

TN8410 87-083
PNC ~~18410-87-34~~

本資料は2001年06月20日付けで
登録区分変更する。 [東海事業所技術情報室]

高速炉燃料再処理パルスカラム抽出試験装置(Ⅱ)試験

パルスカラム抽出器の外乱特性(その1)

1987年6月

動力炉・核燃料開発事業団

東海事業所

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村村松4番地49
核燃料サイクル開発機構
技術展開部 技術協力課

電話:029-282-1122(代表)
ファックス :029-282-7980
電子メール:jserv@jnc.go.jp

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:
Technical Cooperation Section,
Technology Management Division,
Japan Nuclear Cycle Development Institute
4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki 319-1184, Japan

© 核燃料サイクル開発機構
(Japan Nuclear Cycle Development Institute)

① 必要高さを確保する
② 必要高さを確保する
③ 必要高さを確保する

外乱

動特性

必要高さ

アキュムレーション

④ 高速炉燃料再処理パルスカラム抽出試験装置(Ⅱ)試験

(副標題) — パルスカラム抽出器の外観特性(その1) —

実施責任者 岸本洋一郎^{*}, 河田東海夫^{**}, 林正太郎^{***}
報告者 根本慎一^{***}, 北村航一郎^{***}, 植野和浩^{***}

要 旨

本報告書は、応用試験棟に設置されているパルスカラム抽出試験装置(Ⅱ)で実施した外観特性試験結果に関するものである。

今回の試験で、パルスカラム抽出器の動特性に関し、以下の知見を得た。

(1) 10cmH×10cmφの抽出カラムでは、全停止による放置4時間までは、抽戻へのウランリークに変化はない。

(2) ウランリーク率を0.05%以下におさえるには、放置許容時間を1時間と仮定すると約5mのカラム長が必要である。

(3) 放置によって抽出カラム下部までウランが拡散しても、約2カラムボリュームのグリーン溶媒供給によって、ウラン濃度プロファイルは停止時の状態に回復する。

(4) 逆抽出カラムでは、カラム内の滞留液の影響により、全停止約3時間ほどの間は、カラム上部の濃度上昇が起こる。

(5) 逆抽出カラムからのウラン取出し濃度を約90ppmから約110ppmまで増加させた場合、約1～2時間で抽出カラム内のウラン濃度が増加し、アキニジレーションの兆候が現われる。

なお、パルスカラム動特性に関する他のいくつかの課題については、引続を検証する。

* 技術開発部 アラント設計開発室
** 技術開発部
*** 技術開発部 機器材料開発室

FBR Fuel Reprocessing Pulsed Column Equipment (II) Test

- Operational characteristics against various disturbances in pulsed column system (I) -

Youchiro Kishimoto, Tomio Kawata,
Shinichi Nemoto, Kouichiro Kitamura,
Kazuhiro Ueno

Abstract

This report describes the experimental results of the operational characteristics against various disturbances performed using the Pulsed Column Test Equipment (II) installed in the Engineering Demonstration Facility-I at FNC Tokai works.

The conclusions drawn from these experiments are summarized as follows.

- (1) The uranium leak in the extraction raffinate was nearly constant within about 4 hours after all the systems were stopped and left alone.
- (2) The extraction column height required for keeping the uranium leak rate in the raffinate below 0.05% was confirmed to be less than 5m, if the system was permitted to leave alone for an hour.

- (3) The uranium concentration increased in the bottom parts of the extraction column after leaving, but the uranium concentration profile was recovered to the level at the shutdown by feeding the fresh solvent with about 2 column volumes.
- (4) The increase of uranium concentration in the top parts of the stripping column after the shutdown was caused by the uranium loading solvent staying in the column.
- (5) The uranium concentration profile showed the sign of the accumulation in about 1-2 hours after increasing the uranium concentration in the outgoing TSP phase from the scrubbing column from about 90 g/l to about 110 g/l.

The evaluation of some items about the operational characteristics will be continued in the following tests.

目次

- 1 概要
- 2 試験方法
- 3 結果及び考察
- 4 結論
- 5 今後の評価項目

資料

- A 試験装置
- B 試薬調整
- C 運転方法及びサンプリング
- D 分析方法
- E 分析結果

1. 概要

パルスカラムは、駆動部がパルス発生器のみであり、
めに機械的故障が少ないものと予想される反面、プロセス
スインバントリー⁽¹⁾がやや大きく、重負運転方式であるた
め、運転条件の変動外乱によってカラム内濃度プロファイル
が不安定になり、プロダクト及びガラフィネート流に異常
をもたらす可能性がある。従って外乱に対するカラム内
挙動及び周辺機器の応答特性や許容変動の中を把握し、
さらに外乱への対処法や回復方法等に反映させるための
知見を得ることは実プラントの最適運転条件を決定する
上で必要なことである。

本報告書は、

(1) 全停電を想定した停止外乱

(2) 運転条件の変動として溶媒流量低下

に対するカラム内挙動の変化を調査したものである。

(1) M.E. Whatley "Effects of solvent-extraction contactor selection on flowsheet and facility design"

2 試験方法

(1) 停止外乱と回復

パルスカラム運転の途中で全停電が起きた場合に予想される影響、(カラム内濃度プロファイルの下方への移行、ラフィネートへのウランロス量増加)を確認するため、抽出・洗浄・逆抽出の3塔連動試験でのカラム内ウラン濃度の平衡を確認後、全ての結液及びパルスを停止し一定時間放置した。その間の1, 2, 3, 4, 19, 44時間後にサンプリングを行った。^{回復特性確認のため、その後}通常のスタートアップ方法に従い、抽出・逆抽出の各々に連続相のみを供給、4時間運転し1時間毎にサンプリングを行った。なお図に試験フローを示す。

通常 3塔運動運転試験 平衡

↓
全給液・パルス停止 サンプル

↓
放置

サンプル 1, 2, 3, 4, 19, 44 hr 後

↓
運転再開

抽出・逆抽出 2塔運動 4hr

連続相のみ供給 サンプル 1hr 毎

Δx : 30%OTBP 60 g/h
 $a \times f = 20^{mm} \times 40^{cpm}$

St: 0.02M HNO₃ 102 g/h
 $a \times f = 20^{mm} \times 60^{cpm}$

図 1 試験フロー (停止外注)

(2) 溶媒流量低下

溶媒中のウラン取出し濃度（洗淨カラム以外）を増加させる方向の外乱とした。

抽出 - 洗淨 - 逆抽出の3塔連動試験でのカラム内ウラン濃度の平衡を確認後、溶媒の流量を約20%低下させ

抽出 - 洗淨カラム内のウラン濃度プロファイルの変化を調べた。表1に試験条件を示す。外乱後は5時間運転し30分毎にサンプリングを行った。

(目標取出し濃度が 90% から 112% に増加)

表1 試験条件

外乱 条件	Extraction				Scrub		
	流量 (l/h)		A/D	a x f ($cm \times rpm$)	流量 (l/h)		a x f ($cm \times rpm$)
	A/D	O/D			A/D	A/D	
外乱前		62.0	0.68		21.2	0.34	
外乱後	21.2	49.5	0.79	2' x 40	17.8	0.36	2 x 30

(1) U₃₀₈原液 262g 3M H⁺

(2) 3M HNO₃

3 結果及び考察

(1) 停止外乱と回復 (a) 停止外乱

停止・放置後の抽出・洗浄・逆抽出カラム内濃度プロファイル変化を各々 図1, 2, 3 に示す。

抽出カラムの場合(図1)、通常運転時には、比重の大きい液がカラム上部に存在しており、放置によりウランが下部へ移行し、カラム上部で濃度が減少、下部で増加している。

抽戻1のウランのリーフについては、放置4hrまでは影響がない(数mg/l)が、19hr後には30mg/lさらに44hr後には200mg/lと濃度が増加している。

洗浄カラムの場合(図2)、放置により濃度プロファイルは減少している^{*}が、濃度レベル(10⁶Bq/g)は通常運転時のレベルと変わら^ず、抽出カラムほどの影響は受けていない。

* 洗浄カラムについては、運転時に分散状態が悪化し、(分散相体積分率が50~60%)部分的に有機相連続となる。停止放置後、この部分的な有機相連続相の中を水相が分散相となって下方に落ちていく際に、

水相中のウランが有機相へ移行し、水相中の濃度は減少したものと
思われる。

逆抽出カラムの場合(図3)、カラム上部で、停止放置3分後までは濃度が増加しているが、その後は時間とともに減少している。これは、停止直後3分までは、洗浄カラム有機相プロダクトの滞留液が十分に逆抽出されないままカラム上部へ上昇し、時間とともにウランの氷相への物質移動が起こったためである。またその後は、抽出カラムと同様、比重の大きいものが下方へ移行し、カラム上部での濃度減少になったものである。

ここで影響の大きい抽出カラムについて、図4にカラム内濃度の経時変化を示した。さらに、カラムトップからある長さの位置で、放置に伴って、ウラン濃度が増加するのにかかる時間を図5に示した。

図5からトップから3mの位置では、18%になるまでの許容時間は、約30分であり、逆に、相魔へのリーフに至る抽出カラム連続相の限界値を10%とすると、(ロス率は0.5%以下) 放置許容時間を1分とするためのカラム必要長さは、約5mであると判断できる。

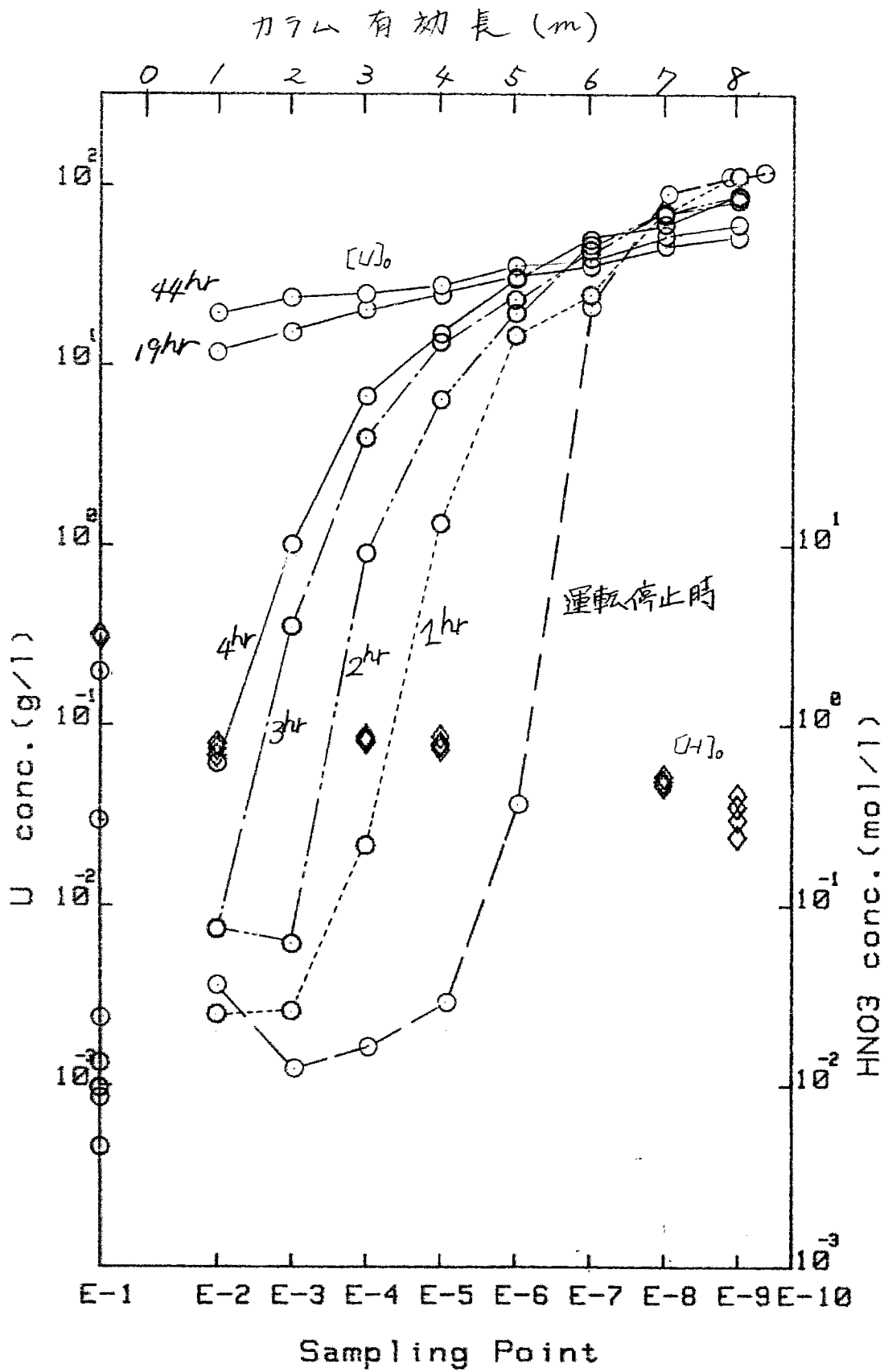


図1 停止放置後のカラム内ウラン、硝酸濃度
プロファイル (抽出カラム)

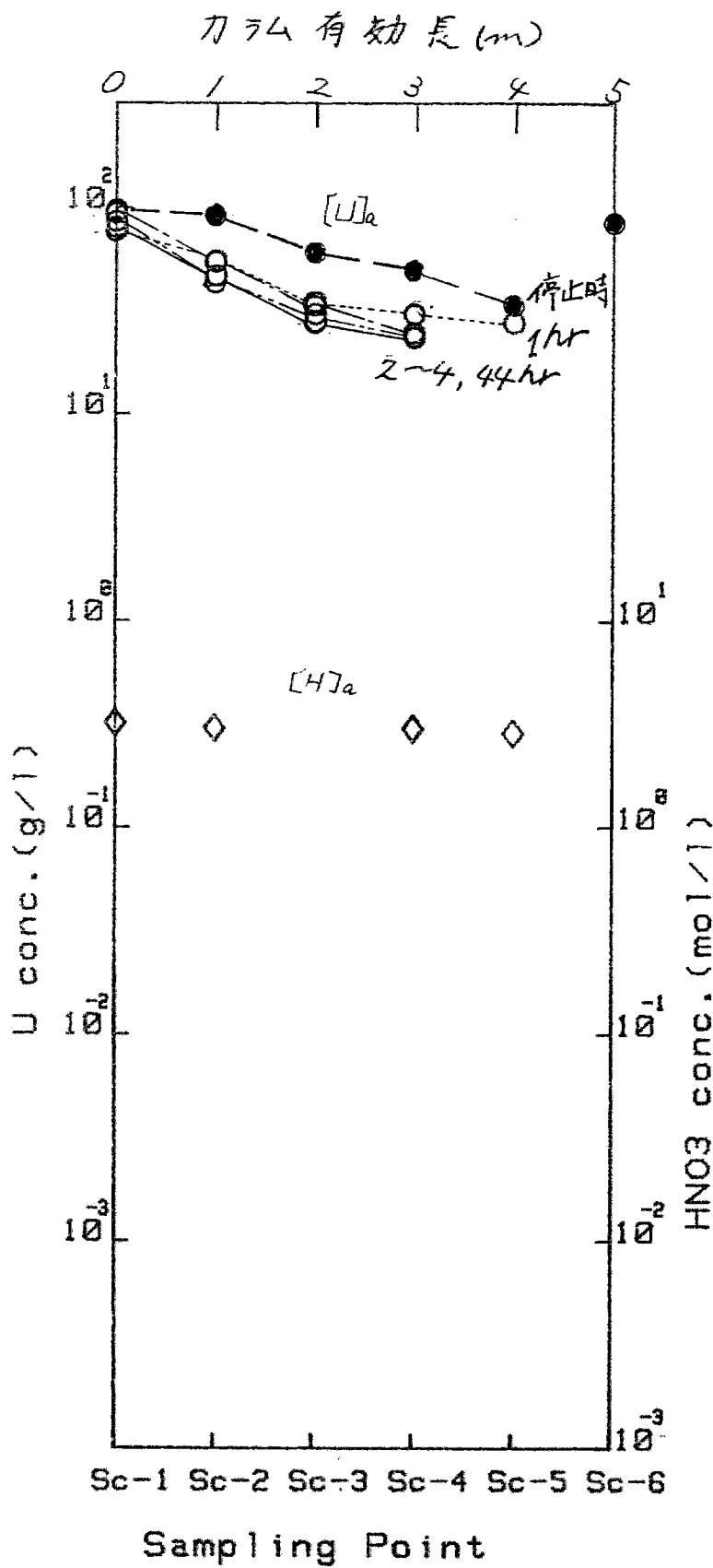


図2 停止放置後の刀内刀ヲム、
硝酸濃度 10% (洗淨刀ヲム)

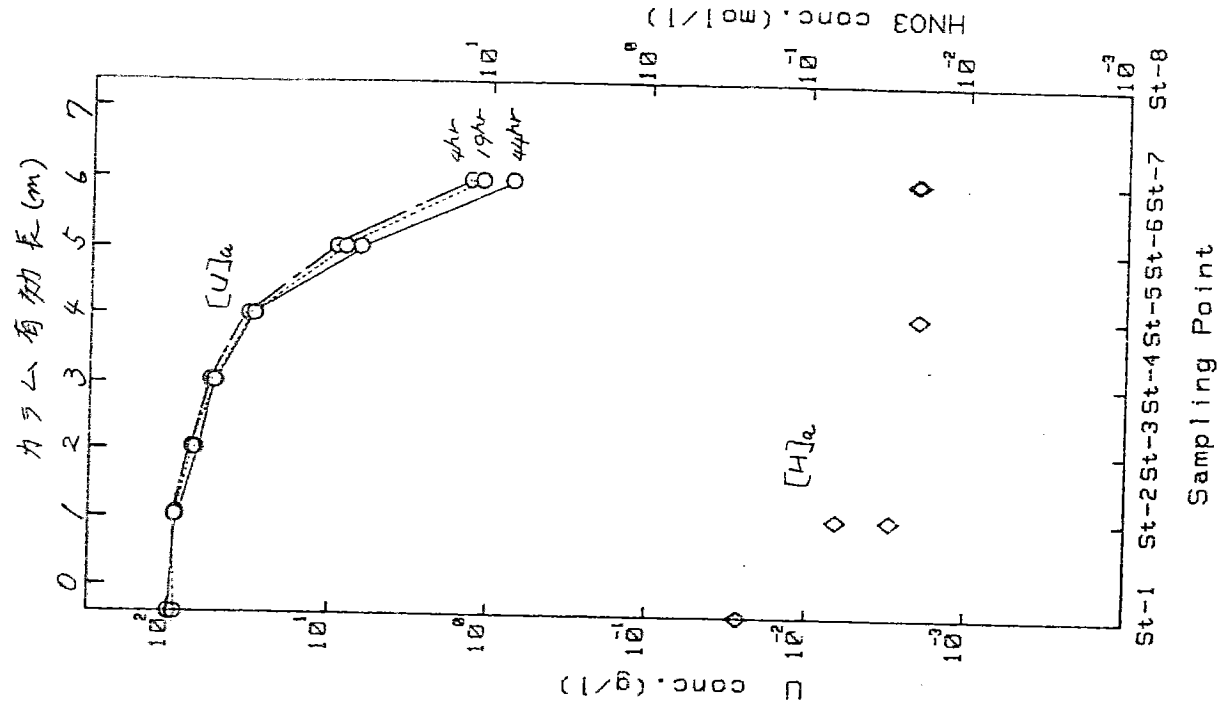
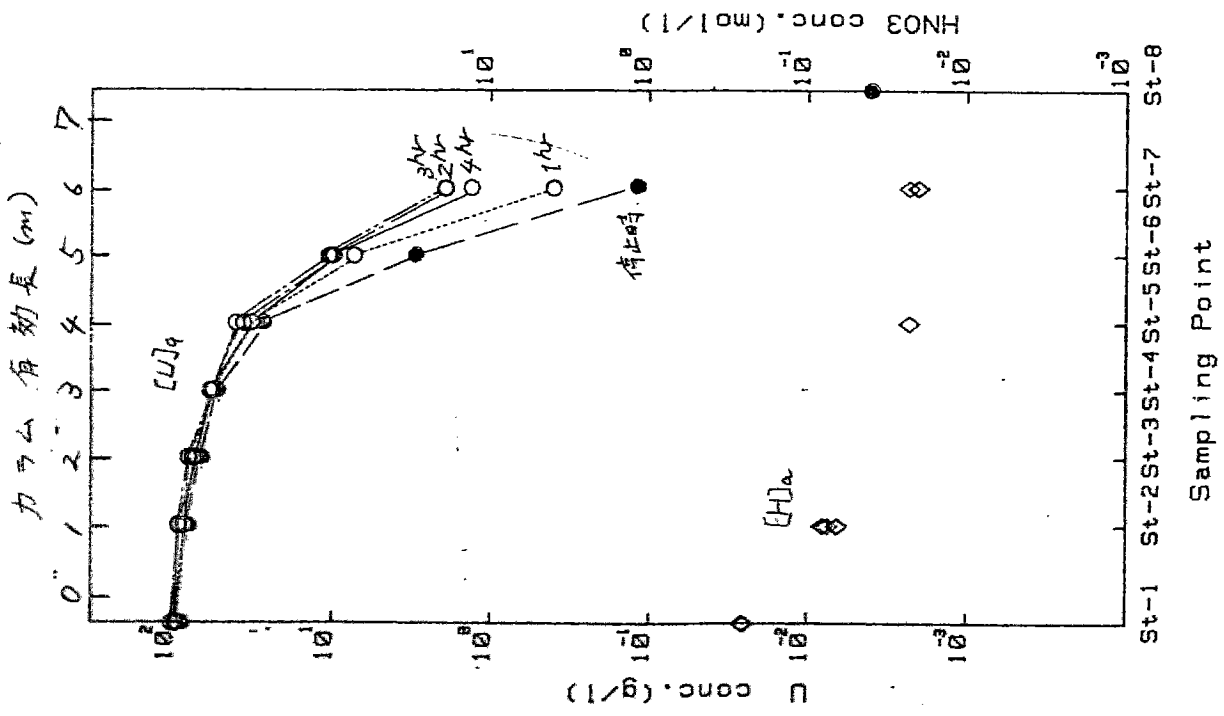


図3 停止設置後のカラム内ウラン、硝酸濃度プロファイル (逆相出力)

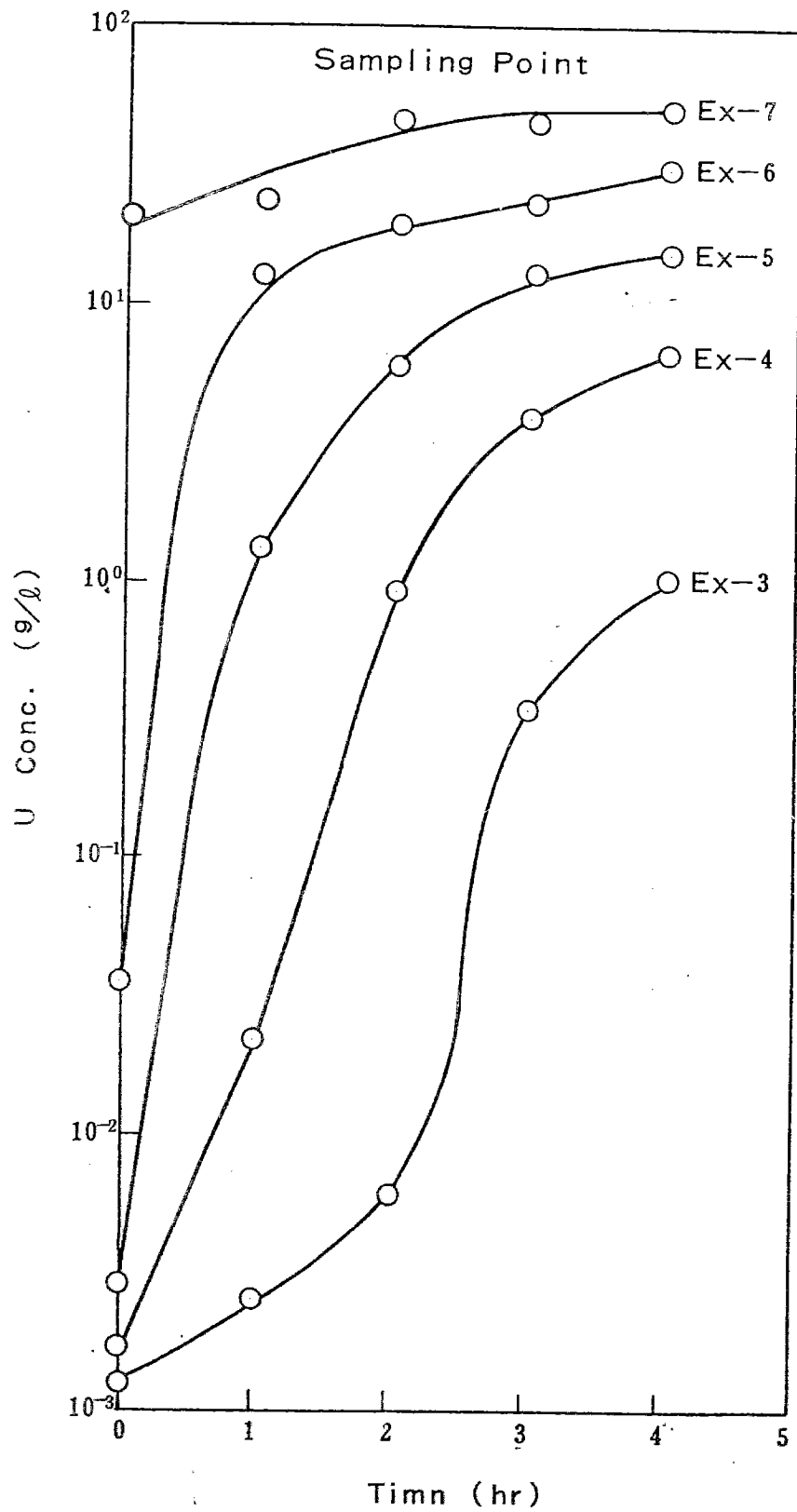


図4

抽出カラム停止・放置による濃度経時変化

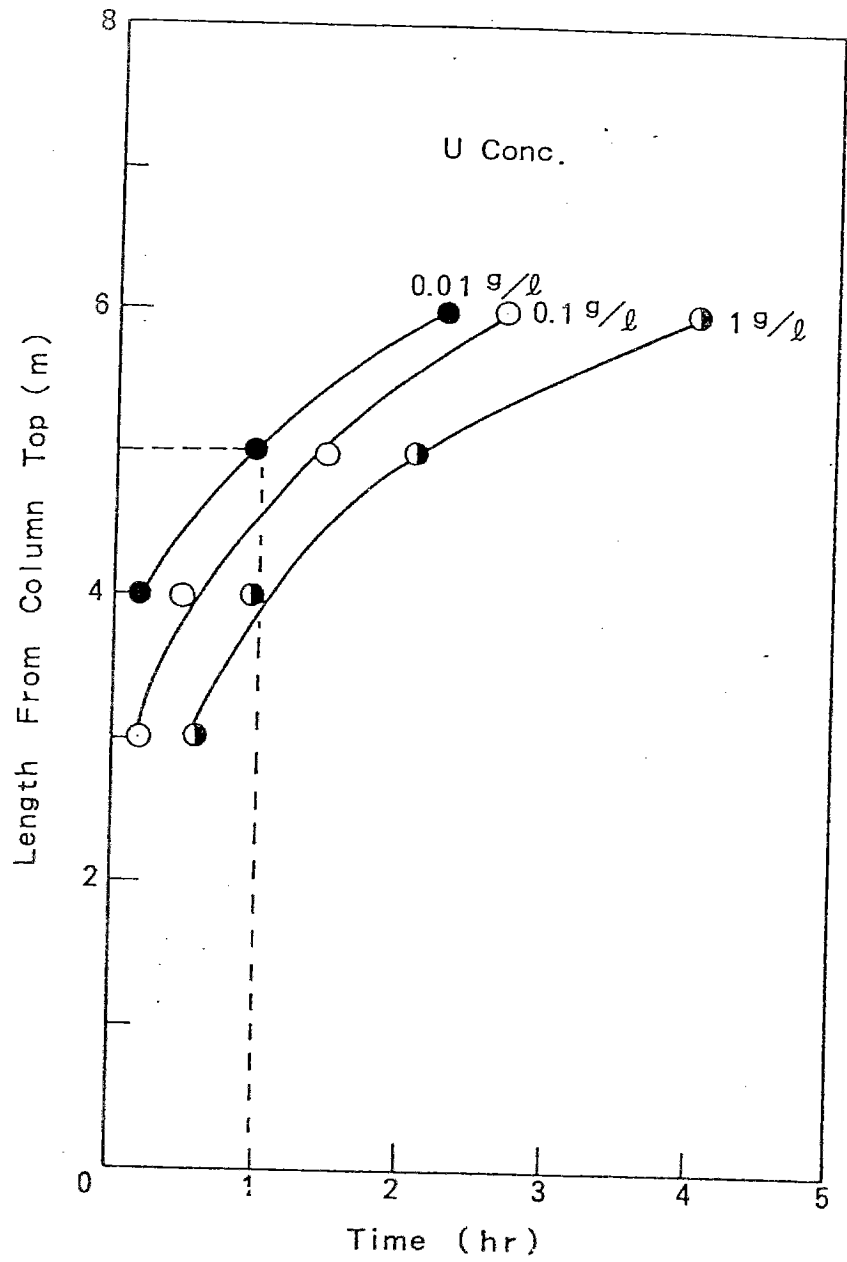


図5 ウラン濃度増加に要する時間

(b) 運転再開後の回復特性

運転再開で連続相だけを供給した場合の抽出、逆抽出カラム内濃度プロファイル変化を各々図6、7に示す。

抽出カラムの場合(図6)、3hr後に完全に運転停止時のプロファイルにまで回復した。これより2カラムボリューム相当(60ℓ/h×3h)の連続相フリーン溶媒を供給すれば、カラム内は停止時の状態にまで復帰する事がわかる。但し抽戻ウラン濃度は、カラム内が回復するにもかかわらず、約700^mg/lにまで増加している。図8よりこの現象は次のように説明される。

- a) 通常運転時にはカラム上部にあるウランが、放置によってカラム下部まで移行し均一化される。
- b) ここでカラム下部の油水界面の濃度差が大きくなり、抽戻へのウランが物質移動し、リークが生じる。
- c) さらに連続相のみの供給では、カラム内(有効抽出部)の溶媒置換によりウランは外に追出されるが、セトラ部内では置換が進まず、逆に水相側へのウランがリークし、濃度が上昇する。

逆抽出カラムの場合(図7)、抽出カラムからの有機相プロダクトのウラン濃度が時間とともに減少するため、1hr毎にプロファイルは下部へ移行する。

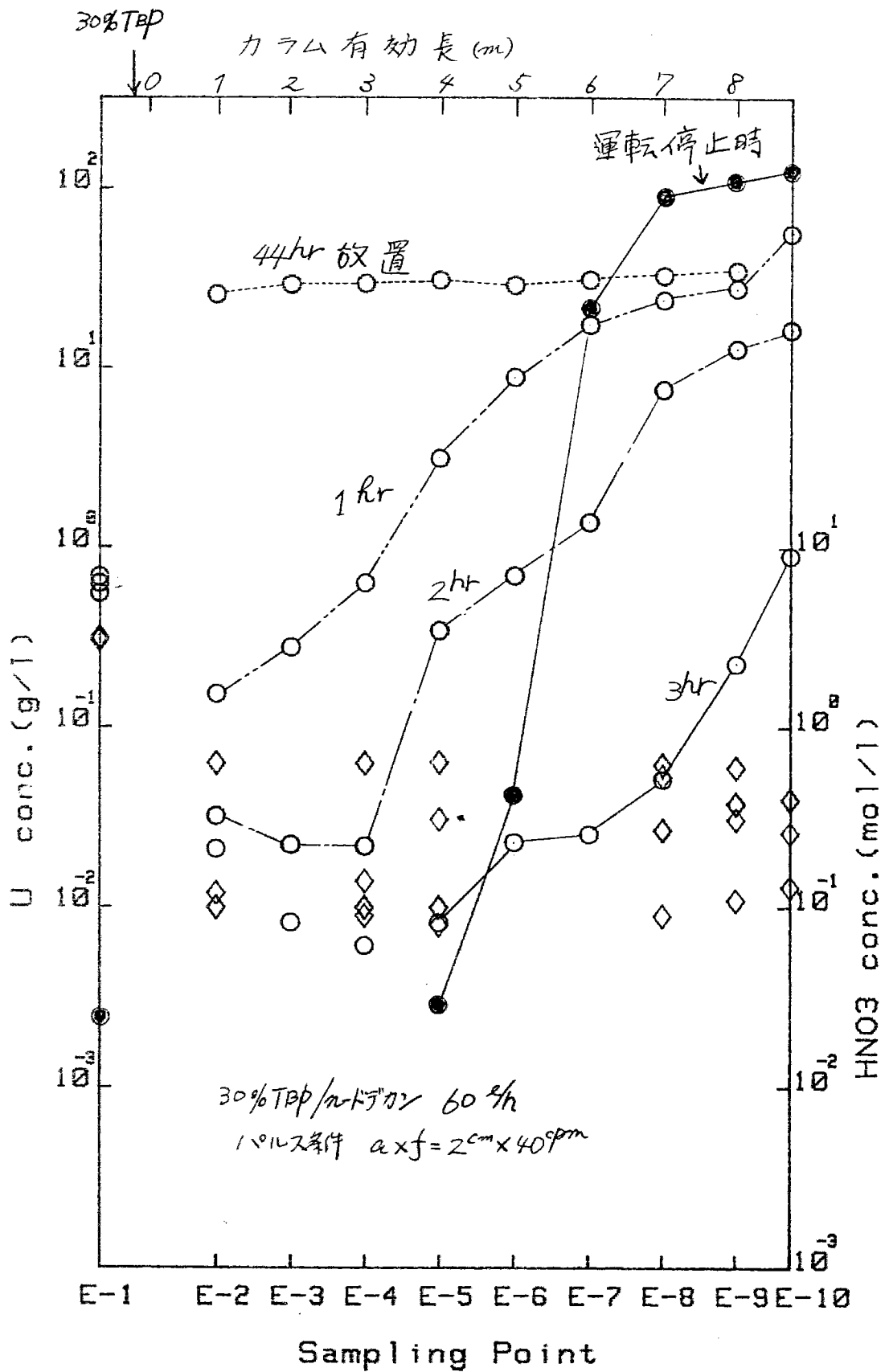


図6 抽出孔内 内ラン、硝酸濃度 ρ の回復状況

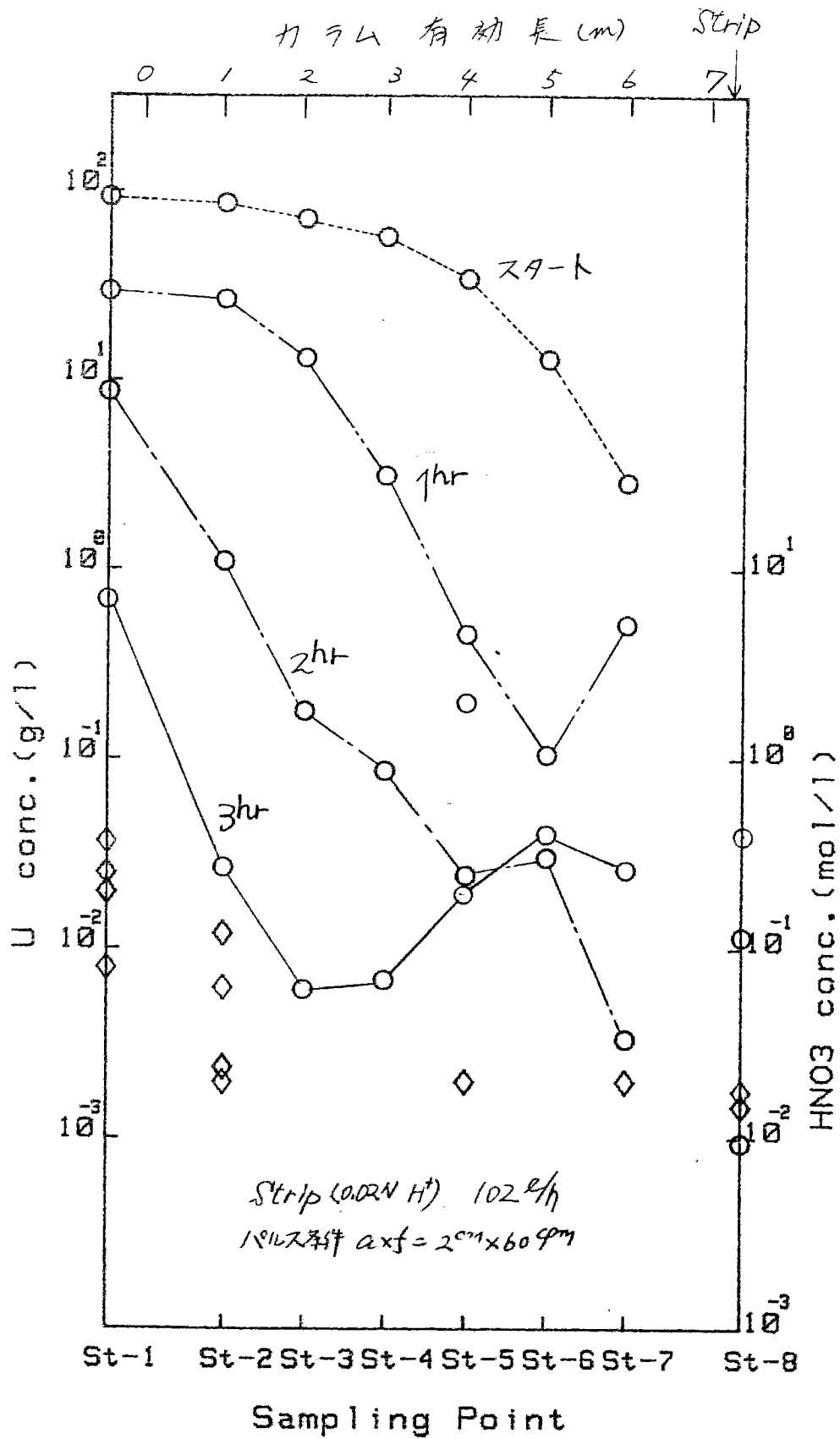
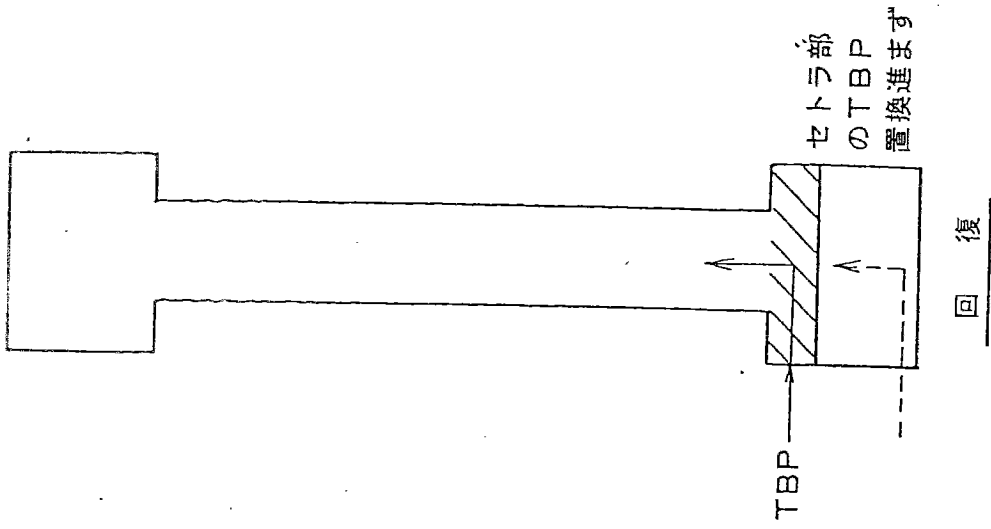
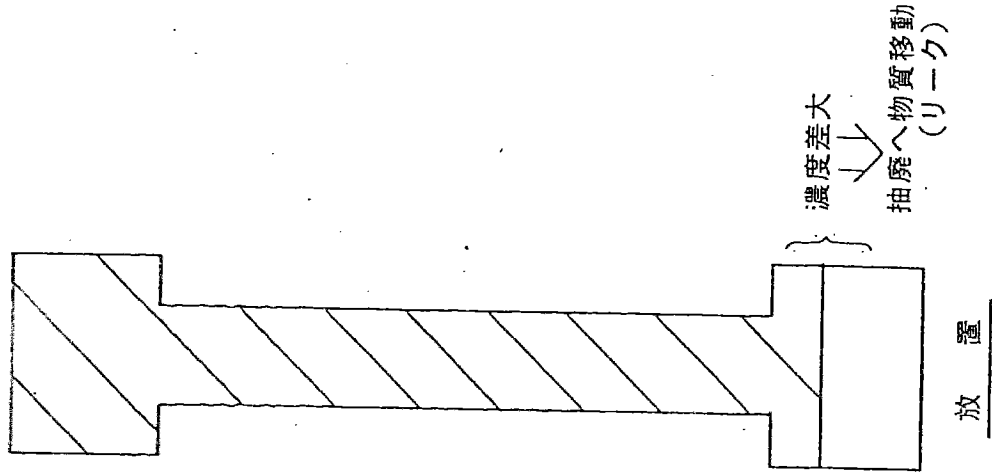
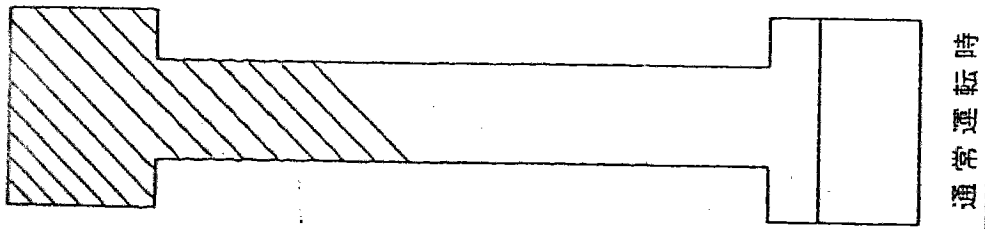


図7 逆抽出カラム内カラム、硝酸濃度
700%の回復状況



U: カラム下部に移行

カラム内(有効部)はTBPの置換, U追出し

図8 抽出カラム内濃度分布模式図

(2) 溶媒流量低下

外乱前後の抽出 - 洗浄カラム内濃度プロファイルを図9に、外乱時の抽出カラム内ウラン濃度経時変化と抽出 - 洗浄カラム出口ウラン濃度経時変化を各々図10, 11に示す。

外乱印加後、^{高濃}抽出カラムアロダクト及び洗浄カラムラファイネートのウラン濃度が上昇している。(図11)但し抽出廃液のリークについては、外乱印加5時間では全く影響がない。(図9)このうち抽出カラムアロダクトについては時間とともに差が小さくなるが、洗浄カラムラファイネート及び抽出カラム内については、試験中濃度上昇が続いている。また抽出カラム内のウラン濃度については、印加後2時間後にアロダクトがカラム下部側に移動し、(図10)約4~5時間後にアロダクト濃度が約130ppmと飽和に達し、アキミレーション特有のプロファイルとなった。(図9)

以上より溶媒の流量を約20%低下させ、溶媒のウラン取出し濃度を約90ppmから約110ppmまで増加させると外乱を与えた場合、約1~2時間で抽出カラム内ウラン濃度が上昇し、アキミレーションの兆候が現われることがわかる。

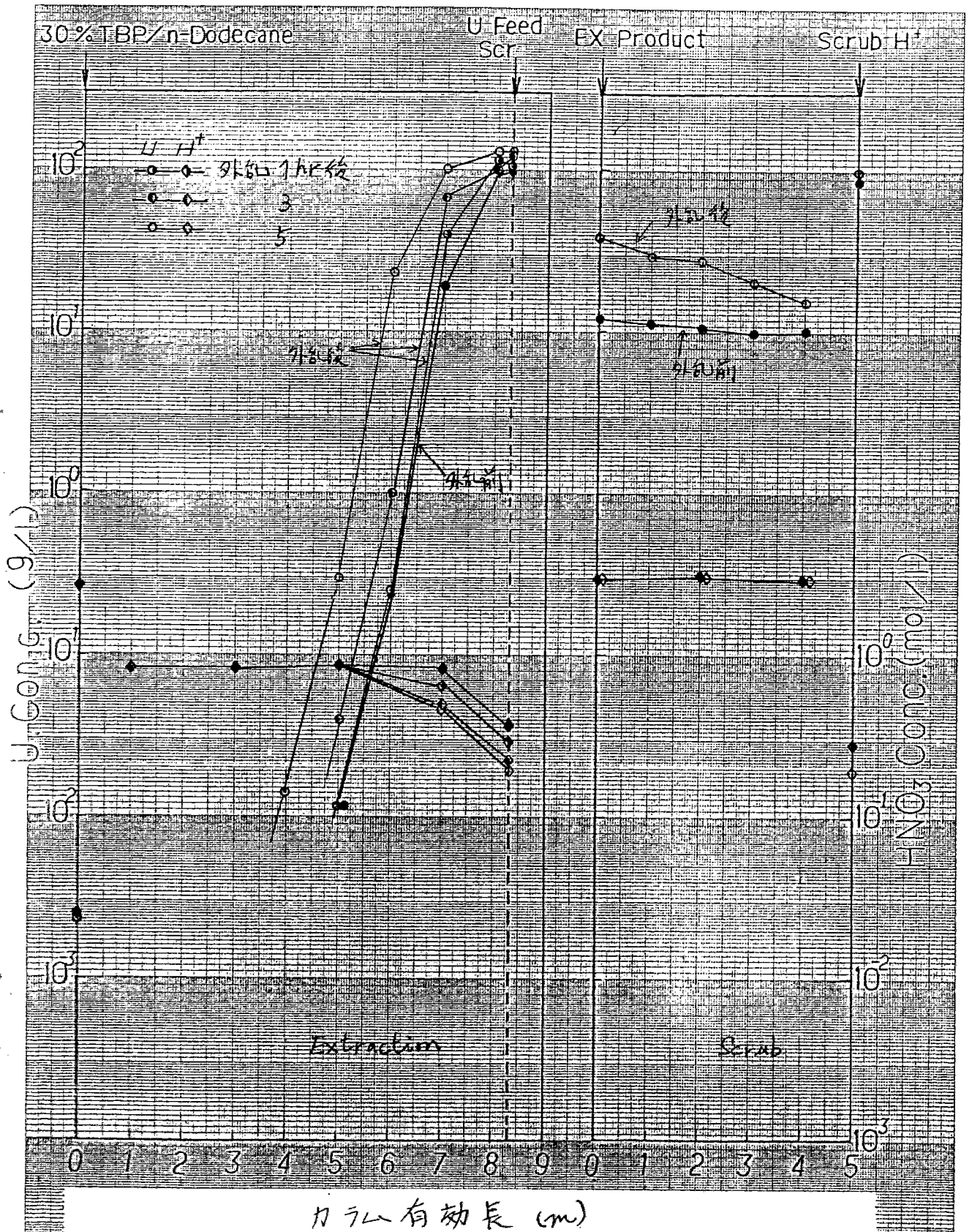


図9 外乱印加後の抽出, 洗浄カラム内ウラン, 硝酸濃度プロファイル

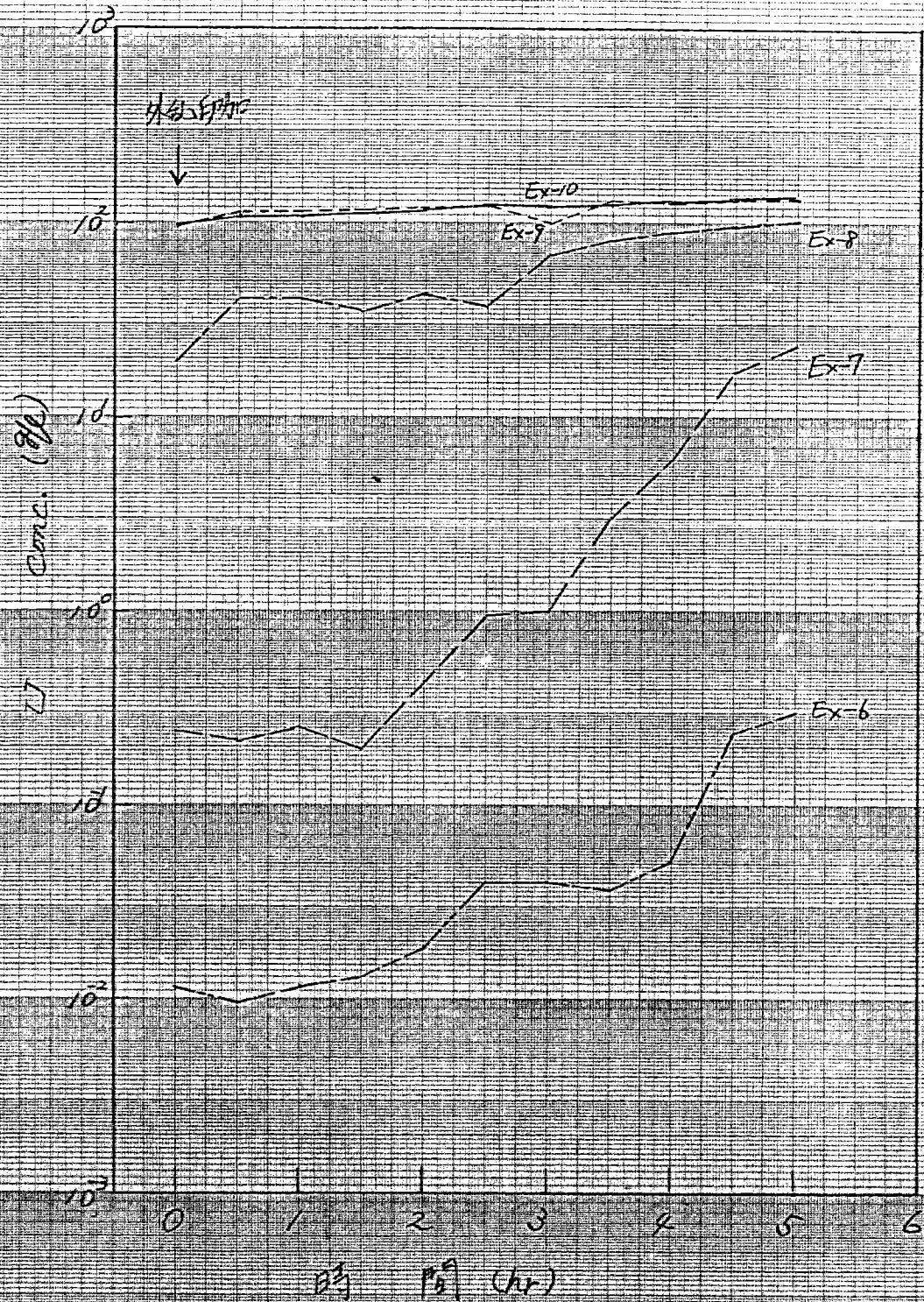


图10 抽出孔内砂浆浓度随时间的变化

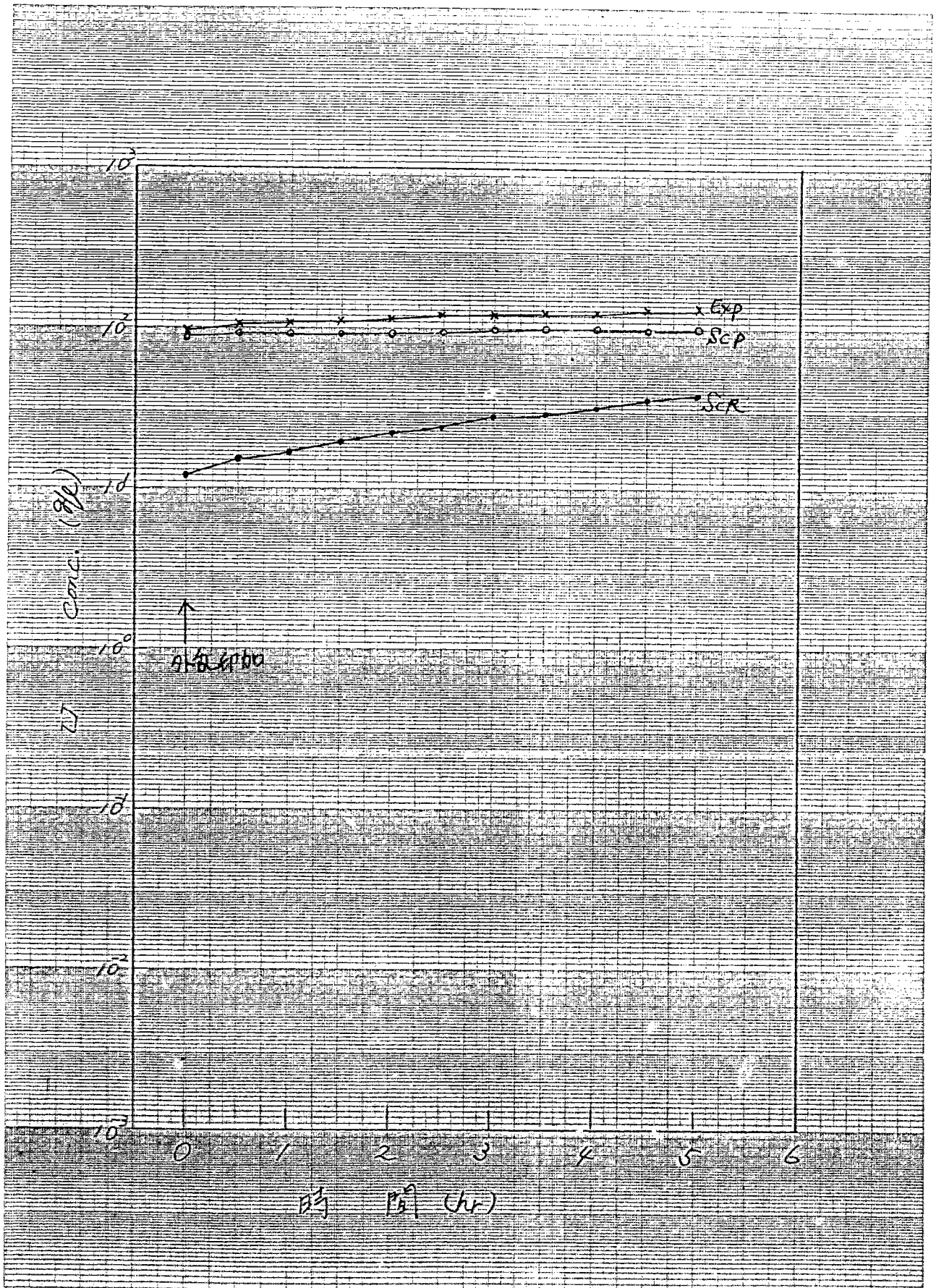


図11 抽出, 洗淨工程での濃度変化及び洗淨カラムラフイット

JIS A4 180mm×252mm 8 cycle ウラン濃度の経時変化

4 結論

パルスカラム抽出器の動特性として、

- ① 全停電を想定した停止外乱及び回復特性
- ② 運転条件の変動として溶媒流量低下に対する影響を調査し以下の知見を得た。

① 停止外乱及び回復特性

- 1) $10\text{mH} \times 10\text{cm}^3/\text{g}$ 抽出カラムでは、抽戻の許容ウラン濃度を 10mg/g とすると、全停 4hr まで影響がない。
- 2) 抽戻へのリークにつながる抽出カラム連続相の限界値を 10mg/g とすると (ロス率は 0.05% 以下)、放置許容時間は 1hr とするたためのカラム必要長さは約 5m である。
- 3) 放置によりウランが抽出カラム下部まで拡散しても、約 2 カラムボリュームの連続相 ($30\% \text{ TBP}$) 供給により、カラム内は停止時の状態に回復する。
(ウラン濃度 $\approx 0.1\text{mg/g}$)
- 4) 逆抽出カラムでは、カラム内の滞留液の影響により、停止 3hr までにはカラム上部で濃度が上昇する。

したが、ウラン回収の結果、明らかに付、だが、上記 3) の回復操作時は TBP の D-リング率が低下する。
($\text{D-リング率} = \frac{\text{D-リング中の FP 含有量}}{\text{D-リング中の FP 含有量} + \text{D-リング中の FP 含有量}}$)
DF は低下する。したがって、この場合も洗淨カラムへの洗淨液の供給は必要と判断される。

② 落媒流量低下

① 落媒の流量を約 20% 低下させ、落媒中ウラン取出し

濃度を約 90 g/l から約 110 g/l まで増加させた場合、
(洗研機 70 g/l 外濃度)

約 1 ~ 2 時間で抽出カラム内のウラン濃度が増加し、

アキミレーショソの兆候が現われる。

5 今後の評価項目

プロセス条件の異常外乱に対するレスポンス特性について、定規模相当の装置によつて評価すべき項目を表2に示す。運転制御方法を確立する上で必要な評価項目を主として、

①変動の許容巾、許容時間

②次の定常状態に落ちつくまでの過渡時間

③周辺機器類の応答性

に大別される。また主として周辺機器について予想される異常の要因を表3に示す。これらの中には運転方法、機器の制御精度との関連で起こり得るものもあり、62年度以降引き続き検証していく必要がある。

表2 プロセス条件の異常外乱

異常外乱の種類	加工上評価項目	周辺装置への影響評価
1 流量比(A/B)増大 (溶媒飽和度大)	抽出力ムアノミレーションに 至るまでの許容時間, 増加中	送液系内の応答性 (循環排出し系)
2 流量変動	許容変動力 収の定常までの過渡時間	送液系内の応答性 (循環排出し系)
3 不溶解物の混入	(カラム内 濃度プロファイル変化)	付着カラムの梁兩排出への影響 梁兩カラム等の検知及び排出し装置の応答性
4 温度変化	カラム内 濃度プロファイル変化 (抽出系)	—
5 バルブ条件変動 (停止)	変動(停止)許容時間 次の定常までの 過渡時間	梁兩排出及び心 連動の重畳 排出し系の応答性
6 分散状態の悪化 (目皿カラム内変化)	カラム内 濃度プロファイル変化 悪化時の 必要塔長	—
7 全面停止と回復	停止許容設置時間 回復手段 カラム内濃度プロファイル変化 過渡時間(連続し)	—

表3

周辺機器の予想n子異常要因

周辺機器	異常要因 (現象)
バルブ	電磁弁への泥水混入 材質劣化 (耐蝕性)
エアリフト	計装空気配管の閉塞, 空気流量低下 界面連動バルブ間送液における定量供給性低下 差圧検知部 (DPCIL) 故障 オリフイス閉塞
減圧式重液 抜き	真空系の異常 (真空ホア故障) 差圧検知部 (DPCIL) 故障 計装空気配管の閉塞, 空気流量低下 オリフイス閉塞 界面検出器との連動で応答遅れ
界面検出 (気泡式)	差圧検知部 (DPCIL) 故障 界面バルブの影響 計装空気配管の閉塞, 空気流量低下

資料

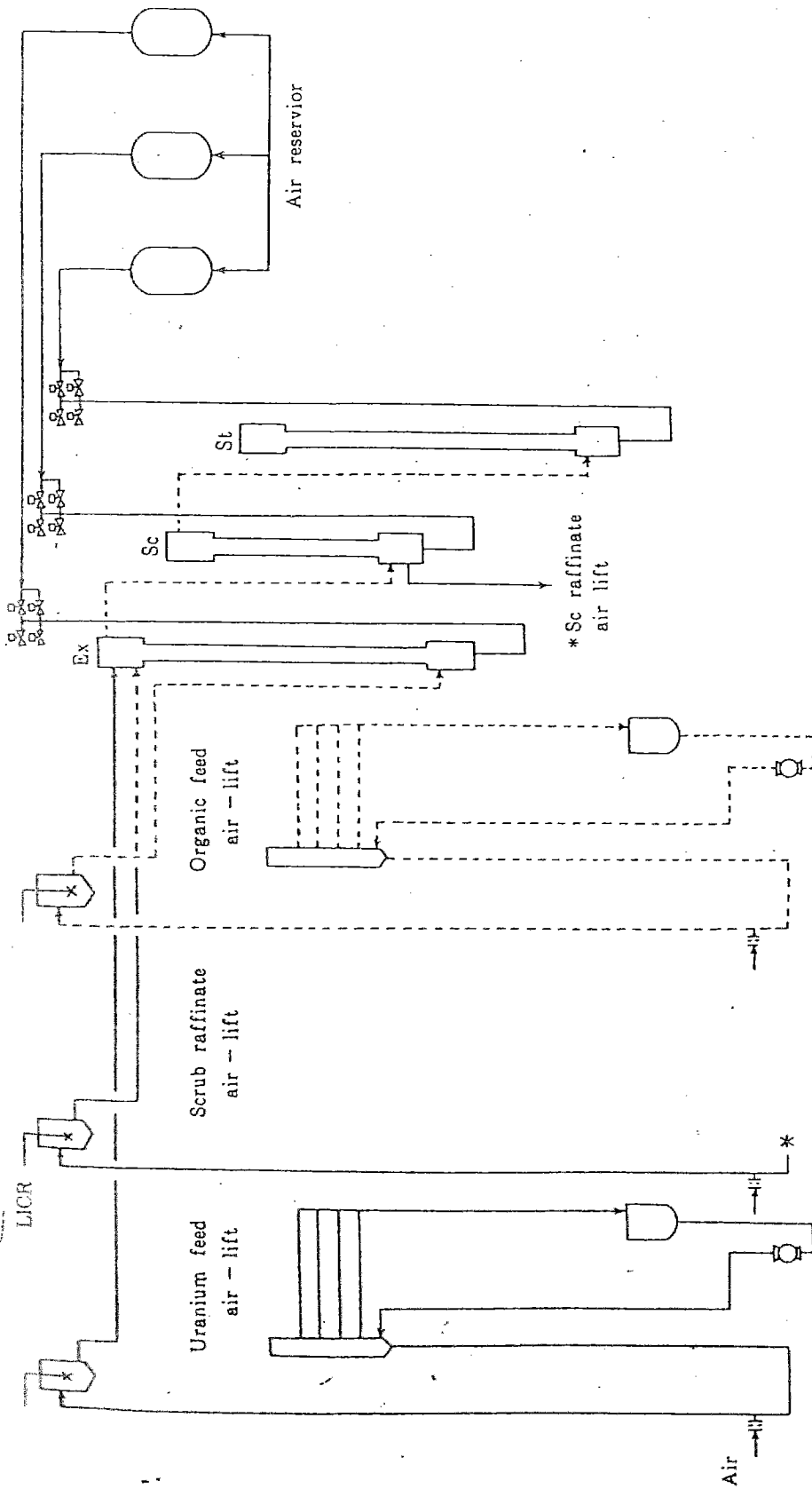
- A. 試験装置
- B. 試薬調整
- C. 運転方法及びサンプルリニア
- D. 分析方法
- E. 分析結果

A. 試験装置

パルスカラム抽出試験装置(II)の概略系統図を ^{図A-1} に、各パルスカラムの主な仕様を ^{表A-1} に、また主要部の長さや分析サンプル採取孔の位置を ^{図A-2} に示す。

抽出カラムへの給液(ウラン原液、30% TBP/n-ドデカン液及び洗浄廃液)は全てエアリフトを使用した。また、抽出カラムと洗浄カラム及び洗浄カラムと逆抽出カラム間の有機相は、重力流方式で送液し、スクラブ液(3 M硝酸)とストリップ液(0.02 M硝酸)は機械式の定量ポンプで給液した。

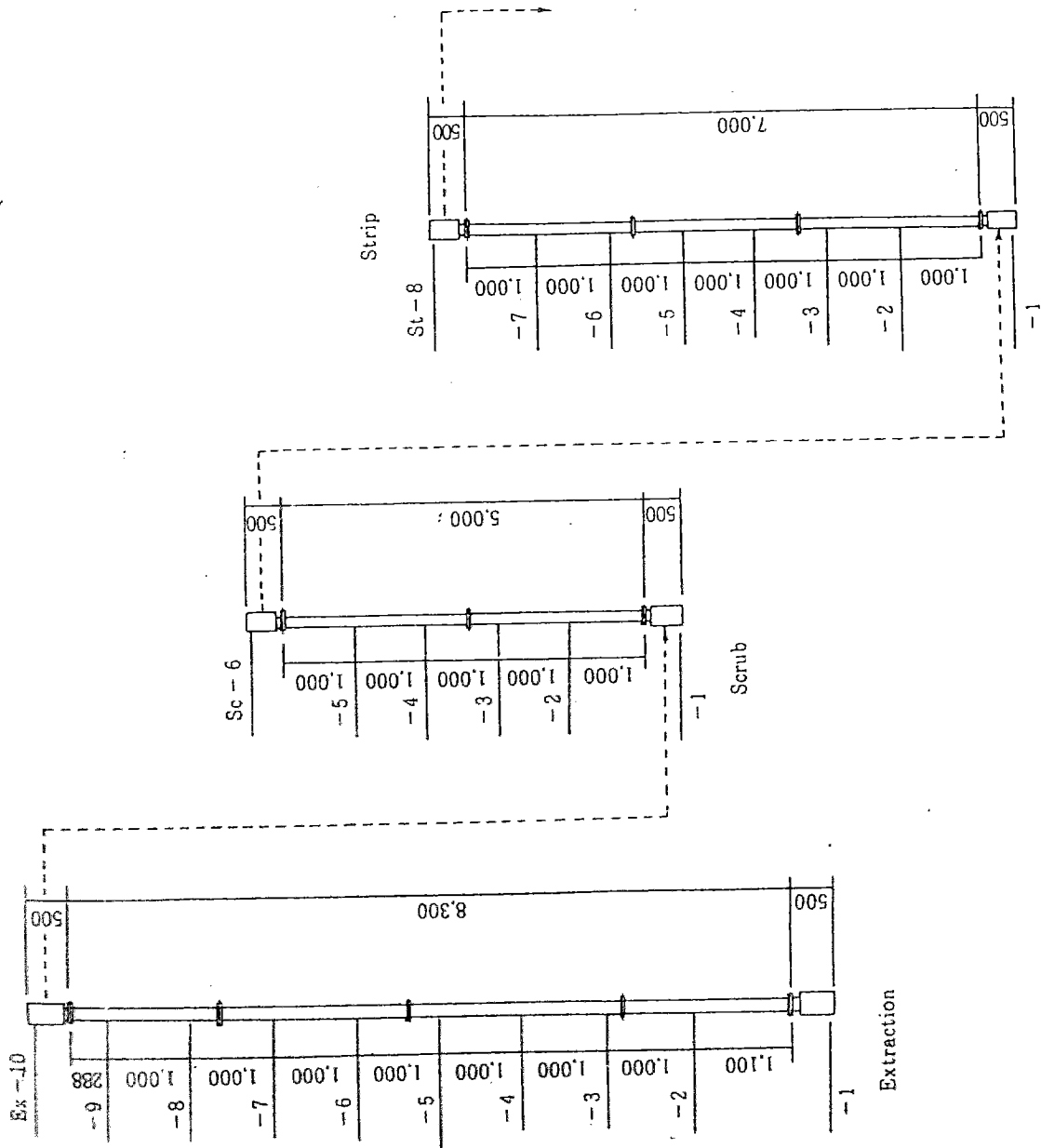
各カラムのパルシングは、それぞれ独立した圧空式パルサーにより行っている。



图A-1 钼及有机抽出装置概略图

表 A-1 パルスカラム装置(Ⅱ)仕様

	抽出	洗浄	逆抽出
1. 本体			
① 有効抽出部			
長寸 [cm]	830	500	675
径 [cm]	100A SCH 10S	80A SCH 40S	100A SCH 10S
② 目皿			
開孔率 [%]	23	23	23
孔径 [mm]	3	3	3
厚寸 [mm]	2	2	2
枚数 [-]	166	100	135
材質	SUS 304	SUS 304	SUS 304
③ セラ部			
長寸 [cm]	40	40	40
径 [cm]	200A SCH 10S	200A SCH 10S	200A SCH 10S
④ エアバルブ			
変換弁	3方弁	3方弁	3方弁
⑤ エアジョ			
規格 [M]	厚液用 14.6	scr液用 14.6	溶媒用 14.9
規格管径 [cm]	1.49	0.81	1.49



図A-2 ねじ高さと「ポリマー」の位置

B

試薬調整

本試験で使用する給液のうち、ウラン原液、30v/o TBP/n-ドデカン液の調整方法について述べる。

a) ウラン原液

ウラン原液は、前試験で得た、逆抽出プロダクト液を蒸発濃縮して、調整可能なウラン濃度及び酸濃度にした後、目的とする濃度・容量に対して硝酸及び純水の必要量を加えリサイクルする。

b) 30% TBP/n-ドデカン液

30% TBP/n-ドデカン液は、前試験で得た逆抽出ラフィネート(廃溶媒)を5%炭酸ナトリウム水溶液によるアルカリ洗浄操作で、ウラン濃度約1mg/Lまで落とし、さらに約0.5Mの硝酸による酸平衡を取った後、次回の試験で使用している。

C 運転方法及び「アンプリング」

① 運転方法

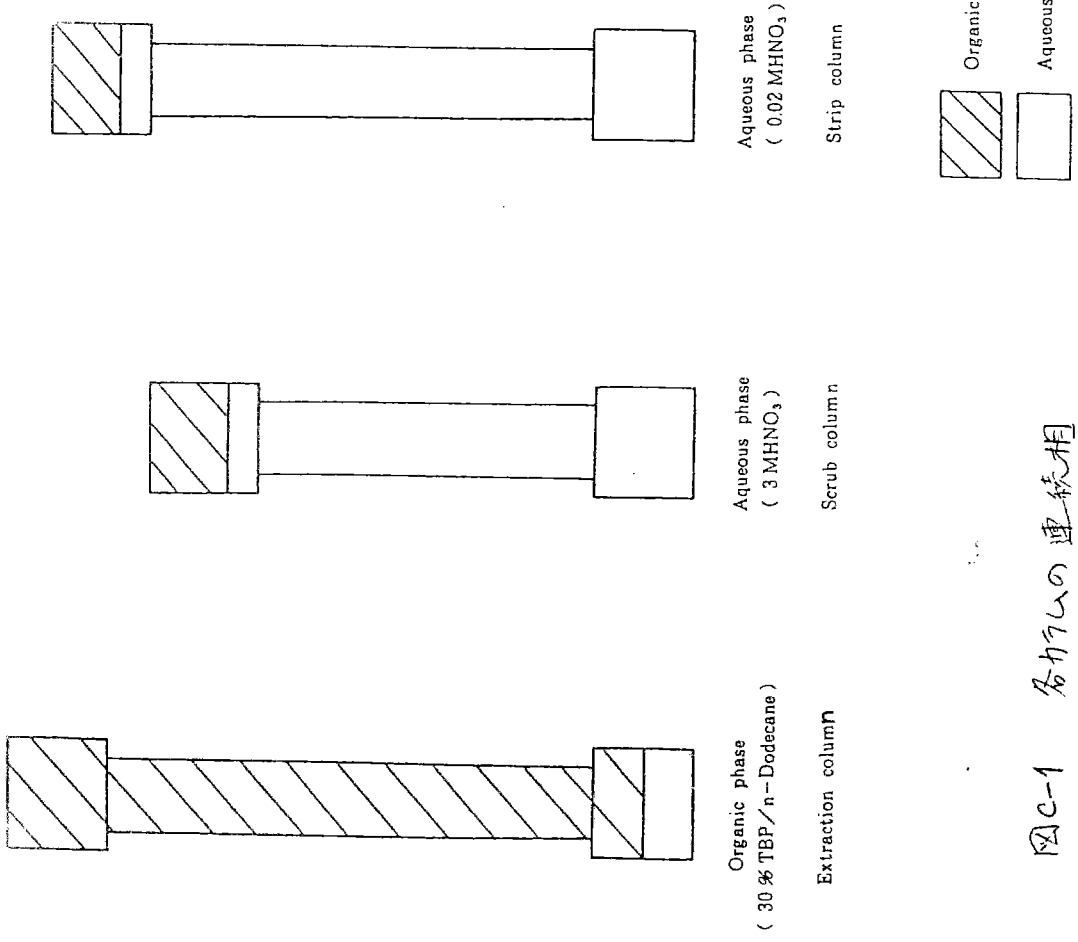
通常試験における運転方法を以下に示す。連続相は、^{図C-1}に示す液系を使用し、試験は室温で行う。(但し逆抽出カラムについては、カラム内を約50~55℃に加熱している。

- a) 各カラムに連続相を張り、所定のパルスを印加する。
- b) 各カラムへの給液を開始する。
- c) 原液供給開始時を試験開始とし、所定時間毎にサンプリング、流量、液温度のチェック及びカラムのサイトガラスよりカラム内分散状態の観察等を行う。
- d) 最終サンプリング後、原液、洗浄液、洗浄廃液の供給を停止する。分散相が無くなった時点で抽出、洗浄カラムのパルサーを停止する。
- e) 溶媒のみ引き続き2^分程供給し、抽出カラム内の溶媒を置換する。
- f) 抽出カラム上部から出る含ウラン溶媒は、^(カラムボトム)洗浄カラムを通さず、直接逆抽出カラムに送り、ストリップ液により溶媒中のウランを逆抽出させる。
- g) 溶媒の供給を停止し、抽出カラムは、置換溶媒を張り込んだ状態にしておく。
- h) 洗浄カラムへ、スクラブ液(または純水)を供給し、洗浄カラム上部セトラ内の残溶媒を逆抽出カラムへオーバーフローさせる。
- i) 逆抽出カラム内に分散相が無くなった時点で逆抽出カラムのパルサーを^止停止する。逆抽出カラム上部セトラ内の残溶媒を完全に追い出し後、ストリップ液の供給を停止する。
- j) 洗浄、逆抽出カラム内の水相を精ウラン槽に落とした後、純水を約⁵分、両カラム内に供給してクリーニングを行う。
- h) 次の試験は再びa)~j)を繰り返す。

② サンプリング

分析サンプルは、各カラムのサンプリングノズルからサンプリングチューブ(テフロン製、内径2mm)を経てサンプリングボックスで一括採取する。サンプル量は、両相のホールドアップ量等を考慮し約30ml*とした。

まず、各サンプリングチューブ内の残液(最大で約30ml)を除去するために、約20秒(約30ml)液を抜いた後にサンプリングを行った。



図C-1 各相の連続相

D 分析手法

各試験に共通の分析手法を以下に示す。

a) ウラン濃度分析

ウラン濃度が約 1g/l を超えるサンプルに対しては γ 線スペクトロメトリによるウラン濃度分析法を採用し、約 1g/l のサンプルに対しては、全 α 線測定によるウラン濃度分析法を採用した。

i) γ 線スペクトロメトリ

サンプルビンより試料を 10ml 分取し、測定セルへ移入、セットし、NaI γ 線検出器によりウラン濃度を測定する。

ii) α -分析法

試料をサンプルビンより一定量 SUS 製試料皿に滴下し、ホットプレート及び赤外線ランプにて加熱し乾固させる。

乾固させた試料は、ZnS シンケレーション検出器でウラン濃度を測定する。

b) フリー硝酸分析

試料 $1\sim 2\text{ml}$ を採取し、 30% 硫酸アンモニウム水溶液を約 5ml 加え、ウランのマスクング^註を行う。

その後、純水で全量を約 50ml に希釈し、水酸化ナトリウム水溶液で中和滴定してフリー硝酸濃度を定量する。

註) 硝酸アンモニウムで、錯体を形成させることにより、ウランと結合している硝酸根を中和滴定対象から外す。

E 分析結果

表 E-1 (1/3) 分析結果 (停止外取)

Column	Extraction Column
--------	-------------------

Time	1 (24h)		2 (7h4)		3 (2hr)		4 (3hr)		5 (9hr)		6 (19hr)		7 (44hr)	
	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)
E - 10	1.2×10^2	0.24												
E - 9	1.9×10^2	0.21	1.14×10^2	0.24	8.8×10^1	0.30	8.2×10^1	0.35	8.6×10^1	0.41	5.8×10^1	0.56	5.07×10^1	0.56
E - 8	9.35×10^1	0.47	6.89×10^1	0.46	7.07×10^1	0.52	6.78×10^1	0.48	6.10×10^1	0.52	4.93×10^1	0.57	4.43×10^1	0.58
E - 7	2.11×10^1	0.79	2.47×10^1		4.6×10^1		4.32×10^1		5.00×10^1		4.65×10^1		3.78×10^1	
E - 6	3.73×10^2		1.47×10^1		1.99×10^1		2.30×10^1		3.03×10^1		3.49×10^1		3.10×10^1	
E - 5	3.10×10^3	0.87	1.32×10^3	0.86	6.45×10^2	0.79	1.33×10^1	0.76	1.50×10^1	0.73	2.36×10^1	0.69	2.69×10^1	0.66
E - 4	1.70×10^3	0.86	2.15×10^2	0.87	9.04×10^1	0.84	3.8×10^0	0.81	6.72×10^0	0.80	1.95×10^1	0.70	2.40×10^1	0.69
E - 3	1.30×10^3		2.69×10^3		6.15×10^3		3.51×10^1		1.01×10^2		1.48×10^1		2.29×10^1	
E - 2	3.80×10^3	0.80	2.50×10^3	0.79	7.50×10^3	0.74	7.30×10^3	0.67	6.15×10^2	0.79	1.14×10^1	0.72	1.87×10^1	0.72
E - 1	2.50×10^3	2.95	1.34×10^3	3.15	1.00×10^3	3.06	1.00×10^3	3.16	1.00×10^3	3.04	2.92×10^2	3.08	1.92×10^1	3.07

105

表 E-1 (2/3) 分析結果 (停止外括)

Column	Scrub	Column
--------	-------	--------

Time	1 (2hr)		2 (1hr)		3 (2hr)		4 (3hr)		5 (4hr)		6 (19hr)		1 (44hr)	
	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)
Sc - 6	8.5 x 10 ¹	0.20												
Sc - 5	3.38 x 10 ¹	3.00	2.79 x 10 ¹	2.86	(9.13 x 10 ¹)	(0.23)	(9.63 x 10 ¹)	(0.21)	(9.86 x 10 ¹)	(0.20)	(9.08 x 10 ¹)	(0.18)	(8.95 x 10 ¹)	(0.20)
Sc - 4	4.82 x 10 ¹	2.98	3.06 x 10 ¹	2.97	2.40 x 10 ¹	2.98	2.48 x 10 ¹	3.01	2.35 x 10 ¹	3.03	2.27 x 10 ¹	2.92	3.41 x 10 ¹	2.28
Sc - 3	6.11 x 10 ¹		3.52 x 10 ¹		3.08 x 10 ¹		3.34 x 10 ¹		2.85 x 10 ¹				2.71 x 10 ¹	
Sc - 2	9.03 x 10 ¹	3.12	5.57 x 10 ¹	3.03	4.72 x 10 ¹	3.02	5.45 x 10 ¹	3.01	4.69 x 10 ¹	3.01	2.79 x 10 ¹	2.90	4.23 x 10 ¹	2.86
Sc - 1	1.03 x 10 ²	3.31	7.80 x 10 ¹	3.22	8.63 x 10 ¹	3.18	9.34 x 10 ¹	3.18	8.08 x 10 ¹	3.18	4.50 x 10 ¹	2.97	7.59 x 10 ¹	3.22

() : Org. phase

表 E-1 (3%) 分析結果 (停止外乱)

Column	Strip	Column
--------	-------	--------

Time	1 (24-hr)		2 (1hr)		3 (2hr)		4 (3hr)		5 (4hr)		6 (19hr)		1 (44hr)	
	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)
St-8	4.20×10^3	6×10^3												
St-7	1.12×10^1	0.018	3.98×10^1	0.020	1.95×10^0	0.023	1.91×10^0	0.020	1.33×10^0	0.020	1.13×10^0	0.021	7.37×10^1	0.020
St-6	2.89×10^0		7.31×10^0	0.021	1.06×10^1		1.01×10^1	0.022	9.78×10^0	0.025	8.15×10^0		6.59×10^0	
St-5	2.10×10^1	0.018	3.20×10^1		4.00×10^1	0.023	3.57×10^1		3.21×10^1		3.02×10^1	0.020	3.05×10^1	0.020
St-4	5.10×10^1	0.018	5.58×10^1	0.020	5.84×10^1	0.023	5.74×10^1	0.023	5.56×10^1	0.025	5.17×10^1	0.020	5.32×10^1	0.020
St-3	6.61×10^1		7.90×10^1		7.43×10^1		7.83×10^1		7.09×10^1		7.13×10^1		6.87×10^1	
St-2	8.07×10^1	0.069	8.21×10^1	0.080	8.50×10^1	0.075	9.05×10^1	0.065	9.16×10^1	0.065	9.21×10^1	0.065	9.05×10^1	0.030
St-1	8.66×10^1	0.26	9.32×10^1	0.26	9.24×10^1	0.26	9.95×10^1	0.25	9.49×10^1	0.26	9.08×10^1	0.26	9.85×10^1	0.27

表 E-2 (1a) 分析結果 (回復特性)

Column	Extraction Column
axi	60 l/h 20 mm x 40 cpm

Time	1 (79-t)		2 (1/4)		3 (2hr)		4 (3hr)		5 ()		6 ()	
	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)
E - 10			5.15×10^1	0.26	1.65×10^1	0.40	9.06×10^{-1}	0.13				
E - 9	3.48×10^1	0.60	2.19×10^1	0.31	1.29×10^1	0.38	2.27×10^{-1}	0.11				
E - 8	3.26×10^1	0.62	2.40×10^1	0.54	7.63×10^0	0.27	5.17×10^{-2}	0.090				
E - 7	3.09×10^1		1.75×10^1		1.39×10^0		2.56×10^{-2}					
E - 6	2.88×10^1		8.92×10^0		6.99×10^{-1}		2.31×10^{-2}					
E - 5	3.07×10^1	0.64	3.15×10^0	0.31	3.46×10^{-1}	0.10	8.26×10^{-3}	0.080				
E - 4	2.93×10^1	0.63	6.36×10^{-1}	0.14	2.19×10^{-2}	0.10	6.15×10^{-3}	0.090				
E - 3	2.89×10^1		2.79×10^{-1}		2.23×10^{-2}		8.26×10^{-3}					
E - 2	2.54×10^1	0.63	1.54×10^{-1}	0.12	3.23×10^{-2}	0.10	2.11×10^{-2}	0.10				
E - 1	6.86×10^1	3.14	6.35×10^1	3.13	5.54×10^1	3.14	6.28×10^{-1}	3.03				

表 E-2(2/2) 分析結果 (回復特性)

Column	Strip Column
axf	102 e/h / 60%h
Feed	20 mm x 60 cpm
	Ex product

Time	1 (29-)		2 (1hr)		3 (2hr)		4 (3hr)		5 ()		6 ()	
	U (e/1)	H (N)	U (e/1)	H (N)	U (e/1)	H (N)	U (e/1)	H (N)	U (e/1)	H (N)	U (e/1)	H (N)
St- 8			1.17×10^{-2}	0.018	1.00×10^{-3}	0.015	1.00×10^{-3}	0.015				
St- 7	2.89×10^0	0.020	5.19×10^{-1}		6.34×10^{-3}		2.63×10^{-2}					
St- 6	1.30×10^1		1.07×10^1		3.05×10^{-2}		4.05×10^{-2}					
St- 5	3.44×10^1	0.020	4.61×10^1		2.46×10^{-2}		2.01×10^{-1}					
St- 4	5.12×10^1	0.033	3.16×10^0	0.020	8.176×10^{-2}	0.020	6.92×10^{-3}	0.020				
St- 3	7.12×10^1		1.32×10^1		1.81×10^{-1}		6.15×10^{-3}					
St- 2	8.58×10^1	0.12	2.69×10^1	0.063	1.11×10^0	0.024	2.69×10^{-2}	0.020				
St- 1	9.27×10^1	0.25	2.97×10^1	0.37	8.97×10^0	0.20	6.97×10^{-1}	0.080				

表 E-3 (1/2) 分析結果 (溶解媒流量以下)

Column	Extraction Column		U	262 g/l	Solvent	U	< 10 mg/l
	A / O	21.2 (4178) l/h / 49.5 l/h					
axl	20 mm x . . . cpm						

Time	1 (9.60 hr)		2 (19.5L / 0.5 hr)		3 (1 hr)		4 (1.5 hr)		5 (2.0 hr)		6 (2.5 hr)	
E - 10	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)
E - 9	9.79 x 10 ¹	0.34	1.05 x 10 ²	0.32	1.08 x 10 ²	0.29	1.13 x 10 ²	0.27	1.18 x 10 ²	0.26	1.23 x 10 ²	0.24
E - 8	9.51 x 10 ¹	0.35	1.13 x 10 ²		1.13 x 10 ²		1.14 x 10 ²		1.22 x 10 ²		1.23 x 10 ²	
E - 7	1.96 x 10 ¹	0.84	4.05 x 10 ¹	0.70	4.05 x 10 ¹	0.65	3.49 x 10 ¹	0.65	4.26 x 10 ¹	0.62	3.61 x 10 ¹	0.67
E - 6	2.39 x 10 ¹		2.13 x 10 ¹		2.51 x 10 ¹		1.95 x 10 ¹		4.37 x 10 ¹		9.57 x 10 ¹	
E - 5	1.17 x 10 ⁻²	0.86	9.50 x 10 ³	0.91	1.18 x 10 ²	0.89	1.29 x 10 ²	0.88	1.82 x 10 ²	0.88	3.99 x 10 ²	0.89
E - 4	1.52 x 10 ⁻³		7.20 x 10 ³		5.70 x 10 ³		4.20 x 10 ³		4.20 x 10 ³		1.97 x 10 ²	
E - 3	3.79 x 10 ⁻³	0.86										
E - 2	1.89 x 10 ⁻³											
E - 1	1.00 x 10 ⁻³	0.84										
E - 1	2.50 x 10 ⁻³	2.64										

Feed	U	262	g/l	U	< 10 mg/l
	H	3.0			
Solvent					

Column	Extraction Column
A / O	2.2(47.8) g/h / 49.5 g/h
axl	20 mm x 40 cpm

Time	1 (3.0hr)		2 (3.5hr)		3 (4.0hr)		4 (4.5hr)		5 (5.0hr)		6 ()	
	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)
E - 10	1.22×10^2	0.23	1.26×10^2	0.22	1.26×10^2	0.21	1.31×10^2	0.19	1.34×10^2	0.19		
E - 9	9.96×10^1		1.29×10^2		1.28×10^2		1.31×10^2		1.33×10^2	0.23		
E - 8	6.80×10^1	0.50	8.09×10^1	0.48	8.92×10^1	0.44	9.57×10^1	0.46	1.04×10^2	0.47		
E - 7	9.90×10^1		3.03×10^0		6.05×10^0		1.76×10^1		2.30×10^1			
E - 6	3.99×10^2	0.88	3.61×10^2	0.89	5.09×10^2	0.85	2.33×10^1	0.87	2.97×10^1	0.86		
E - 5	6.50×10^3		7.60×10^3		2.16×10^2		8.00×10^3		1.48×10^2			
E - 4									6.10×10^3	0.45		
E - 3									6.10×10^3			
E - 2									3.80×10^3	0.79		
E - 1									2.30×10^3	2.98		

表 E-3 (2/2) 分析結果 (塔媒流量低下)

Column	Scrub	Column
A / O	17.8 l/h	49.5 l/h
axf	20 mm	30 cpm
Feed	Ex	product

Time	1 (1.5hr)		2 (1.5hr)		3 (1.0hr)		4 (1.5hr)		5 (2.0hr)		6 (2.5hr)	
	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)
Sc- 6	8.69x10 ⁰	0.28	9.21x10 ⁰	0.26	9.17x10 ⁰	0.26	9.29x10 ⁰	0.25	9.24x10 ⁰	0.23	9.51x10 ⁰	0.22
Sc- 5	7.18x10 ⁰	3.07										
Sc- 4	7.78x10 ⁰											
Sc- 3	1.07x10 ⁰	3.17										
Sc- 2	1.13x10 ⁰											
Sc- 1	1.21x10 ⁰	3.07	1.45x10 ⁰	3.01	1.68x10 ⁰	3.17	2.00x10 ⁰	3.22	2.27x10 ⁰	3.22	2.44x10 ⁰	3.22

Column	Scrub	Column
A / O	17.8 l/h	495 l/h
axf	20 mm	30 cpm
Feed	Ex	product

Time	1 (3.0hr)		2 (3.5hr)		3 (4.0hr)		4 (4.5hr)		5 (5.0hr)		6 ()	
	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)	U (g/l)	H (N)
Sc - 6	9.83 x 10 ⁻¹	0.22	9.80 x 10 ⁻¹	0.20	1.01 x 10 ⁻²	0.20	1.02 x 10 ⁻²	0.20	1.02 x 10 ⁻²	0.20		
Sc - 5									1.57 x 10 ⁻¹	3.00		
Sc - 4									2.09 x 10 ⁻¹			
Sc - 3									2.178 x 10 ⁻¹	2.98		
Sc - 2									2.95 x 10 ⁻¹			
Sc - 1	2.89 x 10 ⁻¹	3.19	2.89 x 10 ⁻¹	3.17	3.22 x 10 ⁻¹	3.12	3.56 x 10 ⁻¹	3.15	3.85 x 10 ⁻¹	3.07		