

本資料は 年 月 日付けで登録区分、
変更する。 2001. 6. 6

[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—

1988年1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大字村松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

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

関係者だけ
ください。
が必要です。

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)
2001

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 —

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**
巖淵 弘樹**

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で実施した外乱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) 10 mH×10 cm φの抽出カラムでは、抽出運転全停止による放置4時間までは、抽出廃液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ク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、逆抽出運転全停止約3時間までの間、カラム上部の濃度上昇が起こる。
- (5) 洗浄カラムからの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、約1～2時間で抽出カラム内のウラン濃度が増加し、アキュミュレーションの兆候が現われる。

* 技術開発部プラント設計開発室

** 技術開発部機器材料開発室

目 次

1. 概 要	1
2. 試験方法	2
3. 結果及び考察	4
4. 結 論	18
5. 今後の評価項目	19
6. 資 料	22
A. 試験装置	23
B. 試薬調整	27
C. 運転方法及びサンプリング	28
D. 分析方法	30
E. 分析結果	31

1. 概 要

パルスカラムは、駆動部がパルス発生器のみであるために機械的故障が少ないものと予想される反面、プロセスインベントリーがやや大きく⁽¹⁾、重力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、プロダクト及び廃液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ウラン濃度プロファイル及び周辺機器の応答特性や許容変動の巾を把握し、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である。

本報告書は、

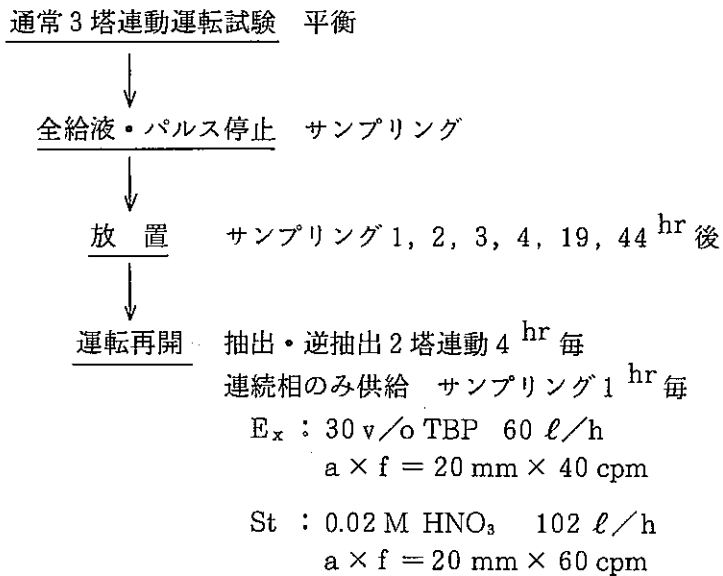
- (1) 全停電を想定した抽出運転停止外乱
- (2) 運転条件の変動として溶媒流量低下

に対するカラム内ウラン濃度プロファイルの変化を調査したものである。

2. 試験方法

2.1 抽出運転停止と回復

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），を確認するために，抽出ー洗浄ー逆抽出の3塔連動試験でのカラム内ウラン濃度の平衡を確認後，全ての給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。その後回復特性確認のため，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。なお以下に試験フローを示す。



2.2 溶媒流量低下

溶媒中のウラン取出し濃度（洗浄カラムプロダクト）を増加させる方向の外乱として、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、溶媒の流量を約20%低下させ（ウランの目標取出し濃度で90 g/ℓから112 g/ℓまで増加）、抽出-洗浄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。

表1 試験条件

カラム 条件	Extraction				Scrub		
	流量 (ℓ/h)		A/O	a × f (cm × cpm)	流量 (ℓ/h)	A/O	a × f (cm × cpm)
	A ⁽¹⁾	O ⁽²⁾			A ⁽³⁾		
外乱前	21.2	62.0	0.68	2 × 40	21.2	0.34	2 × 30
外乱後		49.5	0.79		17.8	0.36	

(1) ウラン原液 262 g/ℓ 3 M HNO₃

(2) 30% TBP/n⁻ドデカン

(3) 3 M HNO₃

3. 結果及び考察

3.1 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。

抽出廃液へのウランのリークについては, 放置4 hrまでは影響がない(数 mg/l)が, 19 hr 後には 30 mg/l さらに 44 hr 後には 200 mg/l と濃度が増加している。

洗浄カラムの場合(図2), 放置により水相中のウラン濃度の減少が観察されているが, 濃度レベル(10¹ g/l オーダー)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。

逆抽出カラムの場合(図3), カラム上部で, 停止放置3 hr 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 hr 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水相への物質移動が起ったためである。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と考えられる。

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, ウラン濃度がある濃度まで増加するのに要する時間を図5に示した。

図5からトップから3 mの位置では, 1 g/lになるまでの許容時間は, 約30分であり, 逆に抽出廃液へのリークに至る抽出カラム連続相の限界値を 10 mg/l とすると, (ロス率は 0.05%以下) 放置許容時間を 1 hr とするためのカラム必要長さは, 約5 m であると判断できる。

* 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った。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と思われる。

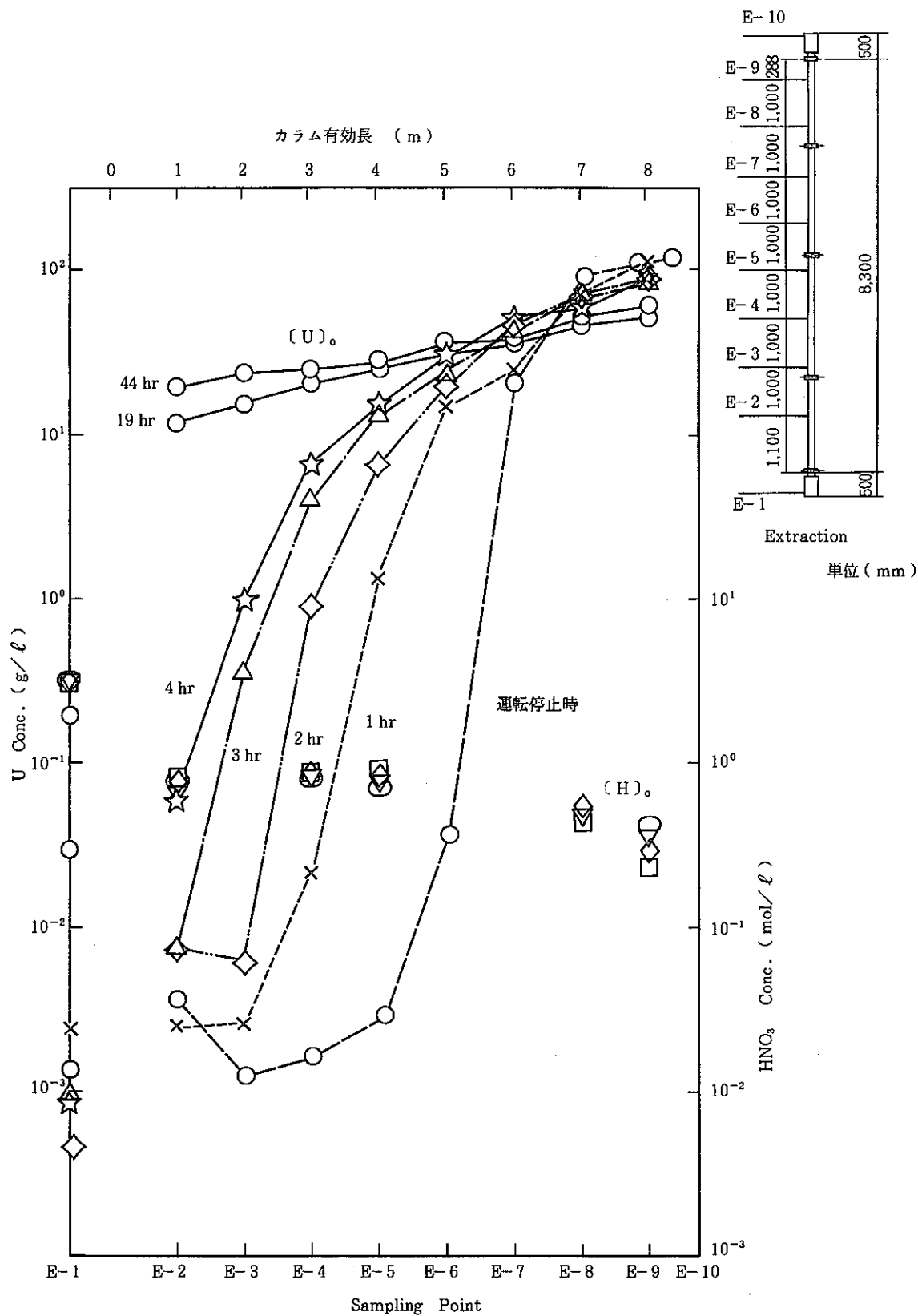


図1 停止放置後のカラム内ウラン，硝酸濃度プロフィール(抽出カラム)

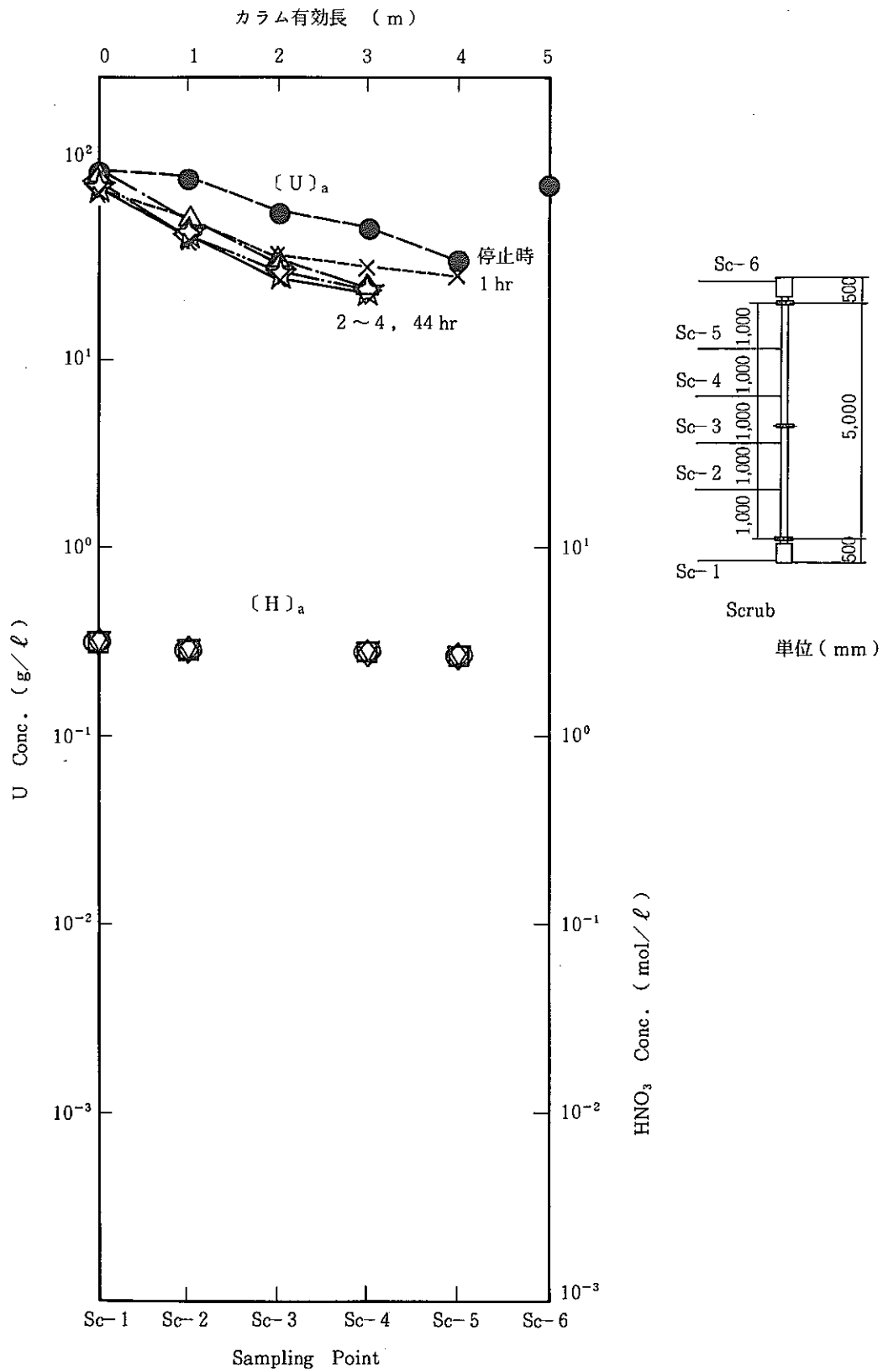


図2 停止放置後のカラム内ウラン，硝酸濃度プロフィル(洗浄カラム)

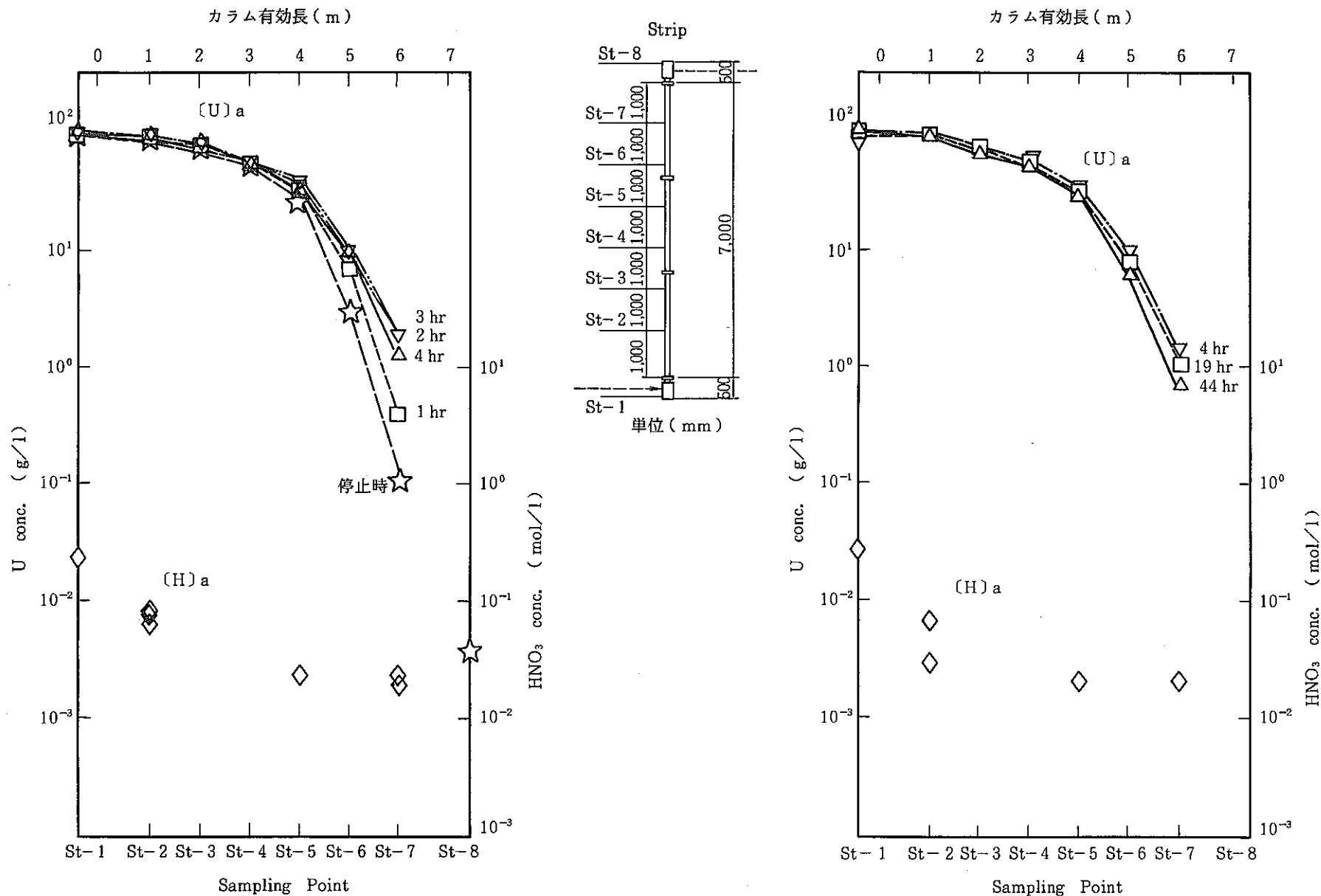


図3 停止放置後のカラム内ウラン，硝酸濃度プロフィール（逆抽出カラム）

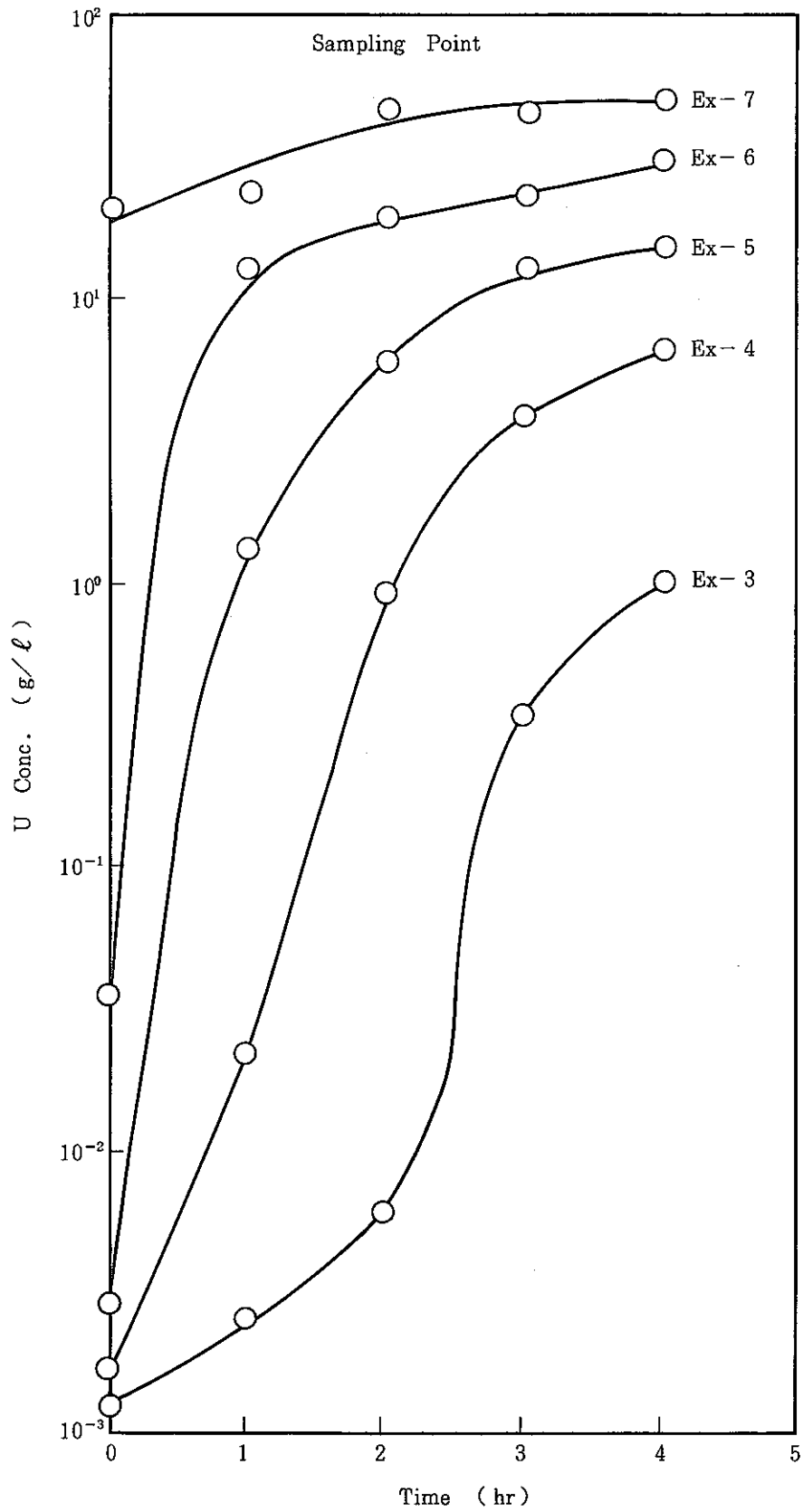


図4 抽出カラム停止・放置による濃度経時変化

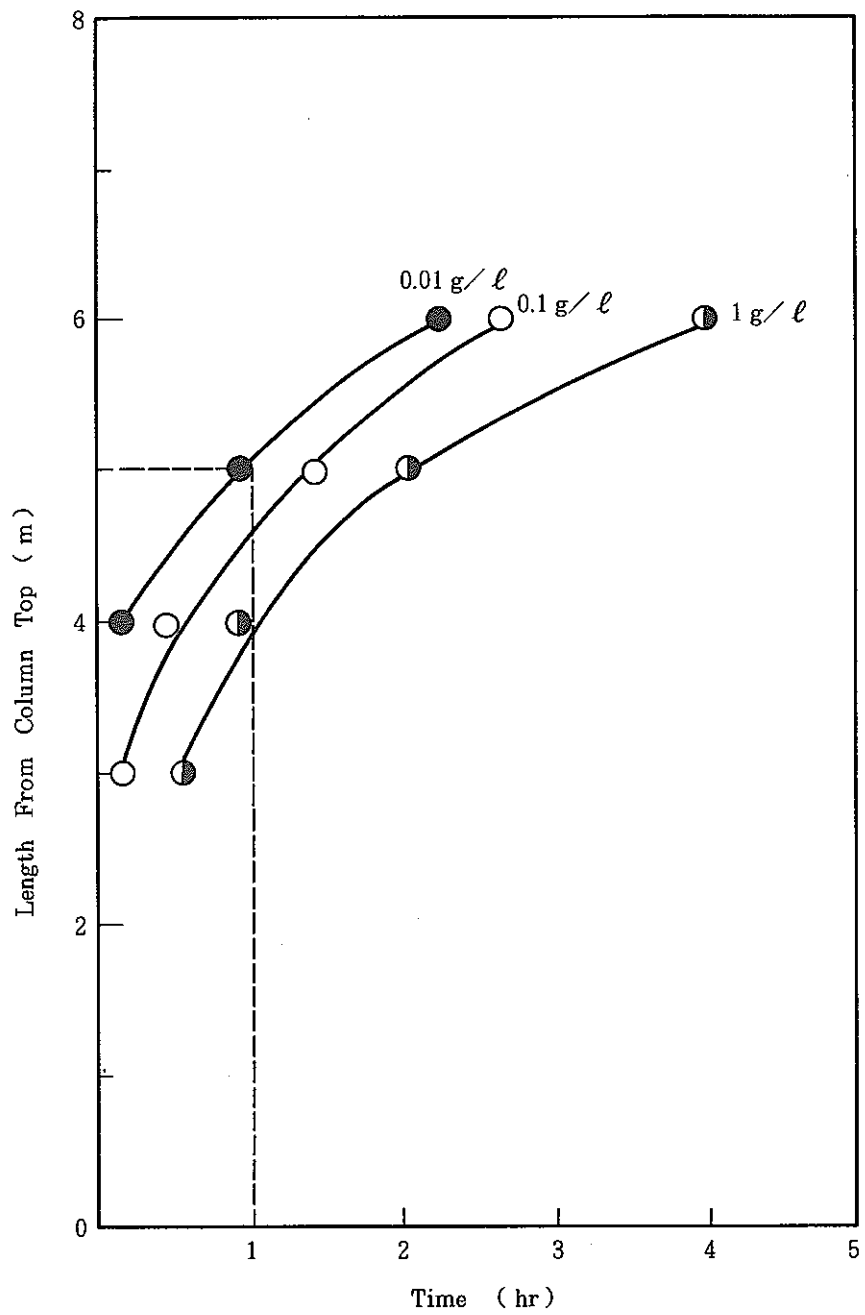


図5 ウラン濃度増加に要する時間(抽出カラム)

(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), 3 hrs 後にはE-6点における濃度がほぼ運転停止時の濃度に回復した。これより2カラムボリューム相当(60 ℓ/h × 3 hrs)の連続相クリーン溶媒を供給すれば、カラム下部ウラン濃度は停止時の状態にまで復帰することがわかる。但し、抽廃ウラン濃度は、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、抽廃へ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。

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、1 hr 毎にプロファイルは下部へ移行する。

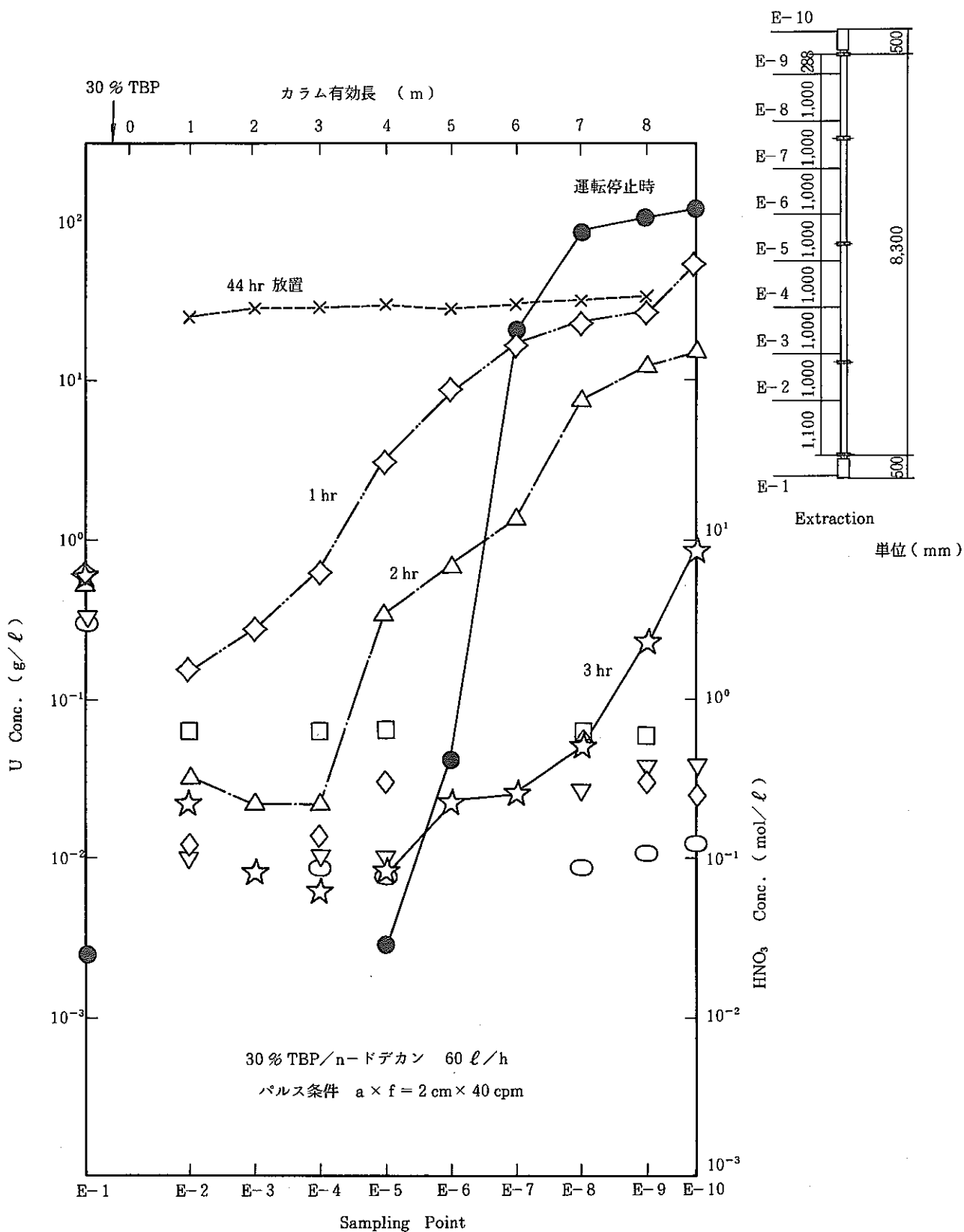


図6 抽出カラム内ウラン，硝酸濃度プロフィルの回復状況

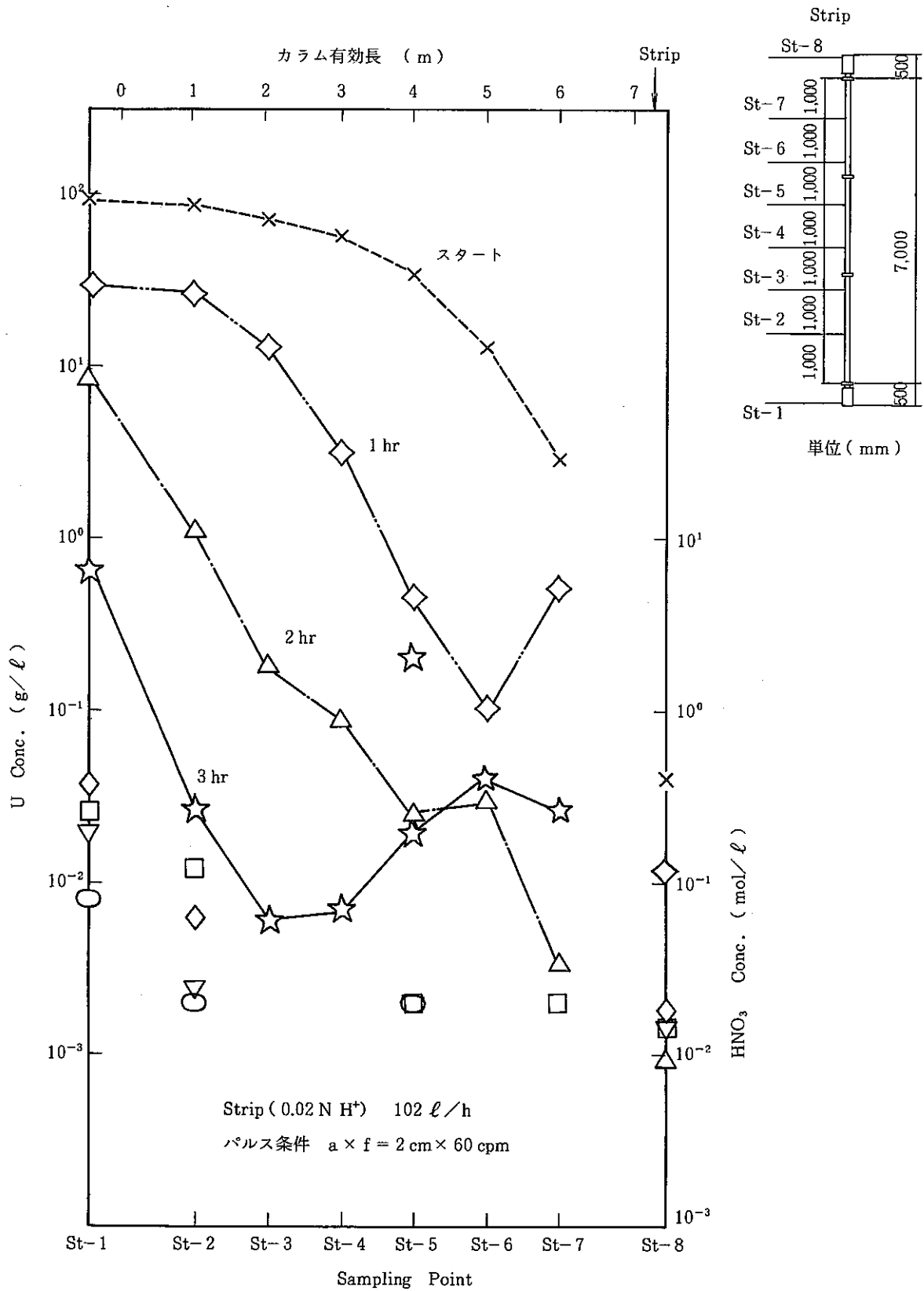
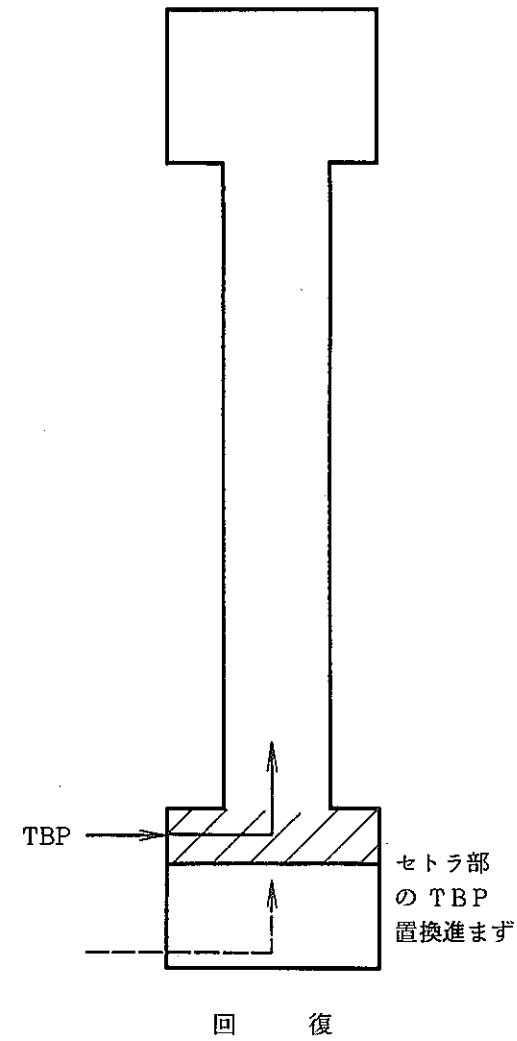
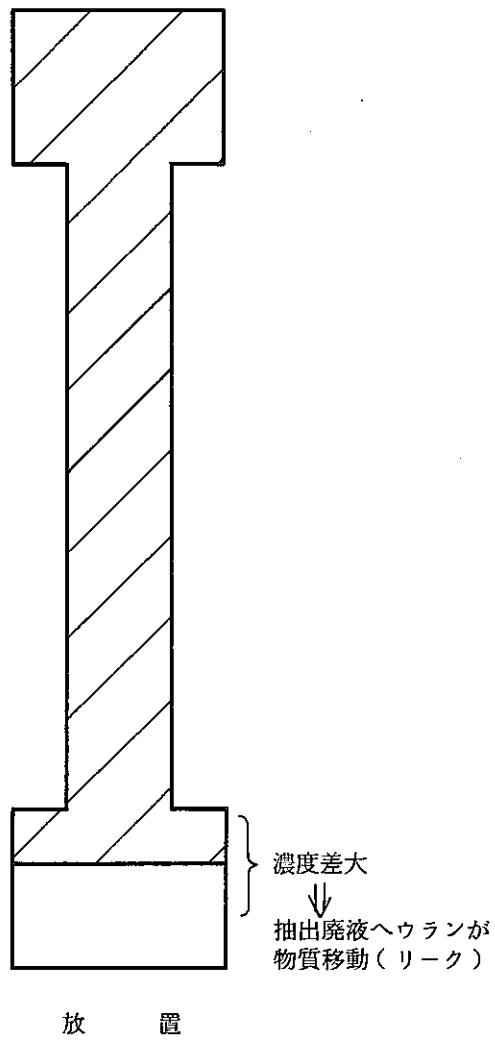
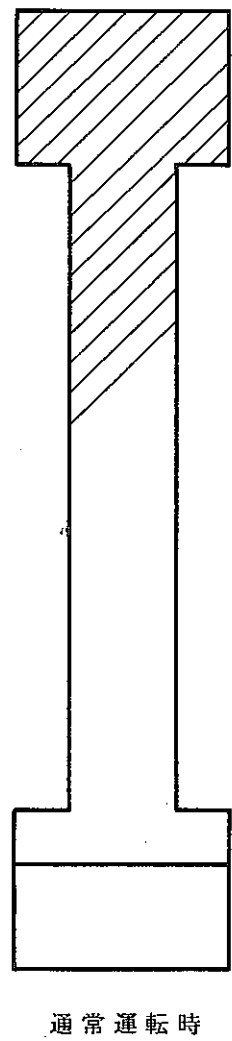


図7 逆抽出カラム内ウラン，硝酸濃度プロファイルの回復状況



U : カラム下部に移行

セトラ部の TBP 置換進まず
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

3.2 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、外乱後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、直ちに抽出カラムプロダクト及び洗浄カラム廃液のウラン濃度が上昇している(図11)。但し、抽出廃液へ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プロダクトについては時間とともに差がなく目立たなくなるが、洗浄カラム廃液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1~2時間後にプロファイルがカラム下部側に移動し、(図10)約4~5時間後にプロダクト濃度が約130 g/ℓと飽和に達し、アキュミュ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90 g/ℓから約110 g/ℓまで増加させる外乱を与えた場合、約1~2時間で抽出カラム内ウラン濃度が上昇し、アキュミュレーションの兆候が現われることがわかる。

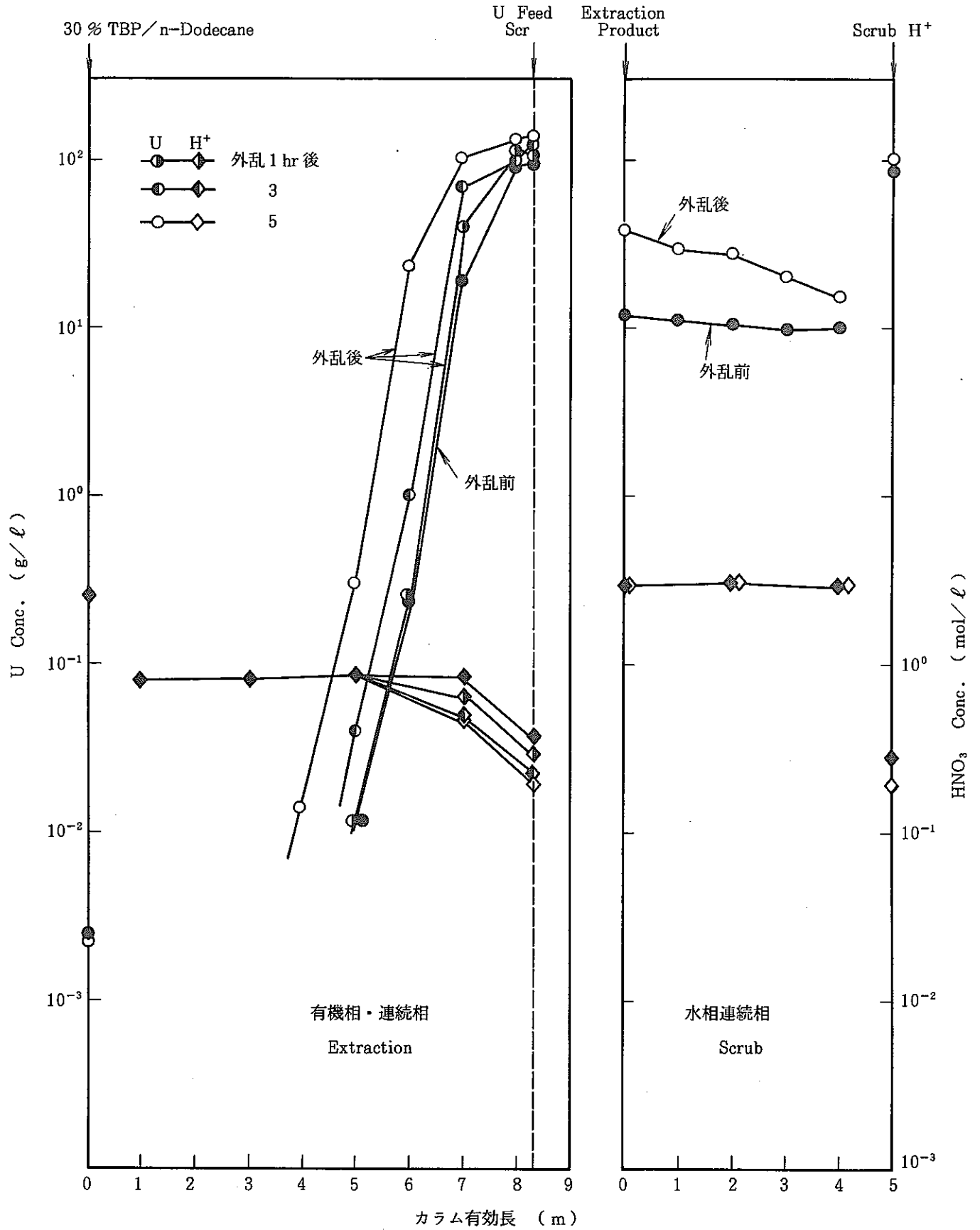


図9 外乱印加後の抽出、洗浄カラム内ウラン、硝酸濃度プロフィール

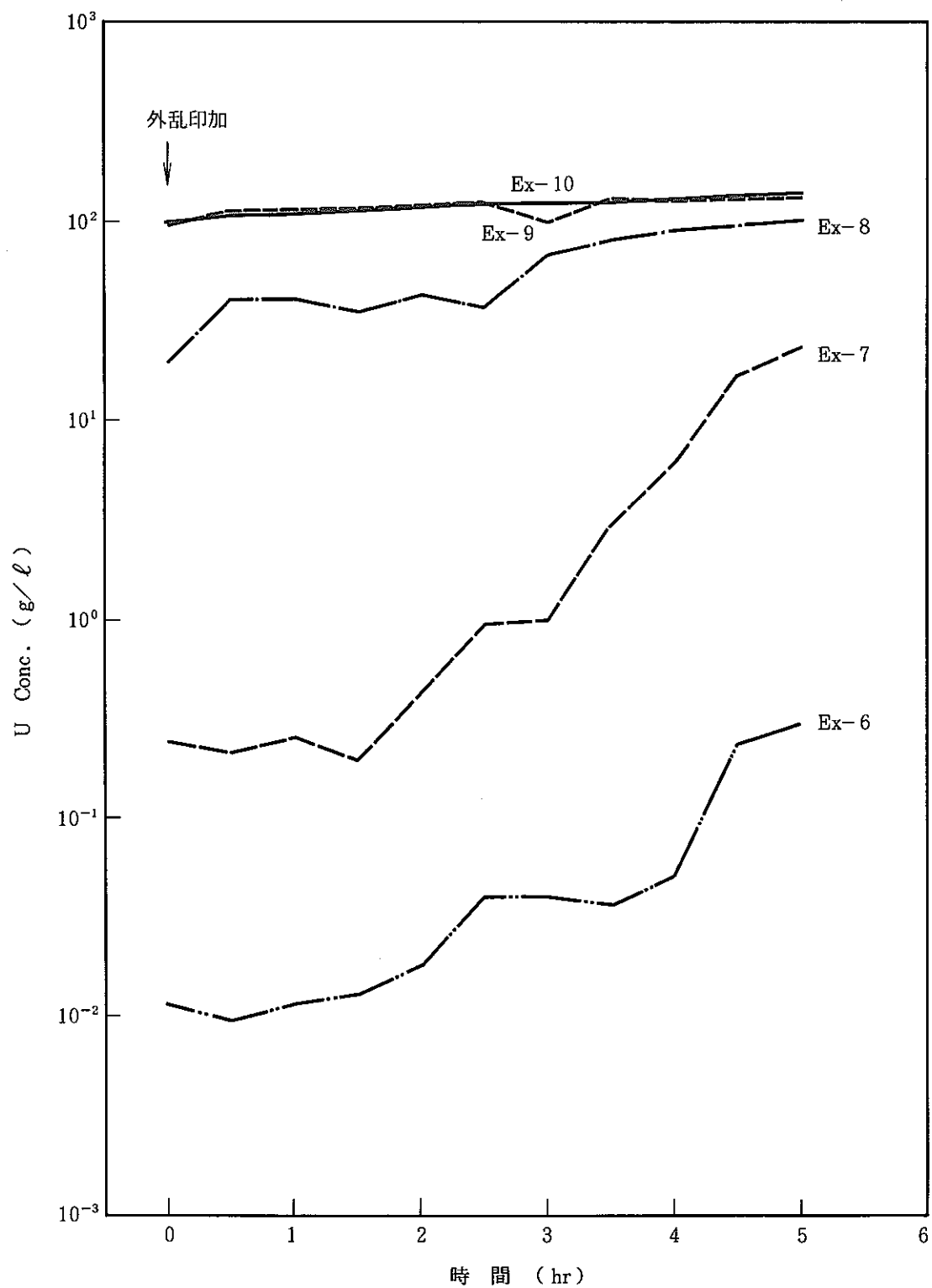


図10 抽出カラム内ウラン濃度経時変化

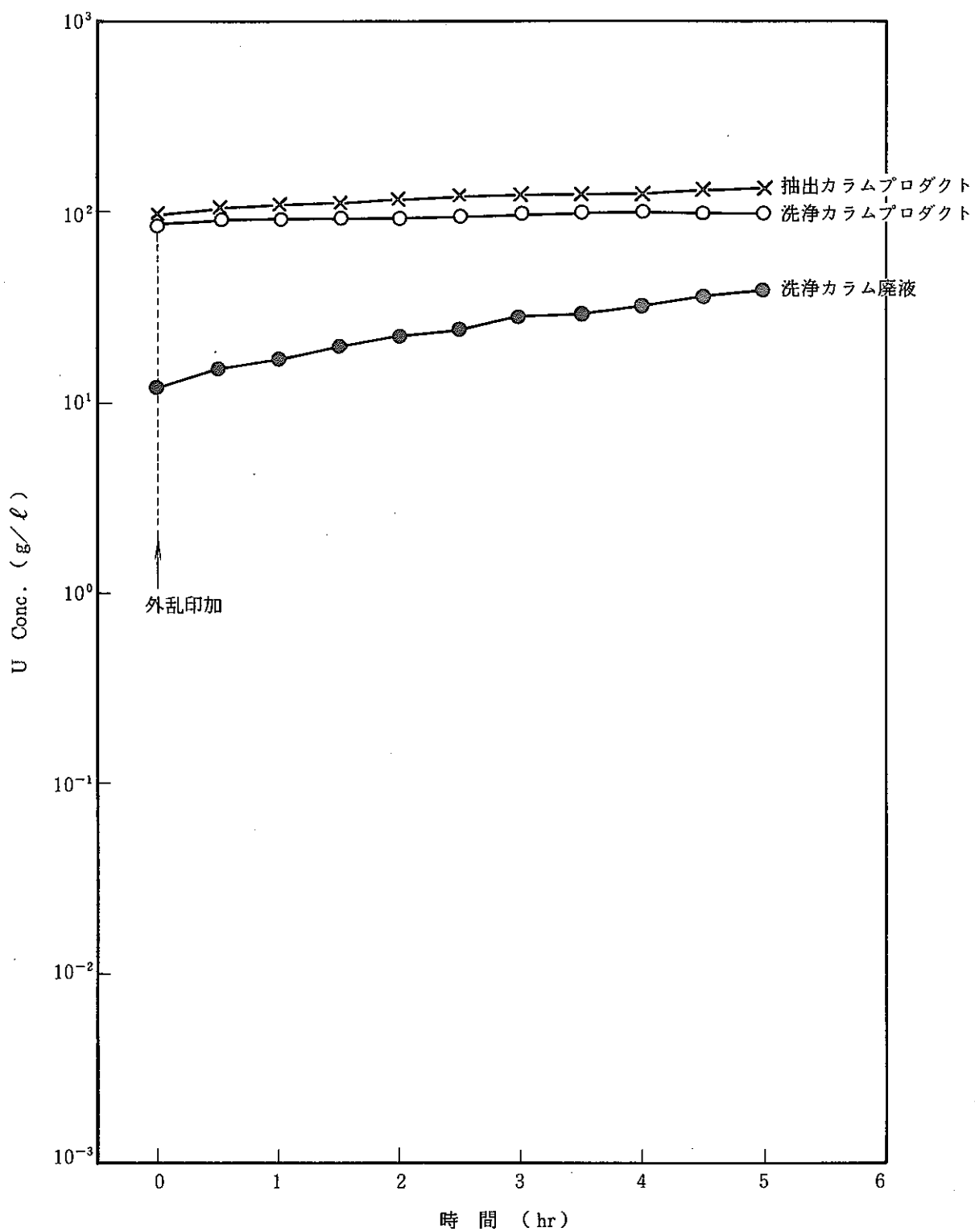


図11 抽出、洗浄カラムプロダクト及び洗浄カラム廃液ウラン濃度の経時変化

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

に対する影響について試験し、以下の知見を得た。

4.1 抽出運転停止と回復

- 1) 10 mH×10 cmφの抽出カラムでは、抽出廃液の許容ウラン濃度を10 mg/ℓとすると、全停4 hrsまでは影響がない。
- 2) 抽出廃液へのリークにつながる抽出カラム連続相の限界値を10 mg/ℓとすると（ロス率は0.05%以下）、放置許容時間を1 hrとするためのカラム必要長さは約5 m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（クリーン30% TBP）供給により、カラム内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、停止3 hrまではカラム上部で濃度が上昇する。

ことが、ウラン試験の結果、明らかになったが、上記3)の回復操作時は、TBPのローディング率が低下する。これによってTBP中のFP含有量が高くなりDFを低下させる。したがって、この場合も洗浄カラムへの洗浄液の供給は必要と判断される。

4.2 溶媒流量低下

- 1) 溶媒の流量を約20%低下させ、溶媒中ウラン取出し濃度（洗浄カラムプロダクト濃度）を約90 g/ℓから約110 g/ℓ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、アキュミュレーションの兆候が現われる。

5. 今後の評価項目

プロセス条件の異常外乱に対するパルスカラム動特性について、実規模相当の装置によっ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は主として、

- ① ポンプ流量，パルス条件の変動の許容巾，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。また主な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が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。

また，Puが共存する場合のパルスカラムの外乱特性についても試験を行ってゆく必要がある。

表2 プロセス条件の異常外乱

異常外乱の種類	プロセス上評価項目	周辺機器への影響評価
1 流量比(A/O)増加 (溶媒飽和度大)	抽出カラムアキュミュレーションに至るまでの許容時間, 増加中	送液システムの応答性 (重液抜き出し系)
2 流量変動	許容変動中 次の定常までの過渡時間	送液システムの応答性 (重液抜き出し系)
3 不溶解物の混入	(カラム内濃度プロファイル変化)	界面クラッドの界面検出への影響 界面クラッド等の検知及び抜き出し装置の 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 パルス条件変動 (停止)	変動(停止)許容時間 次の定常までの過渡時間	界面検出及び連動の重液 抜き出し系の応答性
6 分散状態の悪化 (目皿ぬれ性変化)	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	停止許容放置時間 回復手段 クリーン連続相への置換時間(追い出し)	_____

表3 周辺機器の予想される異常要因

周辺機器	異常要因 (現象)
パルサー	電磁弁へのミスト混入 材質劣化 (耐放射能性)
エアリフト	計装空気配管の閉塞, 空気流量低下 界面連動でのカラム間送液における定量供給性低下 差圧検知部(DCセル)故障 オリフィス閉塞
減圧式重液 拔出し	真空系の異常(真空ポンプ故障) 差圧検知部(DCセル)故障 計装空気配管の閉塞, 空気流量低下 オリフィス閉塞 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(DCセル)故障 界面クラッドの影響 計装空気配管の閉塞, 空気流量低下

6. 資 料

- A 試験装置
- B 試薬調製
- C 運転方法及びサンプリング
- 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。

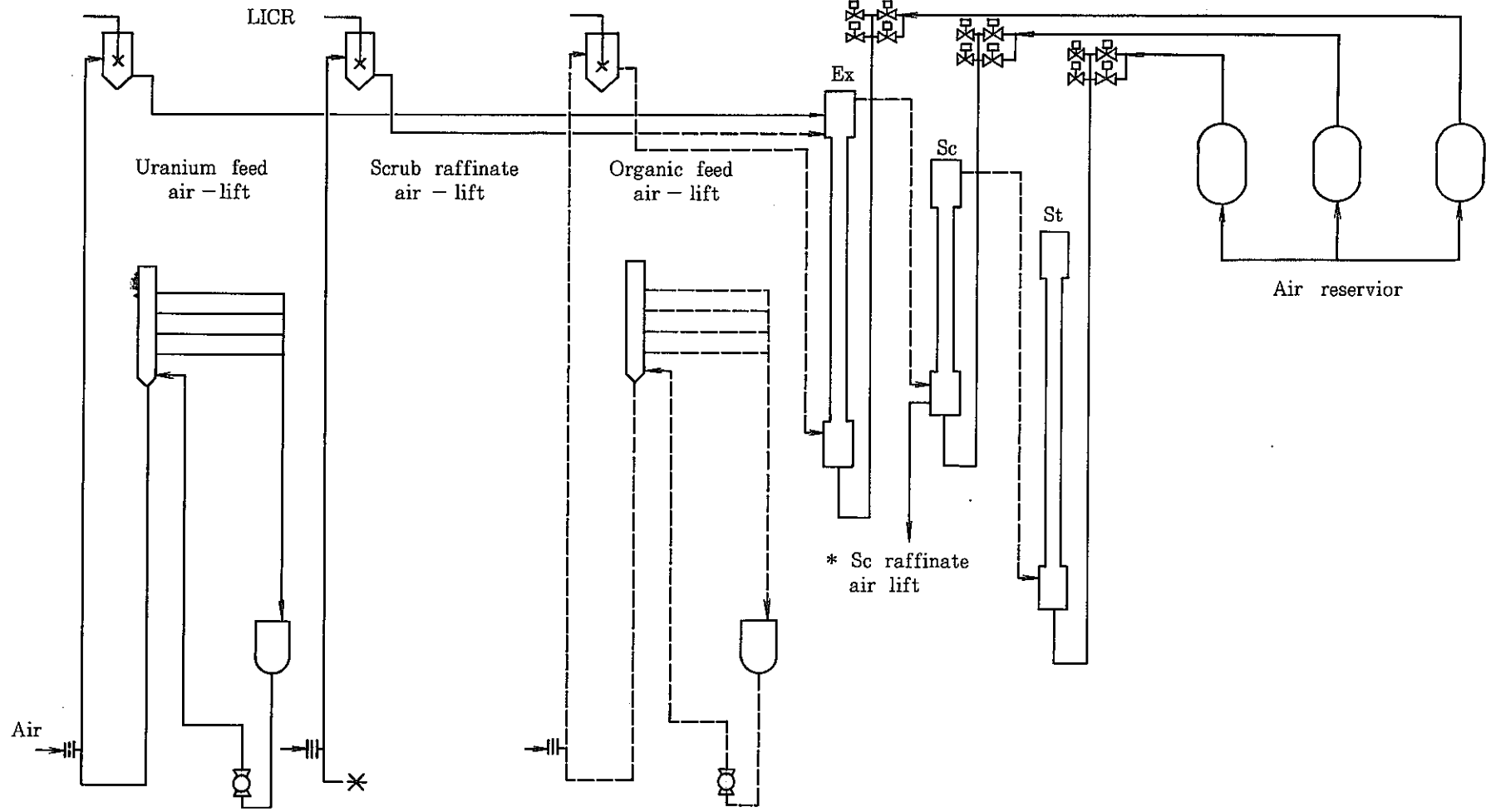
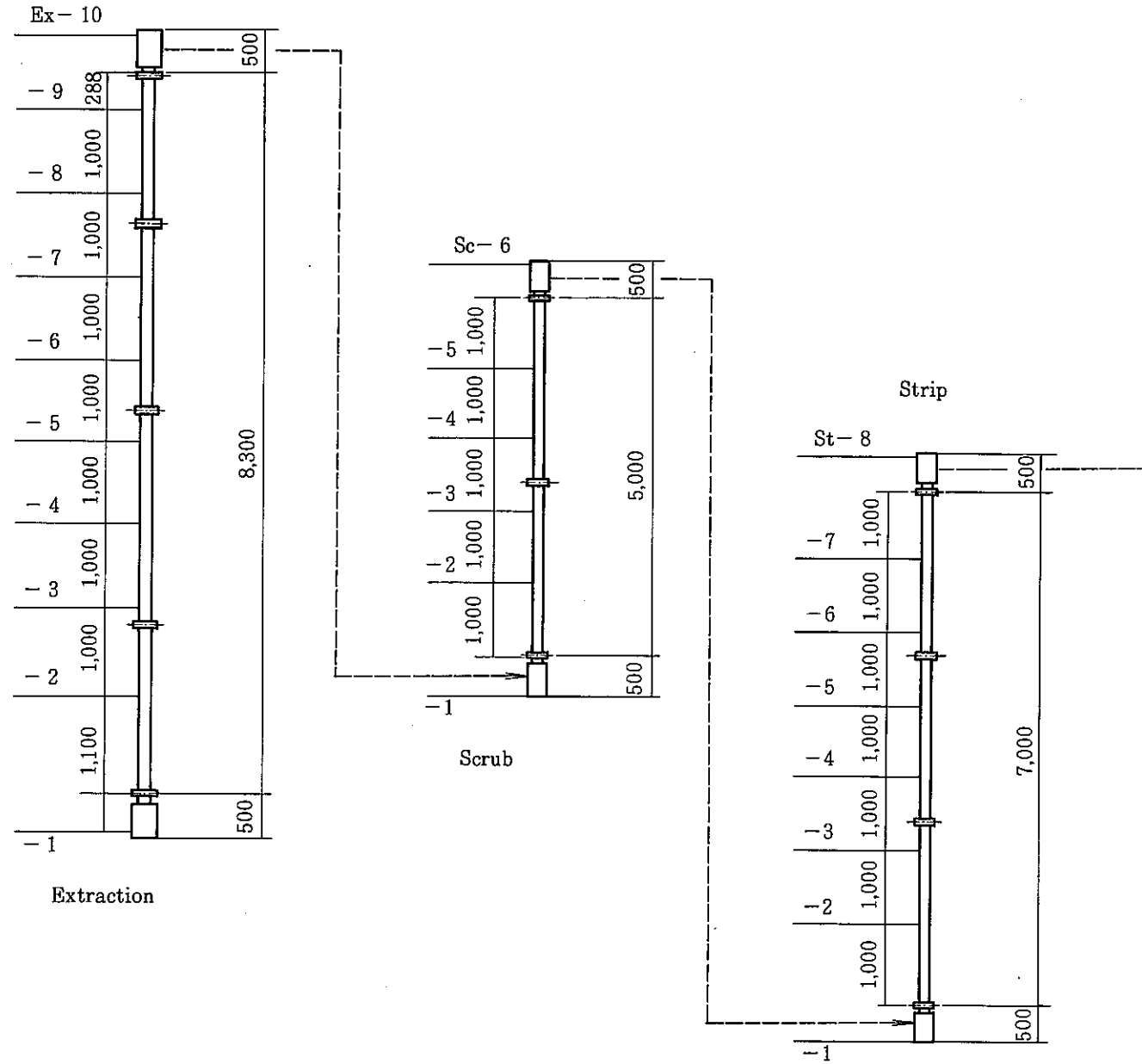


図 A-1 パルスカラム抽出試験装置概略図

表 A-1 パルスカラム装置(Ⅱ)仕様

	抽出塔	洗浄塔	逆抽出塔
1. 本体			
① 有効抽出部			
長さ [cm]	830	500	675
径 [cm]	100 A SCH 10 S	80 A SCH 40 S	100 A SCH 10 S
② 目 皿			
開孔率 [%]	23	23	23
孔径 [mm]	3	3	3
厚 さ [mm]	2	2	2
段 数 [-]	166	100	135
材 質	SUS304	SUS304	SUS304
③ セトラ部			
長さ [cm]	40	40	40
径 [cm]	200 A SCH 10 S	200 A SCH 10 S	200 A SCH 10 S
④ エアパルサ			
電磁弁	3 方弁	3 方弁	3 方弁
⑤ エアリフト			
揚程 [m]	原液用 14.6	洗浄廃液用 14.6	溶媒用 14.9
揚液管径 [cm]	1.49	0.81	1.49



図A-2 カラム高さとサンプリングノズル位置

B 試 薬 調 製

本試験で使用した給液のうち、ウラン原液、30% TBP/n-ドデカン液の調製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、調製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5W/O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1 mg/lまで落とし、さらに約0.5 M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 運転方法及びサンプリング

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、試験は温室で行う（但し逆抽出カラムについては、カラム内を約 50～55℃に加温している）。

- a) 各カラムに連続相を張り、所定のパルス印加する。
- 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 カラムボリューム程供給し、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、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。
- k) 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 2 mm）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 30 ml とした。

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

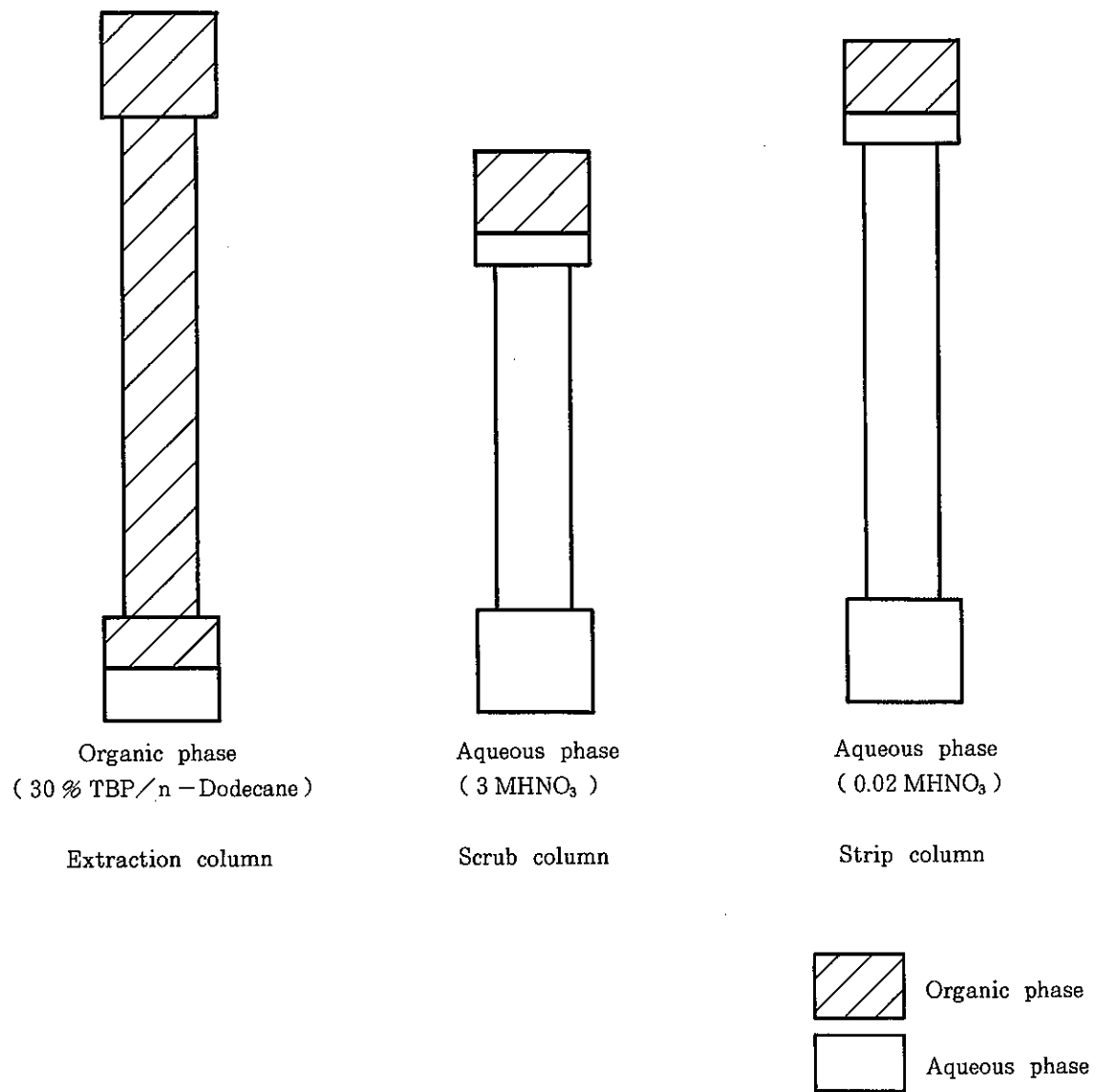


図 C-1 各カラムの連続相

D 分析 方 法

各試験に共通の分析方法を以下に示す。

a) ウラン濃度分析

ウラン濃度が約 $1\text{ g}/\ell$ 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 $1\text{ g}/\ell$ 以下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 10 ml 分取し、測定セルへ移入、セットし、 $\text{NaI}(\text{Tl})$ 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、 $\text{ZnS}(\text{Ag})$ シンチ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 5 ml 加え、ウランのマスクング(注)を行う。

その後、純水で全量を約 50 ml 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。

(注) 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 (停止外乱)

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

Time	1 (スタート)		2 (1 hr)		3 (2 hr)		4 (3 hr)		5 (4 hr)		6 (19 hr)		7 (44 hr)	
	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	1.21×10^2	0.24												
E-9	1.19×10^2	0.21	1.14×10^2	0.24	8.84×10^1	0.30	8.21×10^1	0.35	8.67×10^1	0.41	5.81×10^1	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		4.69×10^1		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	1.32×10^0	0.86	6.45×10^0	0.79	1.33×10^1	0.76	1.50×10^1	0.73	2.36×10^1	0.79	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	3.89×10^0	0.81	6.72×10^0	0.80	1.95×10^1	0.80	2.40×10^1	0.69
E-3	1.30×10^{-3}		2.69×10^{-3}		6.15×10^{-3}		3.51×10^{-1}		1.01×10^0		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

表 E-1 (2/3) 分析結果 (停止外乱)

Column	Scrubbing	Column
--------	-----------	--------

Time	1 (スタート)		2 (1 hr)		3 (2 hr)		4 (3 hr)		5 (4 hr)		6 (19 hr)		7 (44 hr)	
	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	8.51×10^1	0.20												
Sc-5	3.38×10^1	3.00	2.79×10^1	2.86	(9.13×10^1)	(0.23)	(9.63×10^1)	(0.21)	(9.86×10^1)	(0.20)	(9.08×10^1)	(0.18)	(8.95×10^1)	(0.20)
Sc-4	4.82×10^1	2.98	3.66×10^1	2.97	2.40×10^1	2.98	2.48×10^1	3.01	2.35×10^1	3.03	2.27×10^1	2.92	3.41×10^1	2.28
Sc-3	6.11×10^1		3.52×10^1		3.08×10^1		3.34×10^1		2.85×10^1				2.71×10^1	
Sc-2	9.03×10^1	3.12	5.57×10^1	3.03	4.72×10^1	3.02	5.45×10^1	3.01	4.69×10^1	3.01	2.79×10^1	2.90	4.23×10^1	2.86
Sc-1	1.03×10^2	3.31	7.80×10^1	3.22	8.63×10^1	3.18	9.34×10^1	3.18	8.08×10^1	3.18	4.50×10^1	2.97	7.59×10^1	3.22

() : Org. phase

表E-1 (3/3) 分析結果 (停止外乱)

Column	Stripping	Column
--------	-----------	--------

Time	1 (スタート)		2 (1 hr)		3 (2 hr)		4 (3 hr)		5 (4 hr)		6 (19 hr)		7 (44 hr)	
	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	2.70×10^1	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	9.95×10^1	0.27

表E-2 (1/2) 分析結果 (回復特性)

Column	Extraction Column
	60 ℓ/h
a × f	20 mm × 40 cpm

Time	1 (スタート)		2 (1 hr)		3 (2 hr)		4 (3 hr)		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			5.65×10^1	0.26	1.65×10^1	0.40	9.06×10^{-1}	0.13				
E-9	3.48×10^1	0.60	2.79×10^1	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	Stripping Column
	102 l/h / 60 l/h
a × f	20 mm × 60 cpm
Feed	Ex product

Time	1 (スタート)		2 (1 hr)		3 (2 hr)		4 (3 hr)		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)
St - 8			1.17×10^{-2}	0.018	1.00×10^{-3}	0.015	1.00×10^{-2}	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	5.72×10^1	0.033	3.16×10^0	0.020	8.76×10^{-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	8.59×10^1	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	8.77×10^0	0.20	6.97×10^{-1}	0.080				

表E-3 (1/2) 分析結果 (溶媒流量低下)

Column	Extraction	Column
A/O	21.2 (+17.8) ℓ/h	49.5 ℓ/h
a \times f	20 mm \times	40 cpm

Feed	U	262 g/ℓ	Solvent	U	< 10 mg/ℓ
	H	3.0 N		H	0.10 N

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

Column	Extraction	Column
A/O	21.2(+17.8) l/h	49.5 l/h
a × f	20 mm	× 40 cpm

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

Time	7 (3.0 hr)		8 (3.5)		9 (4.0 hr)		10 (4.5 hr)		11 (5.0 hr)		12 ()	
	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		1.70×10^1		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 (溶媒流量低下)

Column	Scrubbing		Column	
A/O	17.8 ℓ/h	/	49.5 ℓ/h	
a \times f	20 mm	\times	30	cpm
Feed	Ex product			

Time	1 (外乱前)		2 (外乱 0.5 hr)		3 (1.0 hr)		4 (1.5 hr)		5 (2.0 hr)		6 (2.5 hr)	
	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	8.69×10^1	0.28	9.21×10^1	0.26	9.17×10^1	0.26	9.29×10^1	0.25	9.24×10^1	0.23	9.51×10^1	0.22
Sc - 5	7.18×10^0	3.07										
Sc - 4	7.78×10^0											
Sc - 3	1.07×10^1	3.17										
Sc - 2	1.13×10^1											
Sc - 1	1.21×10^1	3.07	1.45×10^1	3.01	1.68×10^1	3.17	2.00×10^1	3.22	2.27×10^1	3.22	2.44×10^1	3.22

Column	Scrubbing Column
A/O	17.8 ℓ/h / 49.5 ℓ/h
a × f	20 mm × 30 cpm
Feed	Ex product

Time	1 (3.0 hr)		2 (3.5 hr)		3 (4.0 hr)		4 (4.5 hr)		5 (5.0 hr)		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	9.83×10^1	0.22	9.80×10^1	0.20	1.01×10^2	0.20	1.02×10^2	0.20	1.02×10^2	0.20		
Sc - 5									1.57×10^1	3.00		
Sc - 4									2.09×10^1			
Sc - 3									2.78×10^1	2.98		
Sc - 2									2.95×10^1			
Sc - 1	2.81×10^1	3.19	2.89×10^1	3.17	3.22×10^1	3.12	3.56×10^1	3.15	3.85×10^1	3.07		