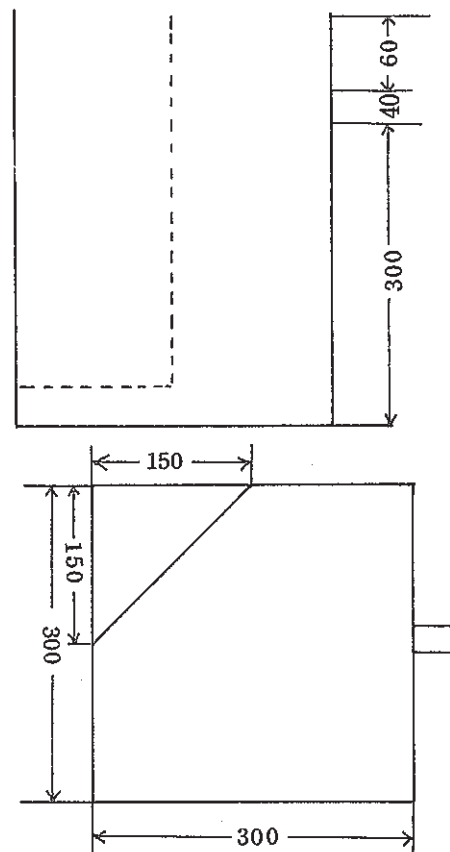


図-2-8 凝集槽概略図

表-2-10 上澄水（T-3）の液性

組 成	F	Cl	U	Ca	PH
濃度(mg/ℓ)	3.55*	2610	0.75	1720	10.5

(*2.9～4.2の平均値)

CaF₂ +
ラジオライト
以外は無定形
Ca(OH)₂のみ入った
12.2くらい
になる

2-2-3 実廃液による凝集処理実験結果：まとめ

合計3種類の実廃液を用いた凝集処理実験の結果

- ① 消石灰をフッ素に対して3倍当量添加すれば、廃液中のフッ素の大半はCaF₂として沈殿し、上澄水のフッ素濃度は10mg/ℓ以下となること。
- ② 上澄水のウラン濃度は凝集時のPHに大きく依存し、PHを11程度まで上昇させれば、上澄水中のウラン濃度を1mg/ℓ程度に低減化出来ること。
- ③ 凝集処理時に凝集助剤として、高分子凝集剤（ユニフロッカー[®] UF-106）、汙過助剤としてケイソウ土（ラジオライト[®]）を、消石灰と併用すれば、CaF₂スラッジの沈降性汙過性、濃縮性が著しく改善されること。

が明らかになった。

2-3 上澄水のフッ素吸着処理

2-3-1 UR-3700 によるフッ素の吸脱着

2-2項に記載した実験により採取した上澄水(T-1, T-2, T-3)を用いて UR-3700 カラムへの通液実験を行い, 本樹脂の吸脱着性能を種々評価した。用いた上澄水の液性を表-2-11 にまとめて示す。

表-2-11 上 澄 水 液 性

サンプル No	組 成 (mg/ℓ)				PH	採 取 日
	F	Cl	U	Ca		
T-1	6.65	5351	39.8	3560	6.8	58年6月7日
T-2	5.30	4916	0.66	3310	11.7	58年6月7日
T-3	3.55*	2610	0.75	1720	10.5	58年9月8日

(*2.9 ~ 4.2 mg/ℓ の平均値)

2-3-1-1 フッ素吸着に及ぼす要因

a. フィード液組成依存性

表-2-11 に示す3種類の上澄水を35%塩酸でPH4に調整し, 先ず同条件でUR-3700 カラム通液を行い, フィード液組成のUR-3700 のフッ素吸着に対する依存性を測定した。通液条件としては, 樹脂量2ml(樹脂高7cm)SV5とした。通液結果を図-2-9 に示す。図-2-9 に示すように, フッ素濃度1.5mg/ℓを破過するまでの通液量(BTV, 以下BTVと略す)はフィード液組成に大きく依存し, フッ素濃度以外に, 上澄水中のウラン濃度がBTVに大きく影響することが明らかになった。

また, UR-3700 のフッ素吸着に及ぼすウランの影響を確認するために, T-1液をまず, UR-3100(ウラン吸着樹脂)カラムに通液し, T-1液中のウラン濃度を低減した液で, UR-3700の通液を, SV5で行った。(UR-3100による吸着処理は, 樹脂量10ml, 樹脂

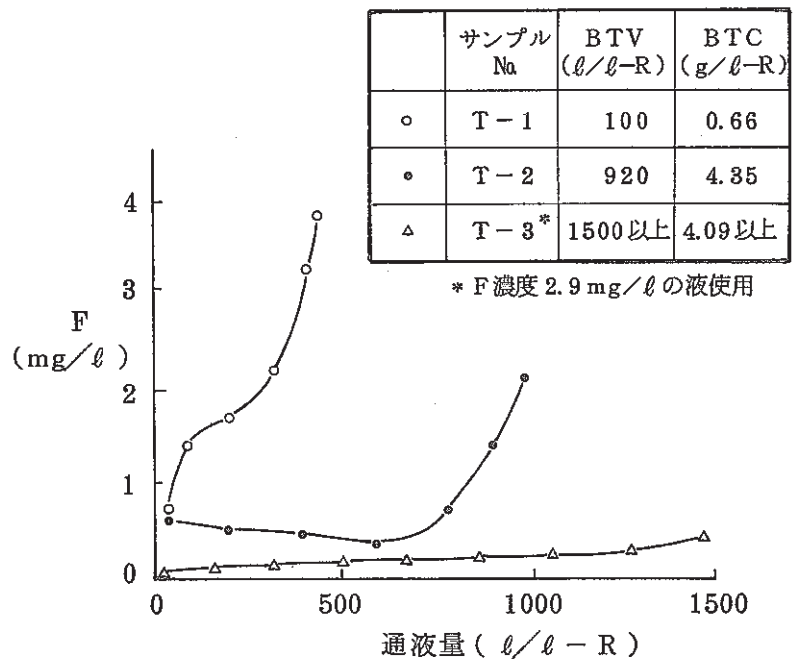


図-2-9 フィード液組成依存性

高 10 cm, SV 5, 通液量
240 $\ell/\ell-R$ とした。UR-
3100 通液後の T-1 液中
のウラン濃度は 0.15 mg/ℓ
であり, UR-3100 のウラ
ン吸着量は 9.5 $\text{g}/\ell-R$ であ
った)

UR-3700 への通液結果
を図-2-10に示す。

図-2-10に示すように
ウラン吸着処理により BT
Vは, 大巾に向上し, ウラ
ン吸着処理の顕著な効果が
認められた。

本実験により, 上澄水の
ウランはUR-3700 のフッ
素吸着を大きく妨害するこ
とが確認された。

b. 通液速度の影響

T-2 (PH: 4) を用
いてUR-3700 のフッ素
吸着に及ぼす通液速度の
影響について検討した。

UR-3700 のカラムに S

V 3, 5, 10 で T-2 液の
通液を行ったところ図-

2-11に示すような通液
曲線が得られた。図-2-

-11に示すように, SV

10 では BTV 低下が認め
られたが, SV 3 と 5 では

ほぼ同等の BTV が得ら
れた。この実験結果より

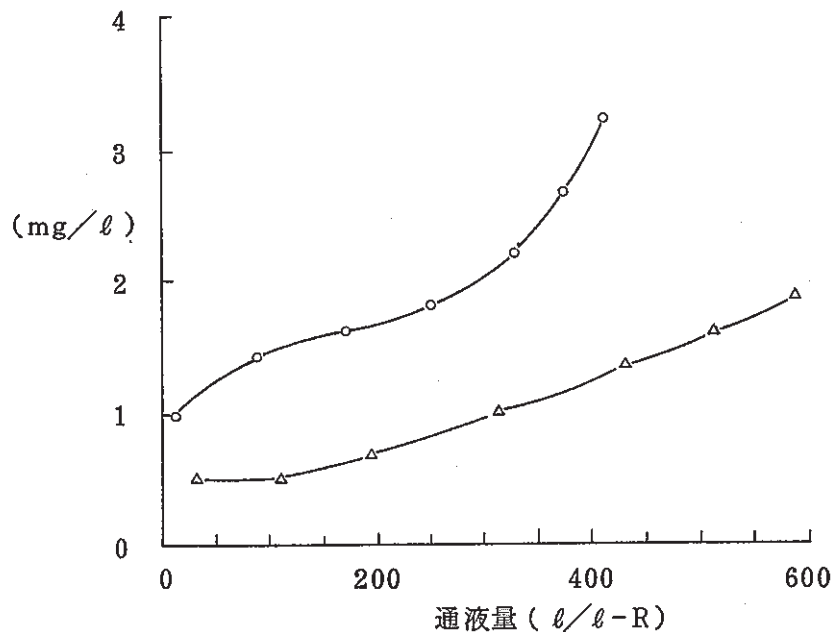


図-2-10 上澄水ウラン吸着処理の影響

	U (mg/ℓ)	BTV ($\ell/\ell-R$)	BTC ($\text{g}/\ell-R$)
○	39.8	100	0.66
△	0.15	460	2.75

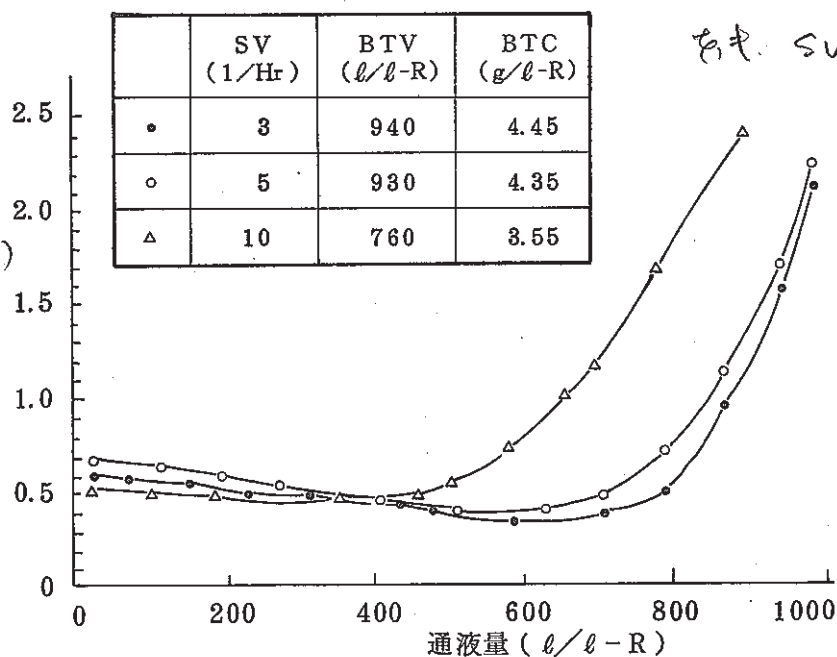


図-2-11

通液速度の影響
樹脂量 2 ml (樹脂高 7 cm)

樹脂の吸着性能を充分に利用するためには、通液速度をSV5程度にすることが望ましいと判断された。

c. PHの影響

上澄水T-3を用いて、UR-3700のフッ素吸着に及ぼすPHの影響について検討した。

T-3をPH 4, 5, 6に調整した液をUR-3700のカラムにSV10で通液したところ、図-2-12に示すような通液曲線が得られた。

図-2-12に示すように、PHは低い程、吸着量は増大した。

従って、上澄液のPHは4程度にして、通液を行うことが望ましいと判断された。

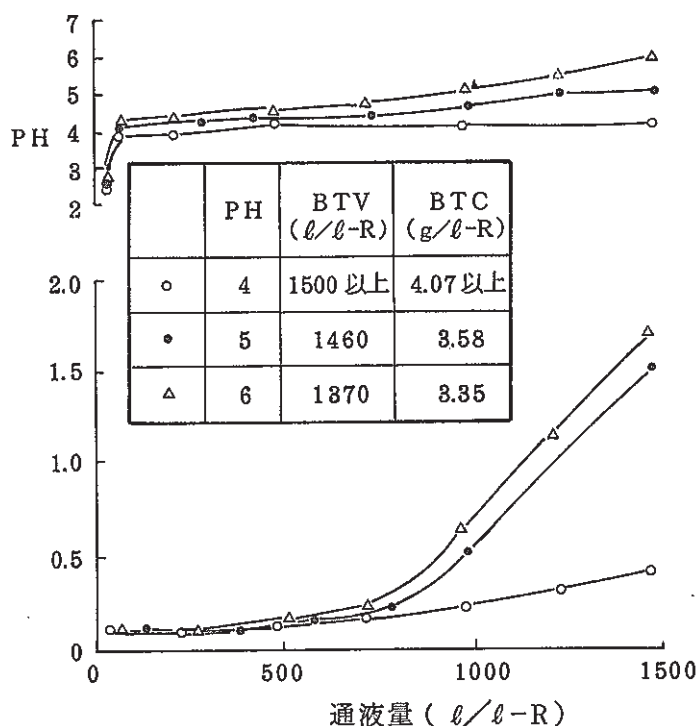


図-2-12 PHの影響
樹脂量2ml(樹脂高7cm)

2-3-1-2 UR-3700からのフッ素の脱離

フッ素を吸着したUR-3700のカラムを再生するために、フッ素脱離法について検討を行った。

a 酸洗浄の効果

先ず、上澄水(T-2)をUR-3700のカラム(樹脂量2ml, 樹脂高7cm)に1000 $l/l-R$ 通液しフッ素を吸着させた後(フッ素吸着量4.30 $g/l-R$)水洗し, INNaOHをSV2で10 $l/l-R$ 通液することにより、フッ素の脱離を行った。脱離曲線を図-2-13に示す。

図-2-13に示すように、苛性ソーダ通液時に脱離曲線のテーリング現象が認められた。

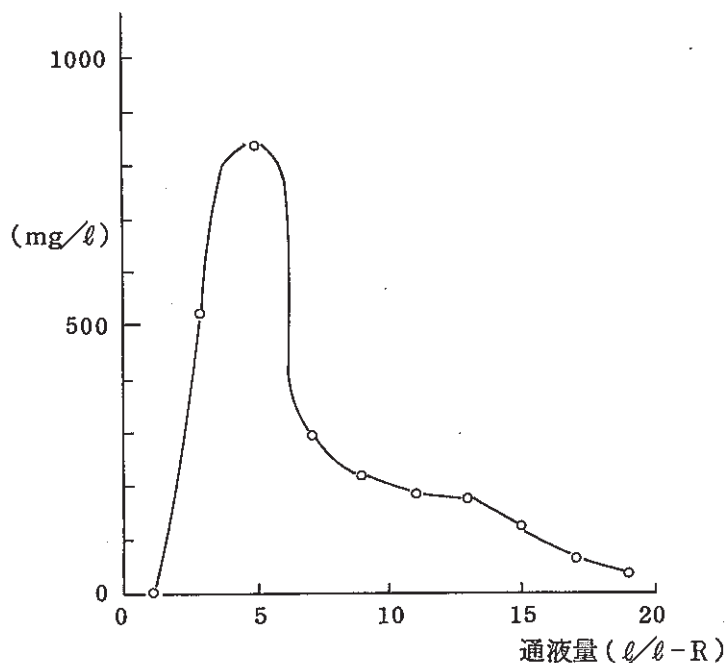


図-2-13 フッ素脱離曲線

この原因としては樹脂内に若干量吸着したカルシウムの影響が考えられる。そこで脱離を行う前に IN 程度の塩酸でカラムの酸洗浄 (SV 2 で $2\ell/\ell-R$ 通液後、水押 $2\ell/\ell-R$ 通液) を行い 続いて脱離剤 (INNaOH) を通液するという方法で脱離を行った。脱離結果を図-2-14 に示す。図に示すように、テーリング現象は解消され、酸洗浄の効果が明らかになった。

b. 脱離剤通液量の検討

フッ素を吸着した UR-3700 は、IN の NaOH で脱離されるが、酸洗浄を行う場合は、テーリングが無くなるために、脱離剤の通液量を減少出来る可能性がある。そこで脱離剤通液量の最適条件を検討するため、同一条件でフッ素を吸着させた UR-3700 (フッ素吸着量 $4.3\text{ g}/\ell$) のカラムに IN 塩酸を $2\ell/\ell-R$ 、続いてイオン交換水 $2\ell/\ell-R$ を通液した後、INNaOH を各々 SV 2 で 1, 3.5, 10 $\ell/\ell-R$ 通液し、続いて SV 2 で水押しを $3\ell/\ell-R$ を行うことにより、脱離率を求めた。結果を表-2-12 に示す。表-2-12 に示すように、脱離剤の通液量は、 $1\ell/\ell-R$ では不十分であり、INNaOH, $3.5\ell/\ell-R$ 以上の通液で、脱離はほぼ完全に行えることが明らかになった。

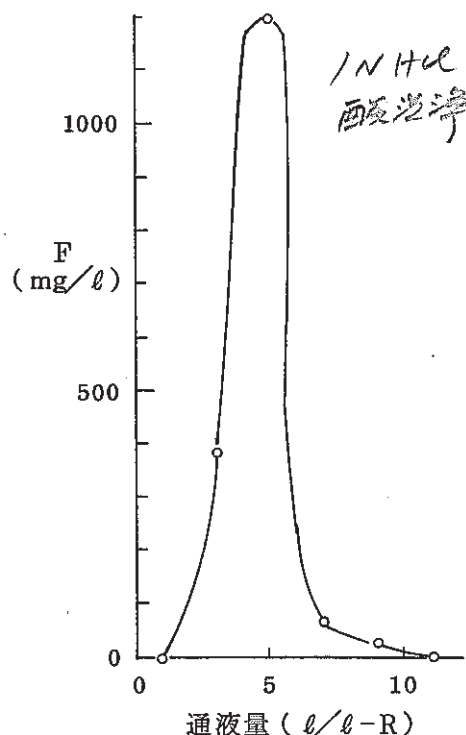


図-2-14 フッ素脱離に於ける酸洗浄の効果

表-2-12 脱離剤の通液量

INNaOH 通液量 ($\ell/\ell-R$)	脱着率 (%)
1	25.2
3.5	96.8
10	99.7

2-3-2 UR-3700 によるフッ素のくり返し吸脱着処理

2-3-1 項での検討の結果、UR-3700 による基本的なフッ素の吸脱着条件が明らかになったので、この条件下での樹脂の耐久性を評価するためくり返し吸脱着実験を行った。

a くり返し吸脱着処理結果

先ず、上澄水 T-2 を用いて、3 回のくり返し吸脱着を行った。樹脂の吸脱着条件を表-2-13 に、3 回のくり返しに於ける吸着カーブを図-2-15 に示す。

図-2-15 に示すように、樹脂再生後の吸着曲線は、第 1 回目通液曲線とほぼ同等であり、実廃液上澄水のフッ素は、UR-3700 カラムで基本的に吸脱着可能ことが明らかになった。

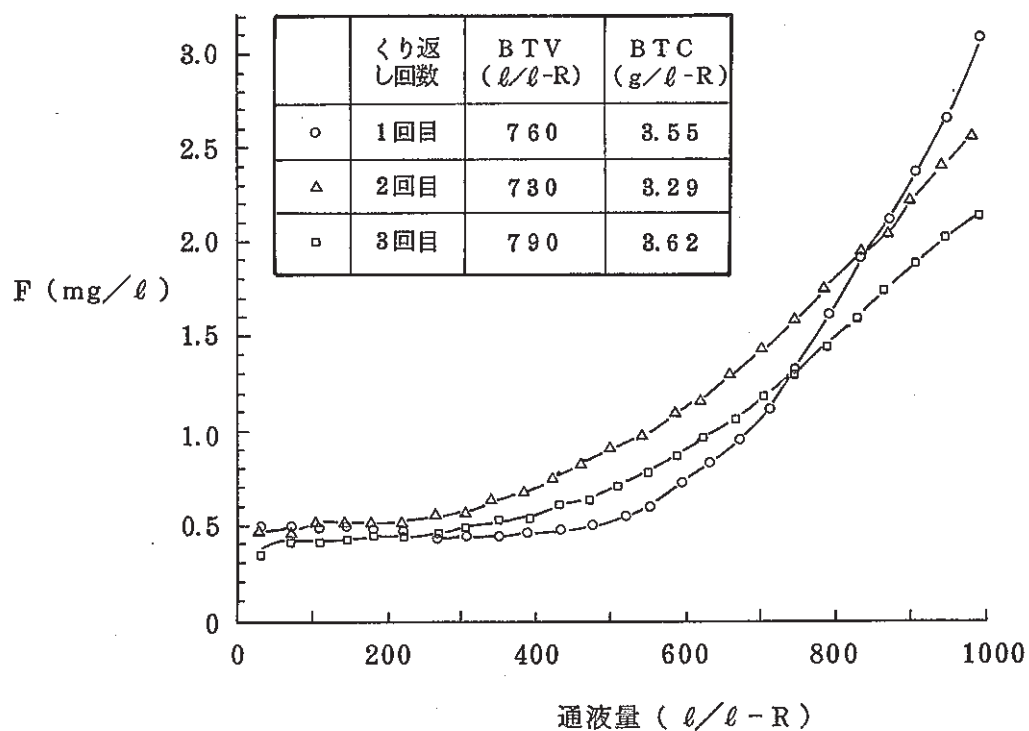


図-2-15 くり返し吸脱着処理
樹脂量 2 ml (樹脂高 7 cm)

表-2-13 くり返し吸脱着条件-I

行 程	通 液 量 ($\ell/\ell-R$)	通液速度 (SV)
T-2 通 液	1000	10
酸 洗 浄 (INHCl)	2	2
水 押 し	5	2
脱 離 (INNaOH)	10	2
水 押 し	5	2
Cl 化 (INHCl)	2	2
水 押 し	5	2

次に、全自動のくり返し吸脱着試験装置を試作し、樹脂の耐久性評価実験を行った。上澄水は T-3 を用い、再生ピッチは 1 回/日とし、表-2-14 に示す吸脱着条件で、合計 50 回のくり返し通液を行った。

表-2-14 くり返し吸脱着条件-II (カラム UR-3700 : 40ml)

行 程	カラム供給液	通 液 量		通液速度 (SV)	時 間 (Hr)
		(ℓ/ℓ -R)	(ℓ)		
フッ素吸着	T-3(PH:4)	160	6.4	10	16
酸洗淨	0.75 NHC ℓ	3	0.12	3	1
脱離	1N NaOH	10	0.4	2	5
C ℓ 化	0.75 NHC ℓ	3	0.12	3	1
水押し	イオン交換水	5	0.2	5	1

1回のT-3通液で得られるカラム通過液のフッ素濃度の変化を図-2-16に示す。図-2-16に示すように、再生回数が増すにつれ、若干、フッ素濃度レベルの上昇する傾向が認められたが、吸着性能は充分維持していると考えられた。

次に、このくり返し実験に於ける樹脂中のリガンド数の変化を調べるために10回再生毎に樹脂を一部抜き出し樹脂のジルコニウム含有量を蛍光X線で測定した。

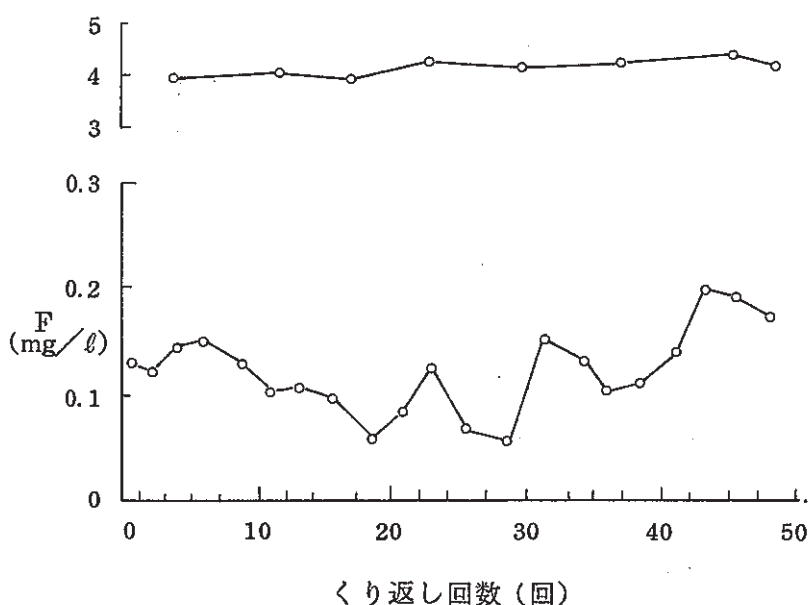


図-2-16 カラム通過液のフッ素濃度レベル変化

図-2-17に示すように、50回のくり返し再生で樹脂のジルコニウム含有量は、殆んど変化しておらず、廃液通液時、及び樹脂再生時におけるジルコニウムの脱落は殆んどないものと考えられた。

また、この50回のくり返し再生処理した後の樹脂をカラムからとりだし樹脂の破損状況を観察した結果、樹脂の形状、粒径は処理前と殆んど変わらず、この程度のくり返しでは樹脂の破損は殆んどおこらないものと考えられた。

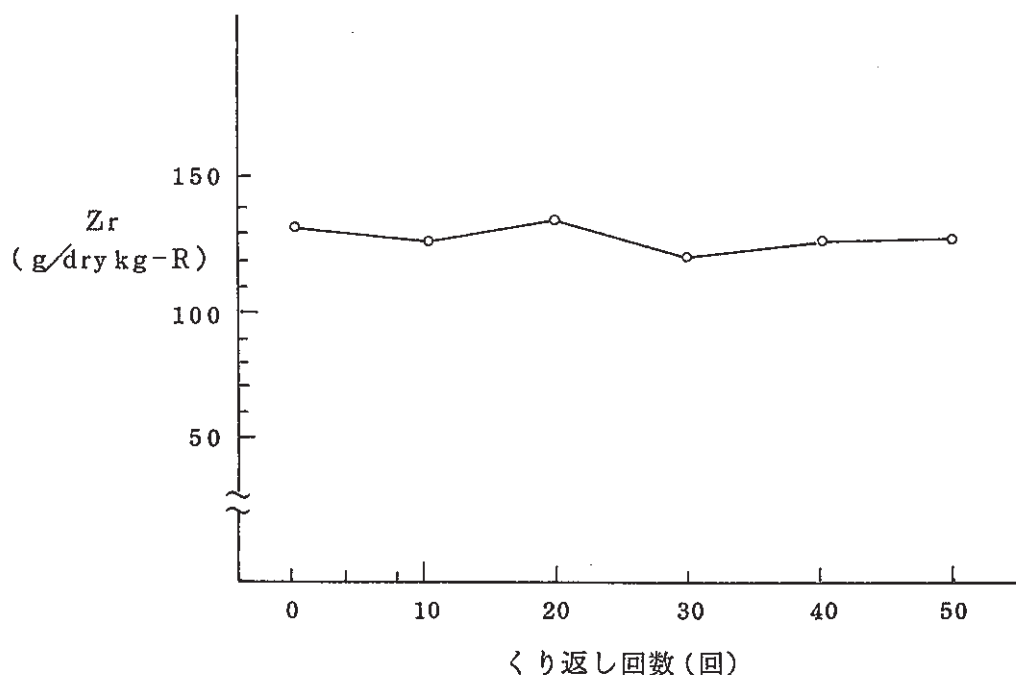


図-2-17 くり返し吸脱着に於ける Zr 含有量の変化

2-3-3 通液結果まとめ

T 廃液を凝集処理した後の上澄水 (フッ素濃度 $3.7 \sim 7 \text{ mg/l}$) を UR-3700 のカラムに通液すれば, 液中のフッ素濃度は 1.5 mg/l 以下に低減出来, 最適通液条件 (上澄水 PH 4, 通液速度 SV 5) では 600 l/l-R 以上吸着処理が可能になったことが明らかになった。さらに樹脂くり返し再生可能なことも明らかになった。

3. 吸着法によるウラン濃縮試験工場廃液からのフッ素回収法の開発

ウラン濃縮試験工場から事業所放流水槽へのフッ素の排出基準値は $8 \sim 10 \text{ mg/l}$ 以下であり, 昭和 56 年度, 57 年度の排出実績も 1.5 mg/l 以下であるので, 現在, 廃液中のフッ素に関しては, 特に問題はない。

しかし, 事業所放流水槽からの排出基準が 1.5 mg/l 以下であることから将来, 濃縮試験工場廃液中のフッ素濃度が問題になる可能性はある。そこで将来にそなえ, フッ素吸着樹脂 UR-3700 の適用方法についての検討を行った。

3-1 フッ素処理法の概略

ウラン濃縮試験工場廃液 (以下 K 廃液と略す) は, 第 2 章で述べた T 廃液と異なり, フッ素の濃度は高々 20 mg/l 程度にしかないと考えられるので, ダイレクトに K 廃液を吸着塔に通液する方法について検討した。

以下, 実験結果について詳細に述べる。

3-2 廃液中のフッ素及び共存物質の分析

3-2-1 分析結果

1983年10月27日、12月7日に採取したK廃液（各々K-1、K-2とする）中のウラン・カルシウム・アルミニウム・フッ素・硫酸・塩素の各イオン及び、懸濁物質（SS）生物学的酸素消費量（BOD）、化学的酸素消費量（COD）、全有機炭素（TOC）、ケイ酸、アニオン性界面活性剤（ABS）を定量した結果を表-3-1に示す。表に示すようにフッ素イオン及び共存物質共に顕著な差は認められず、いずれも仕様書指定値以下の濃度であり、特に、フッ素濃度は両者とも $2\text{mg}/\ell$ 以下と低濃度であった。

表-3-1 K 廃 液 分 析 結 果

サンプルNo.		K - 1	K - 2	仕様書指定値
採水年月日		1983年10月27日	1983年12月7日	
外 観		無 色	無 色	
PH		7.56	7.81	5.8 ~ 8.6
イオン濃度 (mg/ℓ)	U	0.05 以下	0.05 以下	$6 \times 10^{-8} \mu\text{ci}/\text{ml}$ 以下
	Ca	23.5	20.5	
	Al	0.29	0.1	
	F	1.80	1.70	10 以下
	SO ₄	101	79.4	200 以下
	Cl	65.0	63.6	
S S (mg/ℓ)		6.0	7.0	10 以下
B O D (mg/ℓ)		5.9	11.2	20 以下
C O D (mg/ℓ)		8.5	9.0	10 以下
T O C (mg/ℓ)		6.0	16.2	
S i O ₂ (mg/ℓ)		2.99	5.58	10 以下
A B S (mg/ℓ)		0.1 以下	0.1 以下	1 以下

3-3 カラム通液によるフッ素吸着除去法の検討

3-3-1 UR-3700 によるフッ素の吸脱着

3-3-1-1 吸着フィード液組成依存性

a フッ素濃度の影響

UR-3700のフッ素吸着に及ぼすK廃液中のフッ素濃度依存性について検討した。

K-1を汙紙汙過後、所定量のNaFを添加し、フッ素濃度を各々5.2, 10, 15.2 mg/ℓとした液についてHClでPH 4に調整し、通液実験を行った。結果を図-3-1に示す。図に示すようにF 1.5 mg/ℓ 破過点までの通液量(BTV)は、原液のフッ素濃度により大きく変動するが、樹脂の破過点交換容量(BTC)は、6.8 ~ 8.6 g/ℓ-Rと大差なく、いずれの濃度の場合も実用的な吸着性を示すことが明らかになった。

K廃液のSS濃度は6 ~ 7 mg/ℓ 以下と低く、通常、汙過の必要はないが、本実験では、汙過をせずに通液を行うと、樹脂の表面に白色物質が沈積し、カラムの圧損が上昇する傾向が認められた。従って3-3項のカラム実験は全て汙過後の液を用いて行った。汙過後液のSS濃度は1 mg/ℓ 以下であった。

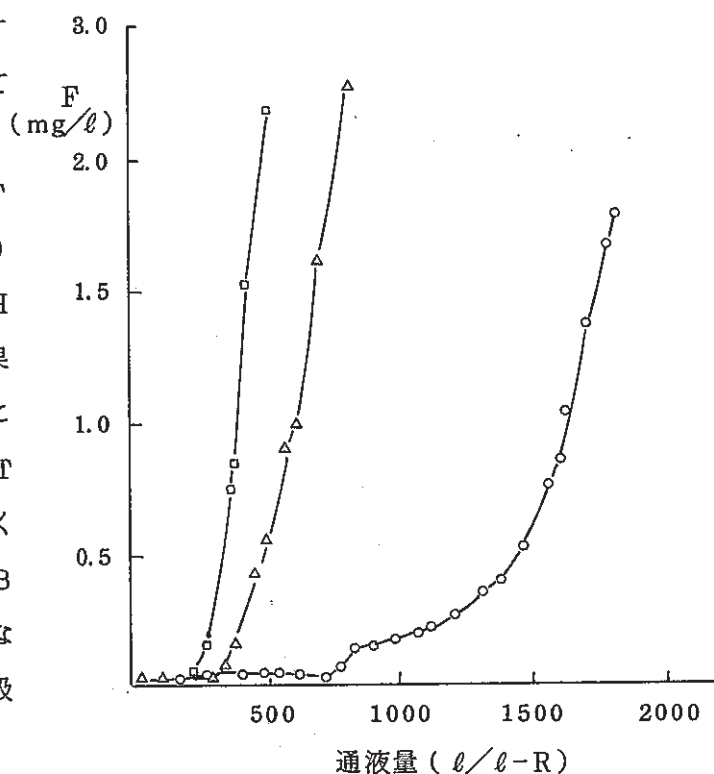


図-3-1 フッ素初濃度の影響
樹脂量 5 ml (樹脂高 6.5 cm)

	原液 F 濃度 (mg/ℓ)	BTC (g/ℓ-R)
—○—	5.2	8.6
—△—	10.0	6.8
—□—	15.2	6.8

b. NaCl 濃度の影響

K廃液中のNaCl濃度の影響について検討した。K-1にNaFを添加しフッ素濃度108 mg/ℓとした液、さらにこの液にNaClを2 g/ℓ添加した液、及び比較としてイオン交換水にNaF, NaClを添加し、フッ素濃度108 mg/ℓ, NaCl 2 g/ℓとした液について25°Cにおける平衡吸着量を測定し、各々の液のフッ素吸着等温線を作成した。結果を図-3-2に示す。図に示すようにK廃液中のNaCl濃度は2 g/ℓ程度以下であればフッ素吸着にほとんど影響を及ぼさないことが明らかになった。又、イオン交換水とK廃液とでは吸着等温線に顕著な差は認められず、K廃液中にはUR-3700のフッ素吸着を低下させるような物質はほとんどないと推察された。

原液 F 濃度 108 mg/ℓ PH 4

—○— K-1

—△— K-1 (NaCl 2 g/ℓ 共存)

—□— イオン交換水 (NaCl 2 g/ℓ 共存)

液 比 1:25 ~ 1:00

接触時間 24 Hr

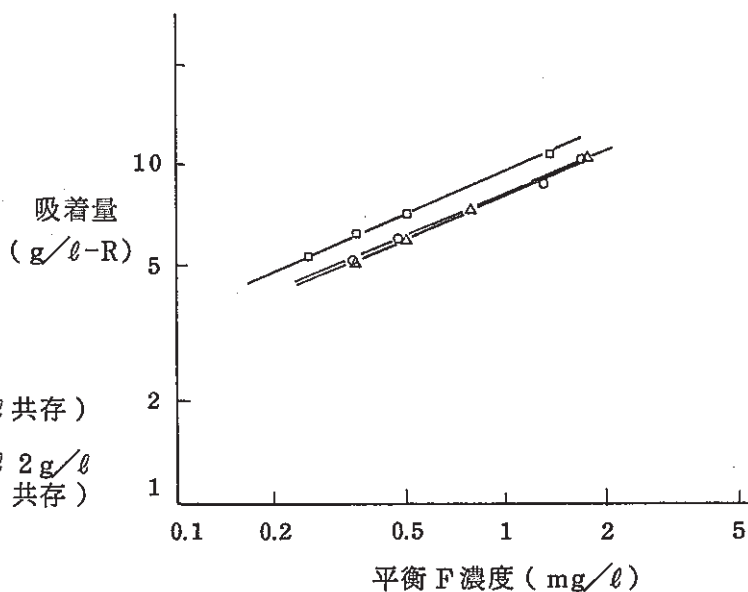


図-3-2 F 吸着等温線 (25℃)

c. カルシウム濃度の影響

K 廃液中のカルシウム濃度の影響について検討した。K-2 を汙過後、NaF を添加しフッ素濃度を 15.1 mg/ℓ とした液と、さらにこの液に CaCl_2 を添加し (F (mg/ℓ) Ca を 1.02 g/ℓ とした液とにつき HCl にて PH 調整し, SV5 で通液実験を行った。

結果を図-3-3 に示す。図に示すように Ca を 1.02 g/ℓ とした場合の 1.5 mg/ℓ BTC は若干低下することが明らかになったが実用的には問題のない低下率であると考えられた。

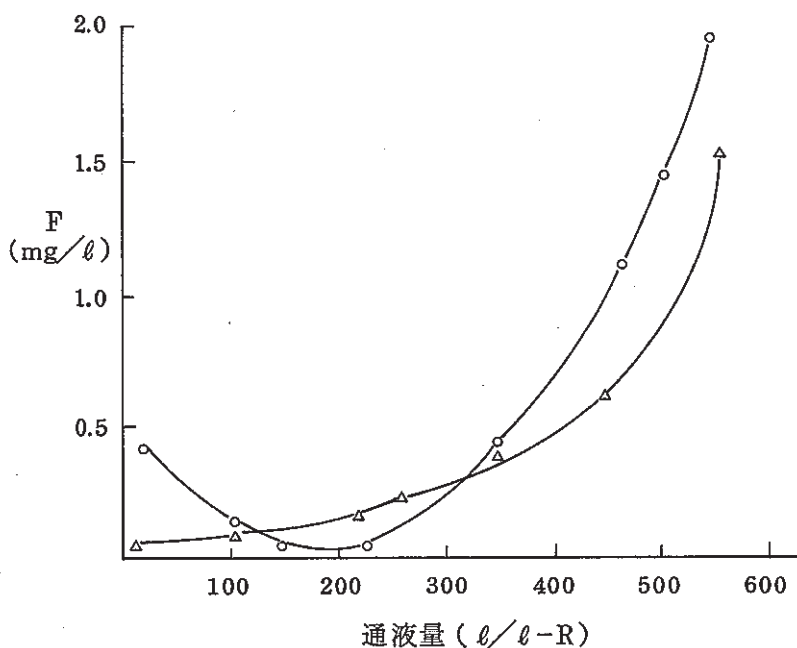


図-3-3 Ca の 影 響
樹脂量 5 ml (樹脂高 6.5 cm)

	原液 Ca 濃度 (g/ℓ)	BTC (g/ℓ-R)
—○—	1.02	6.7
—△—	0.02	7.3

d. PHの影響

UR-3700 フッ素吸着に及ぼす K 廃液の PH の影響について検討した。K-1 を濾過後、NaF を添加し、さらに HCl にて PH 調整を行い フッ素濃度 5.2 mg/l PH4 または 5 の液に各々調整し、SV5 で通液実験を行い、吸着性の比較を行った。結果を図-3-4 に示す。図に示すように PH5 では PH4 に較べて破過点 ($F = 1.5 \text{ mg/l}$) までの通液量は大幅に減少し、PH5 での通液は不利であることが明らかになった。本実験の結果、K 廃液を UR-3700 に通液する時の供給液 PH は 4 程度に予じめ調整することが適当であると判断された。

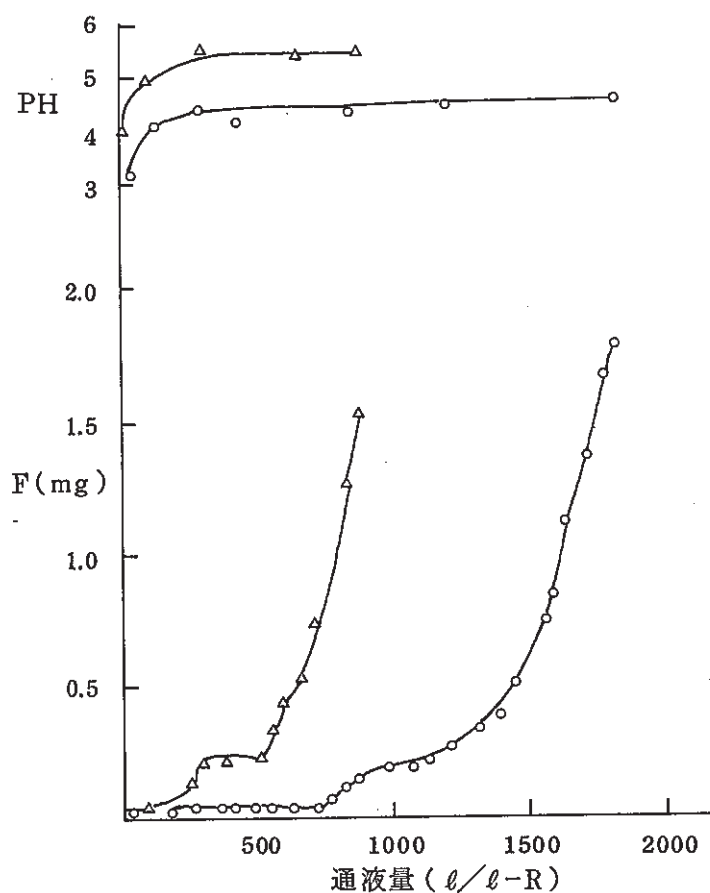


図-3-4 PH の 影 響
樹脂量 5 ml (樹脂高 6.5 cm)

	PH	BTC (g/l-R)
—○—	4	8.6
—△—	5	4.2

3-3-1-2 フッ素吸着に及ぼす通液速度の影響

UR-3700のフッ素吸着に及ぼすSVの影響について検討した。K-1を汙過後、NaF添加によりフッ素濃度を 10.0 mg/l とし、HClでPH4に調整した液を用いてSV 3, 5, 10の比較を行った。結果を図-3-5に示す。図に示すように、SV 10ではSV 5以下と比較して破過点までの通液量は大幅に減少し、SV 10での通液は不利であることが明らかになった。(この傾向は、T廃液の通液結果と同様であった)本実験の結果より、K廃液をUR-3700に通液する時の速度としては、SV 5程度が適当であると判断された。

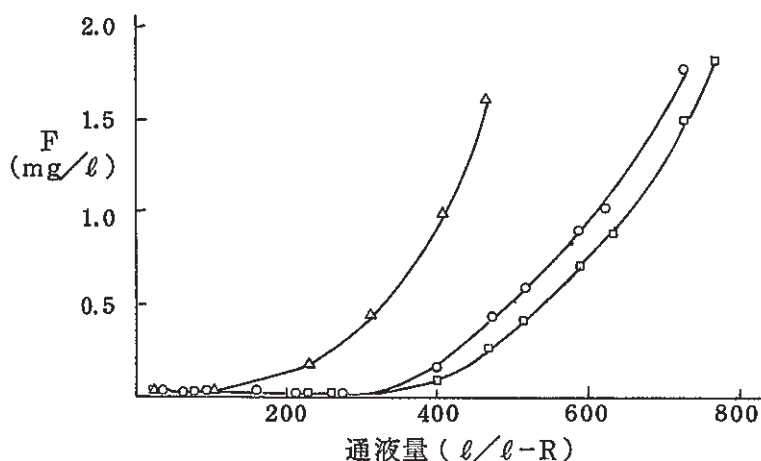


図-3-5 通液速度の影響
樹脂量 5 ml (樹脂高 6.5 cm)

	通液速度 (SV)	BTC (g/l-R)
—○—	3	6.9
—□—	5	6.8
—△—	10	4.4

3-3-1-3 フッ素吸着に及ぼす樹脂高の影響

UR-3700のフッ素吸着に及ぼす樹脂高の影響について検討した。K-1を汙過後、NaF添加によりフッ素濃度を 15.2 mg/l とし、HClでPH4に調整した液を用いて樹脂高を各々6.5, 27, 55 cmとしたカラムでSV 5で通液実験を行った。結果を図-3-6に示す。図に示すように樹脂高は高い程破過点までの通液量は増加することが明らかになった。

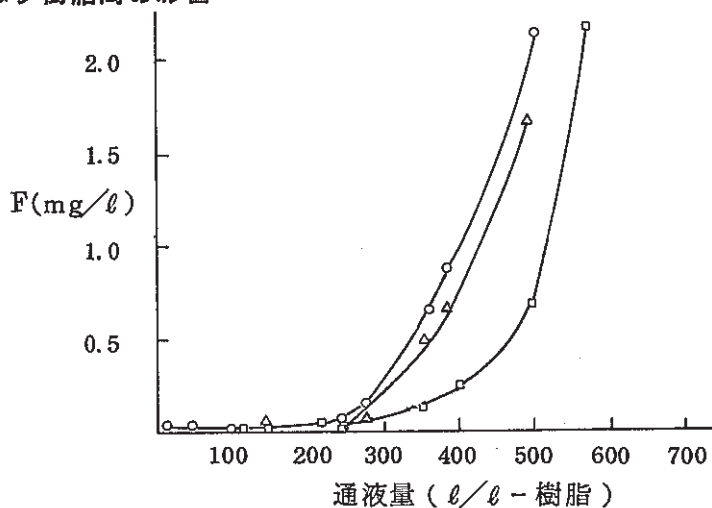


図-3-6 樹脂高の影響
樹脂量 5 ml, 15 ml, 20 ml

	樹脂量 (cm)	BTC (g/l-R)
—○—	6.5	6.8
—△—	22.0	7.3
—□—	55.0	8.2

なお、本プラントで運転する場合は、樹脂高 55 cm のデータに近い通液カーブが得られるものと考えられる。

3-3-1-4 通液時における有機物の挙動

K廃液をUR-3700に通液した場合の処理液中の有機物の挙動を検討した。3-3-1-1項のd(PHの影響)のPH4における通液実験処理液及び脱離液の全有機炭素を測定した。結果を図-3-7, 図-3-8に示す。図-3-7に示すように処理液のTOCはすべて原液よりやや低い値を示し, 通液によって有機成分は樹脂から漏出されることが確認された。又, 樹脂に捕捉された有機成分は, 図-3-8に示すごとく, フッ素脱離条件にてほぼ脱離することが明らかになった。(フッ素の脱離については次項に記載)

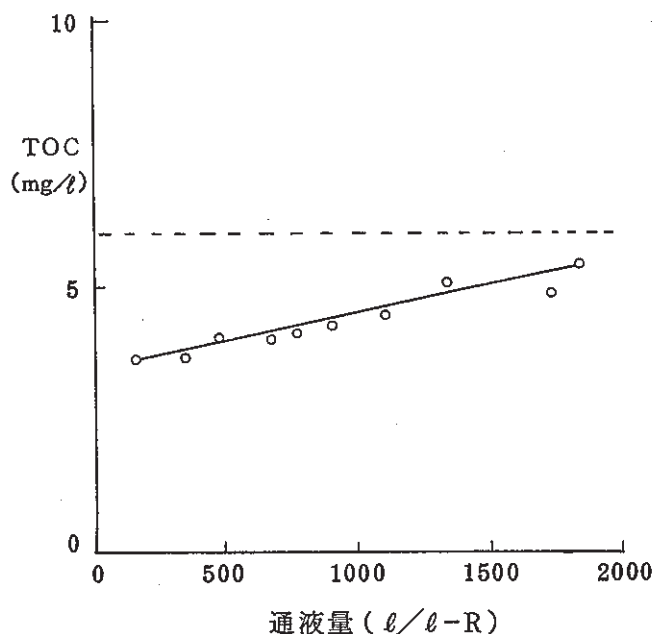


図-3-7 カラム通液時における処理液中の有機物の挙動

樹脂量 5ml (樹脂高 6.5 cm)
 供給液 K-1 (F = 5.2mg/l
 PH4 TOC=6mg/l)
 通液速度 SV 5
 TOC捕捉率 23 %

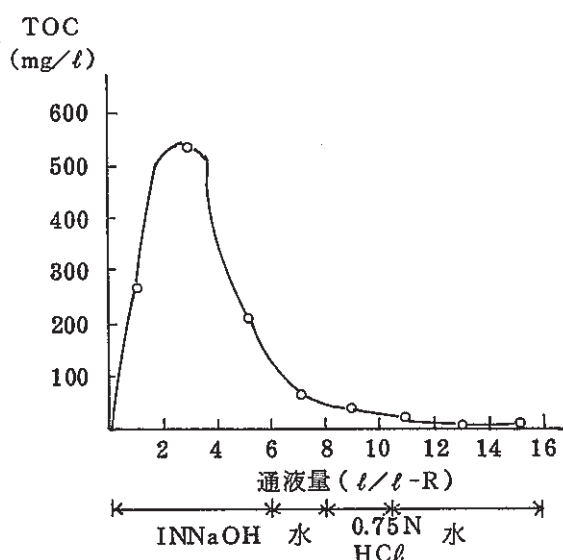


図-3-8 脱離液中の有機物の挙動

樹脂量 5ml (F吸着量 8.8 g/l-R)
 脱離剤 INNaOH 6 l/l-R
 再生剤 0.75 NHCl 2.5 l/l-R
 通液速度 SV 2
 TOC脱離率 89 %

3-3-1-5 UR-3700からフッ素の脱離

K廃液中のフッ素を吸着したUR-3700 (F吸着量 10 g/l-R)カラムにINNaOHをSV2で, 6 l/l-R通液することにより, フッ素の脱離を行った。脱離例を図-3-9に示す。図に示すように, INNaOHを通液することにより, 脱離はほぼ定量的に行えることが明らかになった。また, K廃液の場合は, T廃液の場合と異なり, 脱離前の酸洗浄を行わなくともシャープな脱離曲線の得られることも明らかになった。

(酸洗浄を行ったUR-3700 [F吸着量 6.3 g/l-R] のカラムについても脱離実験を行ったが図-3-10に示すように、脱離曲線の形状及び脱離率は、酸洗浄を行わない場合とほぼ同様であった。)

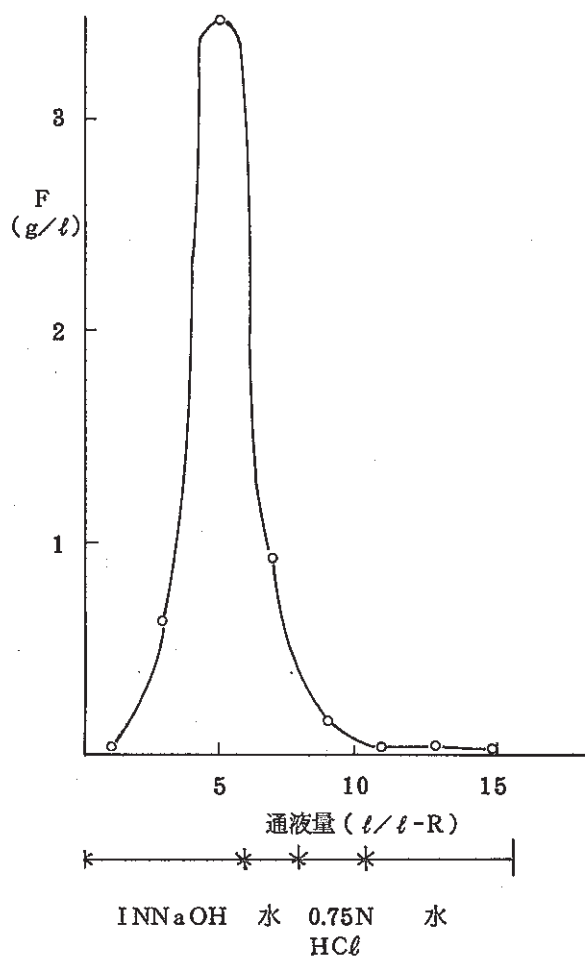


図-3-9 UR-3700からの
フッ素の脱離 — (1)

樹脂量 5 ml (樹脂高 6.5 cm)
脱離率 104 %

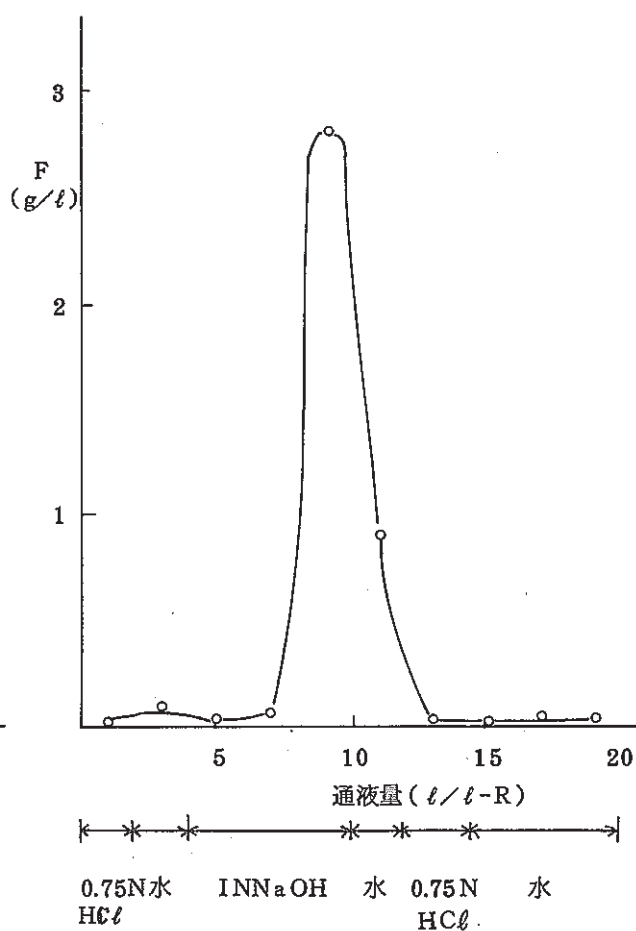


図-3-10 UR-3700からの
フッ素の脱離 — (2)

樹脂量 5 ml (樹脂高 6.5 cm)
脱離率 105 %

3-3-1-6 再生剤試験

フッ素を脱離した UR-3700 の再生剤の検討を行った。まず、供給液としてフッ素濃度を 16.3 mg/l 、PH 3.9 とした K-2 廃液を UR-3700 に 585 l/l-R 通液しフッ素を吸着させた後、 INaOH 6 l/l-R 通液しフッ素を脱離し、続いて 2 l/l-R のイオン交換水を通水し水洗した。この樹脂を 2 本のカラムに等分し、再生剤が塩酸の場合と硫酸の場合の比較を行った。即ち一方のカラムは 0.75 NHCl を 2.5 l/l-R 続いてイオン交換水を 6 l/l-R 通液し、他方のカラムには $0.75 \text{ NH}_2\text{SO}_4$ を 2.5 l/l-R 、イオン交換水を 6 l/l-R 通液し、樹脂の再生を行った。実験の結果、 $0.75 \text{ NH}_2\text{SO}_4$ を通液したカラムは通液中に樹脂表面に白色の付着物が若干発生した。次に塩酸及び硫酸で再生した 2 本の UR-3700 カラムに前述の供給液 K-2

を同条件で通液した。結果を図-3-11 に示す。図に示すように H_2SO_4 を用いて再生した場合の破過点までの通液量は、 HCl を用いた場合に較べて減少した。これは本実験で用いた硫酸の通液条件では樹脂の再生が不十分であったためと考えられる。

以上のような結果から UR-3700 の再生剤としては塩酸の方が効果的であり、また実用的であることが明らかになった。

3-3-1-7 くり返し吸脱着試験

UR-3700 樹脂カラムを用いて K 廃液のくり返し吸脱着試験を行った。供給液としてはフッ素濃度を 16.3 mg/l PH を 3.9 に調整した K-2 を用いた。くり返し吸脱着の際のフロースキームを表-3-2 に示す。所定回数のくり返し吸脱着を終えた樹脂をサンプリングし、別途カラムで SV 5 で通液実験を行った。結果を図-3-12 に示す。図に示すように、11 回のくり返し吸脱着で、樹脂の吸着能低下は殆んど起らないことが明らかになった。

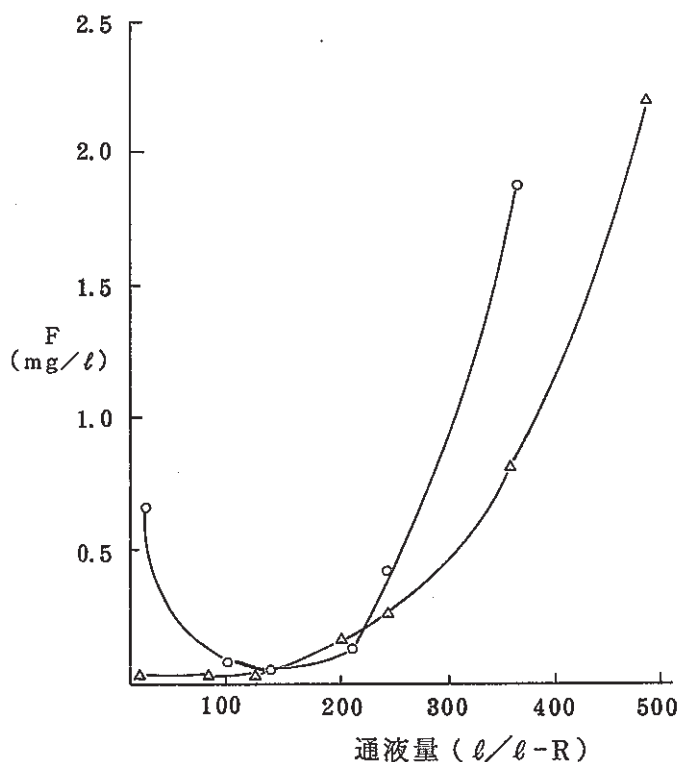


図-3-11 再生剤の影響
樹脂量 5 ml (樹脂高 6.5 cm)

	再 生 剤	BTC (g/l-R)
—○—	$0.75 \text{ NH}_2\text{SO}_4$ 2.5 l/l-R	5.4
—△—	0.75 NHCl 2.5 l/l-R	6.9

図-3-2 くり返し吸脱着試験のフロースキーム

工 程	カラム供給液	通 液 量 ($\ell/\ell-R$)	通液速度 SV
吸 着	K - 2	183	10
水 押 し	イオン交換水	3	5
脱 離	1 N NaOH	6	2
水 押 し	イオン交換水	1	5
C ℓ 化	0.75 N HCl	2.5	5
水 押 し	イオン交換水	6	5

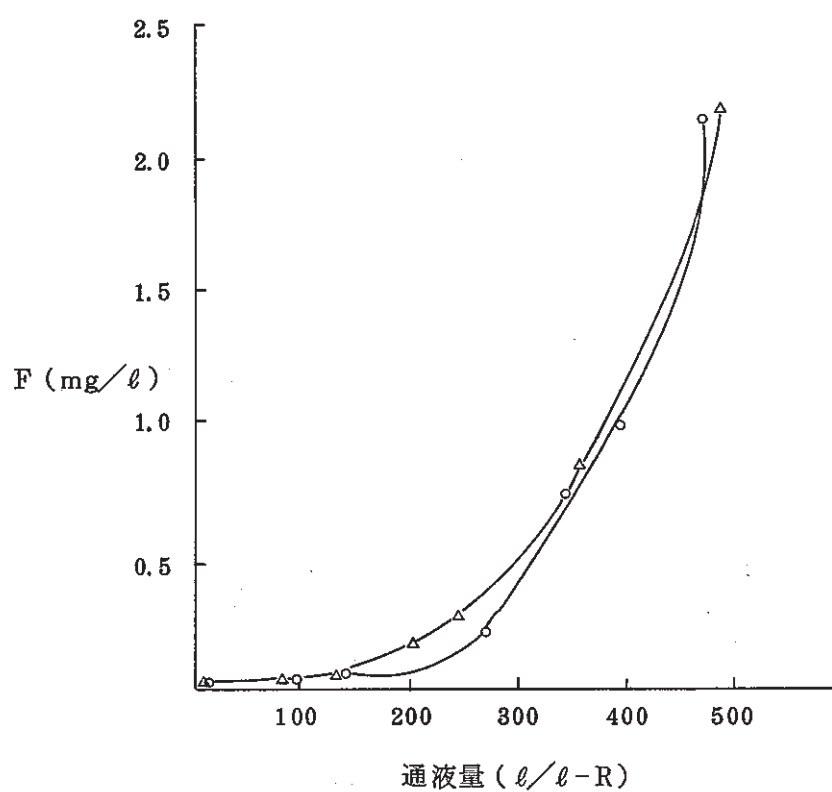


図-3-12 くり返し吸脱着におけるフッ素の吸着
樹脂量 5 ml (樹脂高 6.5 cm)

	くり返し吸脱着	BTC ($g/\ell-R$)
—△—	1 回 後	6.9
—○—	10 回 後	6.9

3-3-2 通液結果まとめ

ウラン濃縮試験工場廃液を汙過後、UR-3700のカラムに通液し、フッ素吸着処理を行った結果、第2章で述べた製錬廃液と同様に、廃液中のフッ素は効率良く樹脂に吸着され、樹脂のくり返し再生も可能なことが明らかになった。本法を実施する場合は、白濁物質によるカラムの圧損上昇を抑えるために、汙過直後にカラム通液を行う必要があると考えられた。

また、本実験の結果より、将来、廃液中のフッ素濃度が上昇しても、本樹脂を用いる方法で充分対応出来るものと考えられた。

4. UR-3700 の基本的性質

4-1 基本的性質

本実験で用いたUR-3700の基本的性質（見掛密度・含水率・有効径・均一係数・ジルコニウム含有量）を表-4-1に示す。又、本樹脂をカラム通液した場合の圧力損失及び逆洗展開率を図4-1、図-4-2に示す。

表-4-1 樹脂の基本的性質

外 観	球状褐色
イオン交換基	$\begin{array}{c} \diagup \quad \diagdown \\ \text{Zr} \quad \text{OH} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \quad \quad \text{OH} \end{array}$
見掛密度(g/l)	880
含水率(%)	62
粒度(メッシュ)	20~48
有効径(mm)	0.33
均一係数	1.48
Zr含有量 (g/dry·kg-R)	120~130

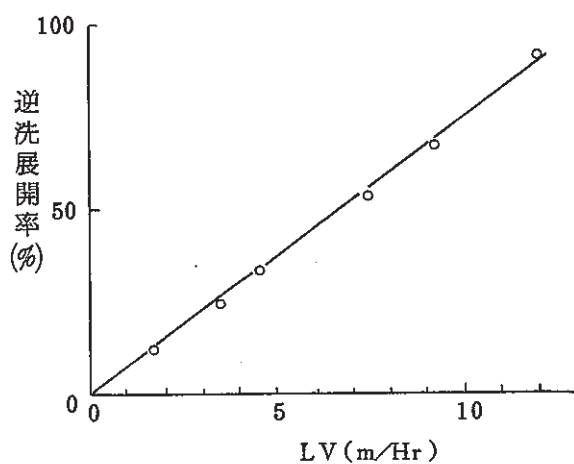


図-4-1 逆洗展開率

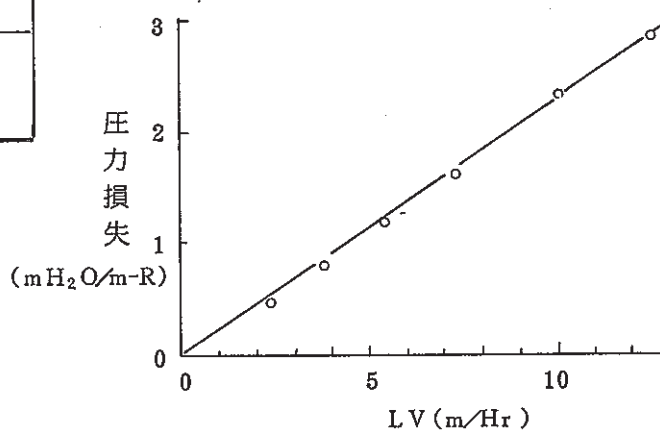


図-4-2 圧力損失

4-2 フッ素吸着性

本樹脂のフッ素に対する基本的吸着性（25℃での吸着等温線、フッ素吸着に及ぼすPHの影響）を図-4-3、図-4-4に示す。

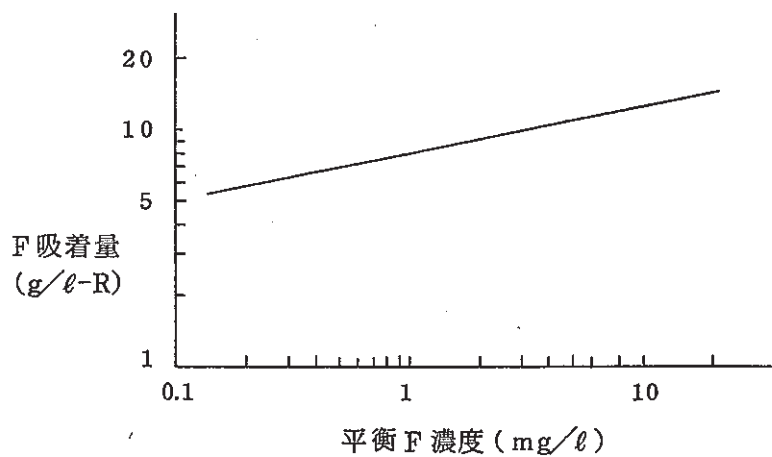


図-4-3 吸着等温線 (25℃)

原液 F 濃度 100 mg/ℓ PH 3.7 ~ 4.0

液比 1:50 ~ 1:150

接触時間 24 Hr

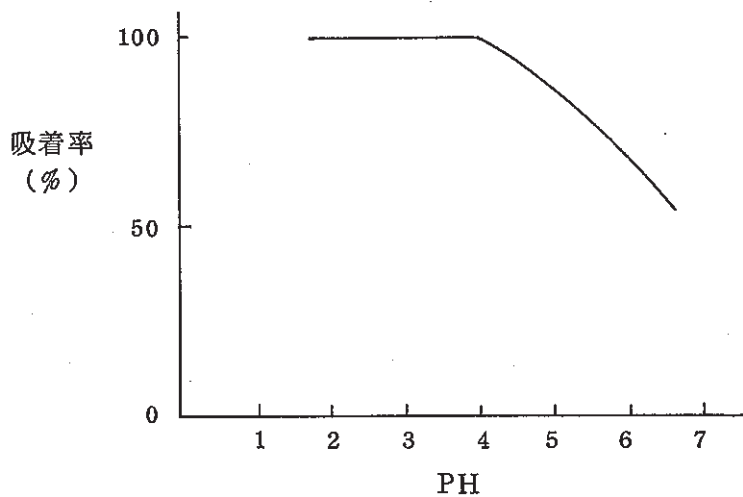


図-4-4 PH の 影 響

原液 F 濃度 100 mg/ℓ NaCl 1 g/ℓ

液比 1:00

接触時間 24 Hr

5. 実 験

5-1 液 性 の 評 価

5-1-1 フッ素の定量

JIS-K-0102 34.2 (イオン電極法)に従って行った。測定装置は湯浅アイオニクス社製全自動化学分析装置 Digichem 4000を用い、フッ素イオン電極及び比較電極はオリオン社製 94-09 型及び 90-02 型を用いた。緩衝液は、水 500 ml に酢酸 57 ml, 塩化ナトリウム 58 g 1,2-シクロヘキサジアミン四酢酸 4 g を加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (20 wt %) を滴加し、PH計を用いて PH 5.0 ~ 5.5 に調節した後水を加えて 1 ℓ とした液を用いた。

5-1-2 ウランの定量

亜鉛末添加還元法によるアルセナゾⅢ吸光光度法により行った。

5-1-3 カルシウムの定量

日本ジャーレルアッシュ社製 AA-1-MKⅡ型原子吸光分析装置を用いて行った。

5-1-4 アルミニウムの定量

JIS-K-0102 58.1 (キノリノール吸光光度法)記載の方法に従って行った。

5-1-5 硫酸イオンの定量

JIS-K-0102 41.1 (クロム酸バリウム吸光光度法)記載の方法に従って行った。

5-1-6 塩素イオンの定量

JIS-K-0102 35.1 (硝酸銀滴定法)記載の方法に従って行った。

5-1-7 SSの測定

JIS-K-0102 14.1 記載の方法に従って行った。

5-1-8 BODの測定

JIS-K-0102 21 記載の方法に従って行った。

5-1-9 CODの測定

JIS-K-0102 17 記載の方法に従って行った。

5-1-10 TOCの測定

ドーマン社製 DC-80 型 TOC 分析計を用いて行った。

5-1-11 PHの測定

堀場製作所製 E-7 SS 型 PHメーターを用いて行った。

5-1-12 ケイ酸の定量

JIS-K-0101（工業用水試験方法）44記載の方法に従って行った。

5-1-13 ABS（アニオン界面活性剤）の定量

JIS-K-0102 30.1（メチレンブルー吸光光度法）記載の方法に従って行った。

5-2 吸脱着実験

5-2-1 カラム通液実験

通常のカラム通液実験では図-5-1に示す装置を行い一定時間毎にカラム通過液をサンプリングして液性を評価した。

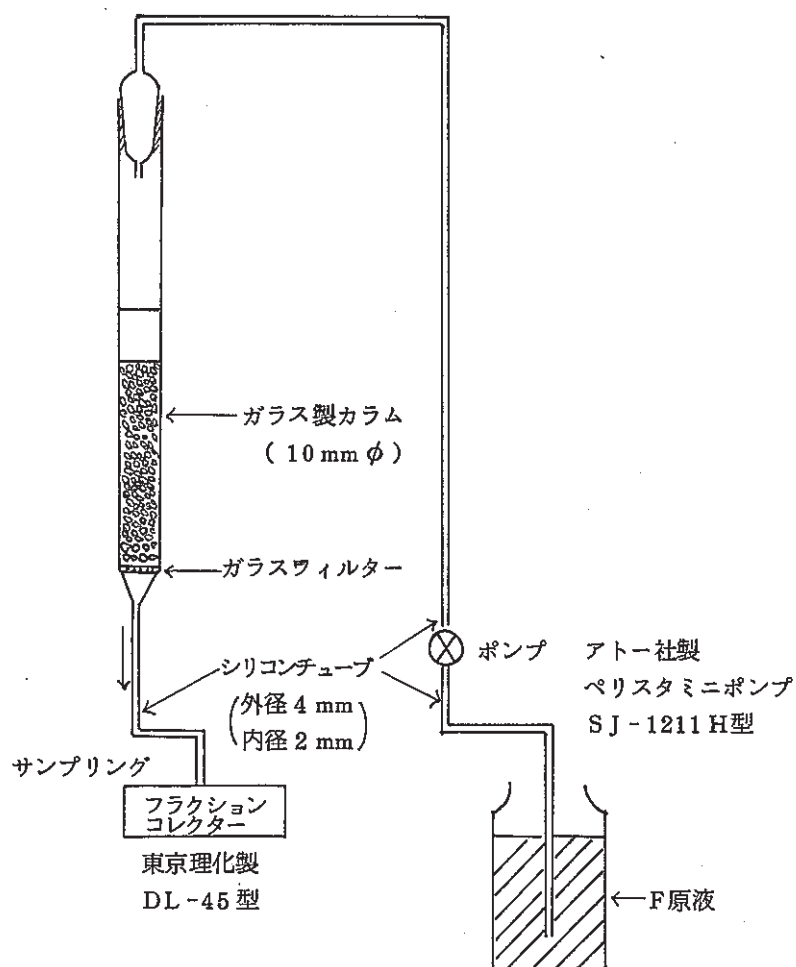


図-5-1 フッ素吸着実験装置（カラム法）

5-2-2 バッチ法による吸着実験

UR-3700のくり返し吸着実験は、図-5-2に示す樹脂耐久性評価装置を用いて図-5-3に示すフローシートに従って所定回数の吸脱着処理を行った。

5-2-3 くり返し吸脱着実験

UR-3700 のくり返し吸脱着実験は、図-5-2 に示す樹脂耐久性評価装置を用いて 図-5-8 に示すフローシートに従って所定回数の吸脱着処理を行った。

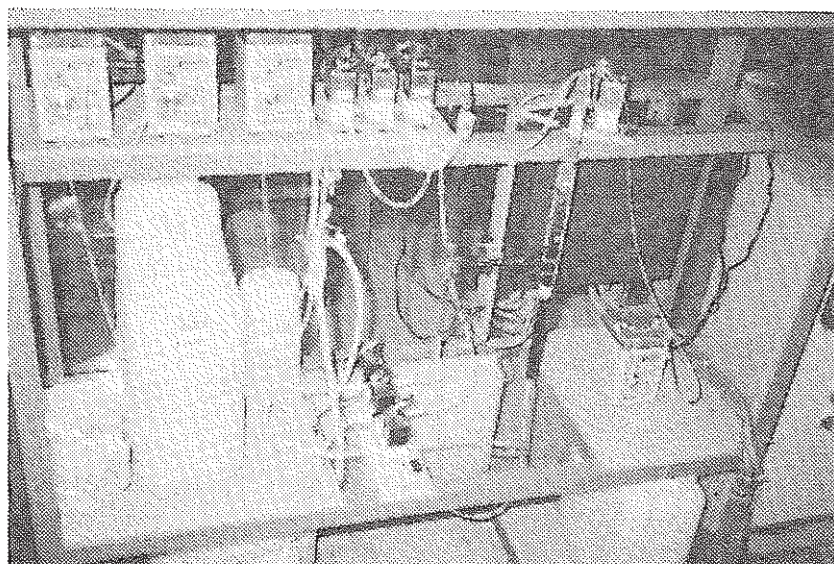
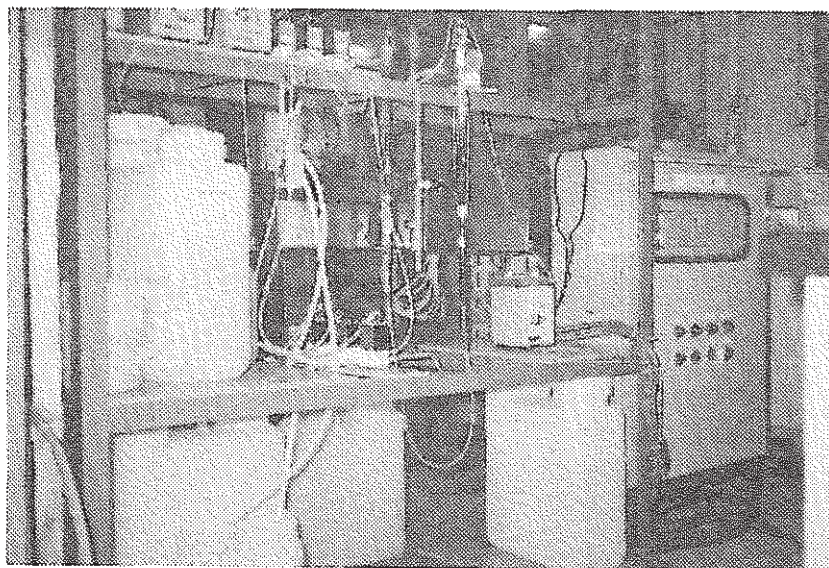
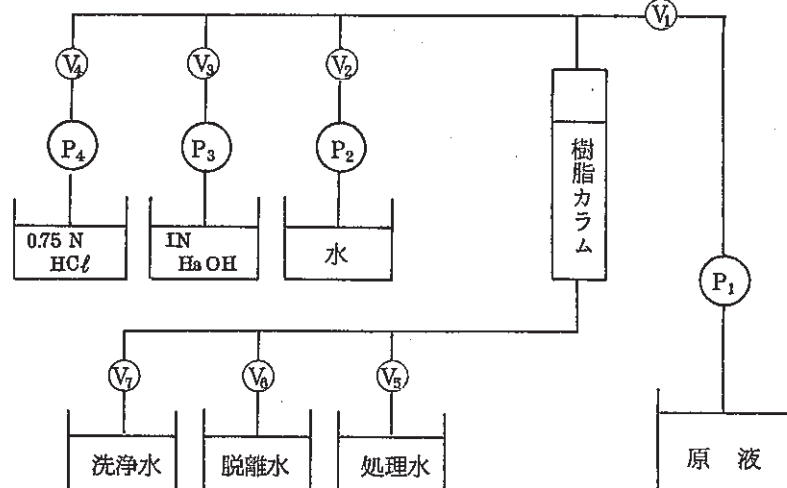


図-5-2 樹脂耐久性評価装置の写真



	吸着	水押又は 酸洗浄	脱離	水押	Cl化	水押
P ₁	←→					
P ₂		←→	←→	←→	←→	←→
P ₃			←→			
P ₄					←→	
V ₁	←→					
V ₂		←→	←→	←→	←→	←→
V ₃			←→			
V ₄					←→	
V ₅	←→					
V ₆			←→			
V ₇		←→		←→		

図-5-3 樹脂耐久性評価装置のフローシート

5-3 凝集性及び汙過性の評価

5-3-1 凝集性の評価

原液 100～1000 ml をビーカーに採取し、所定量の消石灰を加え、マグネチックスターラーにて 20 分間攪拌（300～400 rpm）し、次に所定量の凝集助剤を加え 1～2 分後に緩速攪拌（100～150 rpm）にし、5 分間攪拌を続けた後に攪拌を停止し、フロック状態の観察、沈降速度の測定を行い、次に沈降が停止した時のスラッジ層の高さから濃縮倍率を算出した。

5-3-2 汙過性の評価

5-3-2-1 汙過比抵抗の測定

試料懸濁液を所定圧力（100 mm.Hg，又は 469 mm Hg）に調整した汙過比抵抗測定装置（図-5-4）に供し、汙過時間と汙液量を測定し、次式より汙過比抵抗 \bar{r} を算出した。

$$\bar{r} = \frac{2 A^2 P_T B}{C_1 \mu} \quad (\text{m/kg})$$

B : 滲液量と滲液量当りの滲過時間の関係をプロットした時の勾配

$$C_1 : \frac{SS}{100 - SS} \quad (\%) \quad (SS : \text{懸濁固体含有量})$$

A : 滲紙の面積 (cm²)

P_T : 滲過圧力 (g 重/cm²)

μ :: 水の粘度 (0.01 g/cm²)

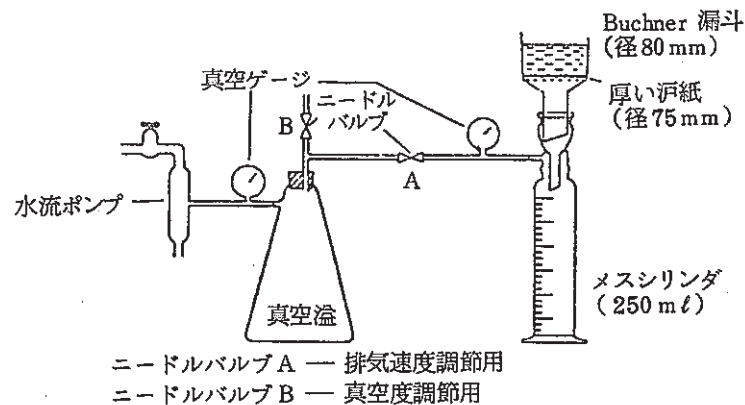
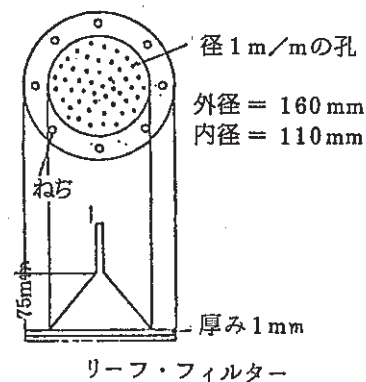


図-5-4 滲過比抵抗測定装置

5-3-2-2 スラッジの脱水性試験

試料懸濁液を所定圧力 (100 mm Hg) に調整したリーフテスト装置 (図-5-5) に供し、所定時間の浸透、及び吸引乾燥を行って得られた滲液の清澄性を JIS-K-0101-9 に従って測定した。ケーキ水分率は、105℃乾燥による重量法で測定した。



リーフ・フィルター

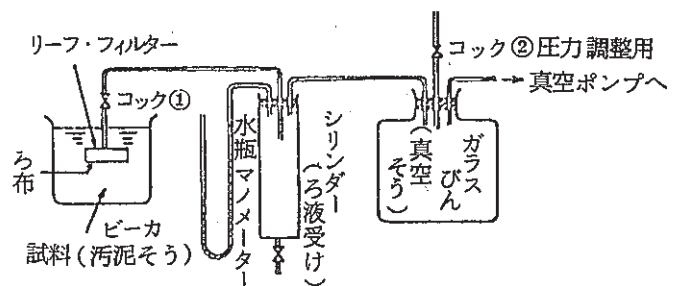


図-5-5 スラッジ脱水性試験装置

5-4 樹脂特性の評価

5-4-1 見掛密度

遠心脱水し付着水分を除いた樹脂を秤量し、予め水を入れたメスシリンダーに投入し樹脂の容積を測定して見掛密度 (g/ℓ) を算出した。

5-4-2 含水率

遠心脱水し付着水分を除いた樹脂を約 5 g 秤量し、減圧 (10 mmHg) 下、 $50 \pm 2^\circ\text{C}$ で 8 時間乾燥し、乾燥重量より含水率 (wt %) を算出した。

5-4-3 有効径、均一係数の測定

樹脂 約 100 ml を、目開きそれぞれ $840\ \mu\text{m}$, $500\ \mu\text{m}$, $350\ \mu\text{m}$, $297\ \mu\text{m}$, $250\ \mu\text{m}$ の試験篩を用いて目開きの大きい篩から順に水中で篩別し、それぞれの篩上残量をメスシリンダーにて測定し、篩上残留分 (Vol %) を算出した。残留分累計 (%) と篩の目開き (mm) の関係に対数確率紙上にプロットし、篩上残留分累計の 90 % に相当する篩の目開きをもって有効径とした。

又、篩上残留分累計 40 % に相当する目開きを有効径で除して均一係数を算出した。

5-4-4 圧力損失

直径 10 cm の塩化ビニル製カラムに樹脂 8 ℓ を充填し、カラム上部よりイオン交換水を通水し、流速 (LV) と樹脂カラム入口、出口の圧力差を水温 25°C にて測定し、単位樹脂高当りの圧力損失 ($\text{mH}_2\text{O}/\text{m-R}$) を算出した。

5-4-5 逆洗展開率

直径 10 cm の塩化ビニル製カラムに樹脂 8 ℓ を充填し、カラム下部よりイオン交換水 (25°C) を流速 (LV) を変化させて通水し、樹脂高を測定し逆洗展開率 (%) を次式より算出した。

$$\text{逆洗展開率 (\%)} = \frac{\ell - \ell_0}{\ell_0} \times 100$$

$$\left(\begin{array}{l} \ell : \text{通水時樹脂高} \\ \ell_0 : \text{充填時樹脂高} \end{array} \right)$$

5-4-6 ジルコニウム含有量の測定

島津製作所製蛍光 X 線装置 VXQ 120 型カウンタメーターを用いて行った。

6. 結 論

新しく開発したフッ素吸着樹脂 UR-3700 (ジルコニウム酸分散型フェノール・ホルマリン樹脂)を用いて、ウラン製錬廃液及びウラン濃縮試験工場廃液のフッ素処理に関する検討を行った。

その結果、ウラン製錬廃液は凝集処理を行った後、吸着処理を行う二段処理法で、又ウラン濃縮試験工場廃液は、吸着処理一段で、廃液中のフッ素濃度を 1.5 mg/l 以下に低減出来ることが明らかになった。又両廃液とも樹脂に吸着したフッ素は、 INNaOH 水溶液により容易に脱離され、樹脂はくり返し再生可能なことが確認された。

7. 謝 辞

本研究を行うにあたり、種々御助言を頂いた動力炉・核燃料開発事業団・人形峠事業所・資源開発部製錬課及びウラン濃縮試験工場技術課の方々に、深く感謝致します。

8. 参 考 文 献

- (1) 産業公害 18 (2) 130 (1982)
- (2) PPM 6 46 (1978)
- (3) PPM 9 57 (1982)
- (4) 用水と廃水 17 (1) 47 (1975)
- (5) 特開昭 58—6287 栗田工業
- (6) 特開昭 58—95582 三菱重工
- (7) 特開昭 58—84090 三菱重工
- (8) 特開昭 58—61883 日本電気エンジニアリング
- (9) 特開昭 58—3639 日本電気エンジニアリング
- (10) 特開昭 58—8582 日立プラント
- (11) 特開昭 58—89985 日立プラント
- (12) 特開昭 58—43281 日立プラント
- (13) 固液分離技術 (D. B. Purchas, 白戸紋平監訳, 技報堂出版, 1977)