(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第5804649号
(P5804649)

(45)発行日　平成27年11月4日(2015.11.4)　(24)登録日　平成27年9月11日(2015.9.11)

(51)Int.Cl.			F I		
C01B	7/14	(2006.01)	C01B	7/14	C
C02F	1/42	(2006.01)	C02F	1/42	A

請求項の数 5　(全 16 頁)

(21)出願番号　特願2012-222218(P2012-222218)
(22)出願日　平成24年10月4日(2012.10.4)
(65)公開番号　特開2014-73936(P2014-73936A)
(43)公開日　平成26年4月24日(2014.4.24)
審査請求日　平成26年12月8日(2014.12.8)

(73)特許権者　591236437
株式会社　東邦アーステック
新潟県新潟市西区黒鳥１４５０
(74)代理人　100062764
弁理士　樺澤　襄
(74)代理人　100092565
弁理士　樺澤　聡
(74)代理人　100112449
弁理士　山田　哲也
(72)発明者　木原　秀太
新潟県新潟市中央区東中通一番町８６番地５１　株式会社東邦アーステック内
(72)発明者　塚越　徹
新潟県新潟市中央区東中通一番町８６番地５１　株式会社東邦アーステック内
最終頁に続く

(54)【発明の名称】吸着塔およびヨウ素吸着方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
遊離ヨウ素を含有するヨウ素イオン液と、ヨウ素を吸着可能な塩基性イオン交換樹脂とを向流接触させて、ヨウ素イオン液の遊離ヨウ素およびヨウ素イオンの少なくとも一方を塩基性イオン交換樹脂に吸着させる吸着塔であって、
上下方向を有し、下部からヨウ素イオン液が供給され、上部から塩基性イオン交換樹脂が供給される有底筒状の吸着塔本体と、
孔径が５ｍｍ以上１５ｍｍ以下で、開口率が３０％以上７０％以下となるように複数の貫通孔が設けられ、吸着塔本体内を上下方向に仕切る多孔板と、
多孔板を貫通し、内径が１５ｍｍ以上２５ｍｍ以下で、オリフィス径が５ｍｍ以上１５ｍｍ以下で、ヨウ素を吸着した状態の塩基性イオン交換樹脂およびヨウ素イオン液が同時に通過可能なオリフィス管と、
多孔板の各貫通孔に設置され、ヨウ素イオン液が通過可能で、塩基性イオン交換樹脂が貫通孔を通過することを防止する分散ノズルとを具備し、
分散ノズルは、多孔板の上面側に位置しヨウ素イオン液が流出する流出口と、この流出口の上部に設けられた天面部とを有し、
天面部の外周縁および流出口の下端縁を通る直線と多孔板の上面との角度が、多孔板上における塩基性イオン交換樹脂の安息角以下である
ことを特徴とする吸着塔。
【請求項２】

オリフィス管は、内径に対するオリフィス径の開孔比が、そのオリフィス管が設けられた多孔板の下側からの段数をｋとし、この開孔比をφｋとし、吸着塔本体内において多孔板にて仕切られた全段数をＮとすると、φｋ＝（６０／Ｎ）×ｋである
ことを特徴とする請求項１記載の吸着塔。
【請求項３】
請求項１または２記載の吸着塔を用いて遊離ヨウ素を含有するヨウ素イオン液からヨウ素を吸着するヨウ素吸着方法であって、
吸着塔本体における最上部での空塔速度が１０ｍ／ｈ以上３０ｍ／ｈ以下となるように吸着塔本体の下部からヨウ素イオン液を上昇流として供給し、
吸着塔本体の上部から塩基性イオン交換樹脂を連続的に供給し、
吸着塔本体内にてヨウ素イオン液と塩基性イオン交換樹脂とを流動状態で向流接触させて、塩基性イオン交換樹脂によりヨウ素イオン液から遊離ヨウ素およびヨウ素イオンの少なくとも一方を吸着し、
ヨウ素を吸着した塩基性イオン交換樹脂がオリフィス管を通過して下降し、
この下降した塩基性イオン交換樹脂を下部から連続的に抜き出す
ことを特徴とするヨウ素吸着方法。
【請求項４】
ヨウ素イオン液は、ヨウ素の濃度が７０ｍｇ／Ｌ以下である
ことを特徴とする請求項３記載のヨウ素吸着方法。
【請求項５】
塩基性イオン交換樹脂は、粒子径が３００μｍ以上１５００μｍ以下である
ことを特徴とする請求項３または４記載のヨウ素吸着方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、遊離ヨウ素を含有するヨウ素イオン液から塩基性イオン交換樹脂を用いてヨウ素を吸着分離するための吸着塔およびヨウ素吸着方法に関するものである。
【背景技術】
【０００２】
ヨウ素に富んだかん水からヨウ素を工業的に製造する方法としては、ブローアウト法や樹脂吸着法が知られている。
【０００３】
ブローアウト法は、酸化剤として用いる塩素によりかん水中のヨウ素イオンを酸化させてヨウ素を遊離させ、この遊離したヨウ素を大量の空気に同伴させて吸着塔へ導き１次濃縮を行い、その後、濃縮および精製を行う方法である。
【０００４】
また、このようなブローアウト法の一連の処理設備は、通常、かん水の井戸元に設置される。
【０００５】
樹脂吸着法では、かん水中のヨウ素イオンを酸化させてヨウ素を遊離させ、この遊離したヨウ素を強塩基性イオン交換樹脂などのイオン交換樹脂にて吸着して分離し、その後、濃縮および精製を行う方法である（例えば、特許文献１および特許文献２参照。）。
【０００６】
そして、この樹脂吸着法は、通常、ヨウ素イオンの酸化やヨウ素の濃縮などを行う処理設備が井戸元から比較的離れている場合や、比較的低濃度のヨウ素を含有するかん水からヨウ素を分離回収する場合に適用される。
【０００７】
ここで、樹脂吸着法にてヨウ素を製造する方法についてより具体的に説明すると、まず、前処理工程として、かん水に塩素または次亜塩素酸ナトリウム水溶液を加えて、ヨウ素イオンの一部を酸化し吸着効率の高いポリヨウ素イオンを生成させる。

【０００８】
また、吸着工程として、ポリヨウ素イオンが生じた状態の前処理液をイオン交換樹脂層に通過させてポリヨウ素イオンを吸着させる。
【０００９】
さらに、溶離工程として、ポリヨウ素イオン吸着後のイオン交換樹脂を溶離装置に移動し亜硫酸ソーダ液でポリヨウ素イオンをヨウ素イオンに還元した後、食塩水などの溶離液に接触させてヨウ素イオンを溶離させる。
【００１０】
また、酸化濃縮工程として、ヨウ素イオンが溶離した溶離液に酸化剤を加えてヨウ素イオンを粗ヨウ素として析出させた後、精製工程にて粗ヨウ素を濃縮精製する。
【００１１】
そして、通常、吸着工程は、かん水の発生する井戸元に設置された設備で行われるが、溶離工程、酸化濃縮工程および精製工程は、井戸元とは別の場所に設置された処理基地で行われる。
【００１２】
そのため、吸着工程にてポリヨウ素イオンを吸着したイオン交換樹脂は、トラックなどの搬送手段で井戸元から処理基地へ搬送され、溶離工程にてポリヨウ素イオンが溶離された後、再び井戸元へ返送されて吸着工程に供される。
【００１３】
なお、溶離工程では、溶離と同時にイオン交換樹脂の再生が行われ、繰り返し利用することで、低濃度のヨウ素が含まれたかん水からヨウ素を効率的に製造できる。
【００１４】
さらに、樹脂吸着法としては、吸着工程の方式の違いにより分類されており、例えば、固定層式、移動層式および流動層式が知られている。
【００１５】
固定層式は、イオン交換樹脂を充填した積層に被処理液を通してイオン交換を行うものである。この固定層式は、イオン交換が飽和に達した後にそのイオン交換樹脂をそのまま溶離再生処理し、再びイオン交換を行う、いわゆるバッチ方式である。
【００１６】
移動層式は、イオン交換樹脂を充填した吸着塔に被処理液を通し、飽和した一部のイオン交換樹脂のみを取り出し移動して溶離再生処理を行い、取り出し量だけ再生イオン交換樹脂を補填する方式である。また、移動層式では、固定層式と同様に、イオン交換時にイオン交換樹脂が積層となっている。
【００１７】
流動層式は、イオン交換樹脂を充填した吸着塔に被処理液を上昇流によって通し、塔内でイオン交換樹脂を浮遊流動させながらイオン交換を行うものである。
【００１８】
そして、固定層式および移動層式では、イオン交換樹脂の積層中でイオン交換を行うため、イオン交換が進行するにつれて、積層中のイオン交換樹脂の真比重上昇に伴う通液圧の上昇により、イオン交換樹脂が物理的に崩壊しやすくなってしまうという欠点がある。さらに、積層入口近傍および積層中に被処理液の濁度成分が堆積することによる通液圧の上昇を防止するために、被処理液の濁度成分を除去する必要がある。
【００１９】
また、流動層式では、イオン交換樹脂の比重が１．１程度であり上昇流による上昇速度に限界があり偏流しやすいため、固定層式および移動層式に比べて、被処理液とイオン交換樹脂との接触性か悪く、イオン交換樹脂を多く使用する必要があるという欠点がある。
【００２０】
そこで、これらの固定層式、移動層式および流動層式の欠点を解消した樹脂吸着法としては、流動状態で連続的に溶離再生したイオン交換樹脂を吸着塔の上部から投入して、イオン交換樹脂と被処理液とを向流接触させ、ヨウ素を吸着したイオン交換樹脂を流動層の

下部から断続的に抜き出す吸着方式において、イオン交換効率を向上するために吸着塔内に多孔板を設置する方法が知られている（例えば、特許文献３参照。）。

【００２１】

この特許文献３の方法では、多孔板を設置して吸着塔内を上下方向に多段化することで、吸着塔内のイオン交換樹脂がヨウ素を吸着して真比重が増加しながら沈降する自然分級作用を維持しつつ、下方のイオン交換樹脂が上方のイオン交換樹脂と混合する、いわゆる逆混合現象を抑制できるため、イオン交換樹脂の利用効率を向上でき、高効率でヨウ素を吸着できる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【００２２】

【特許文献１】特開昭５１－５５７７９号公報

【特許文献２】特公昭５４－２６２５号公報

【特許文献３】特公昭５３－２８０３８号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【００２３】

しかしながら、上述の特許文献３の方法であっても、例えば使用するイオン交換樹脂の粒子径の分布にばらつきがある場合には、比較的粒子径の大きいイオン交換樹脂はヨウ素を十分に吸着する前に沈降してしまう可能性がある。

【００２４】

そのため、流動層の下部から連続的に抜き出したイオン交換樹脂に、ヨウ素吸着率の低いイオン交換樹脂も含まれてしまい、効率的にヨウ素を回収できない問題が考えられる。

【００２５】

本発明はこのような点に鑑みなされたもので、効率的にヨウ素を回収できる吸着塔およびヨウ素吸着方法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】

【００２６】

請求項１に記載された吸着塔は、遊離ヨウ素を含有するヨウ素イオン液と、ヨウ素を吸着可能な塩基性イオン交換樹脂とを向流接触させて、ヨウ素イオン液の遊離ヨウ素およびヨウ素イオンの少なくとも一方を塩基性イオン交換樹脂に吸着させる吸着塔であって、上下方向を有し、下部からヨウ素イオン液が供給され、上部から塩基性イオン交換樹脂が供給される有底筒状の吸着塔本体と、孔径が５ｍｍ以上１５ｍｍ以下で、開口率が３０％以上７０％以下となるように複数の貫通孔が設けられ、吸着塔本体内を上下方向に仕切る多孔板と、多孔板を貫通し、内径が１５ｍｍ以上２５ｍｍ以下で、オリフィス径が５ｍｍ以上１５ｍｍ以下で、ヨウ素を吸着した状態の塩基性イオン交換樹脂およびヨウ素イオン液が同時に通過可能なオリフィス管と、多孔板の各貫通孔に設置され、ヨウ素イオン液が通過可能で、塩基性イオン交換樹脂が貫通孔を通過することを防止する分散ノズルとを具備し、分散ノズルは、多孔板の上面側に位置しヨウ素イオン液が流出する流出口と、この流出口の上部に設けられた天面部とを有し、天面部の外周縁および流出口の下端縁を通る直線と多孔板の上面との角度が、多孔板上における塩基性イオン交換樹脂の安息角以下であるものである。

【００２７】

請求項２に記載された吸着塔は、請求項１記載の吸着塔において、オリフィス管は、内径に対するオリフィス径の開孔比が、そのオリフィス管が設けられた多孔板の下側からの段数をｋとし、この開孔比をφｋとし、吸着塔本体内において多孔板にて仕切られた全段数をＮとすると、φｋ＝（６０／Ｎ）×ｋであるものである。

【００２８】

請求項３に記載されたヨウ素吸着方法は、請求項１または２記載の吸着塔を用いて遊離ヨウ素を含有するヨウ素イオン液からヨウ素を吸着するヨウ素吸着方法であって、吸着塔

本体における最上部での空塔速度が１０ｍ／ｈ以上３０ｍ／ｈ以下となるように吸着塔本体の下部からヨウ素イオン液を上昇流として供給し、吸着塔本体の上部から塩基性イオン交換樹脂を連続的に供給し、吸着塔本体内にてヨウ素イオン液と塩基性イオン交換樹脂とを流動状態で向流接触させて、塩基性イオン交換樹脂によりヨウ素イオン液から遊離ヨウ素およびヨウ素イオンの少なくとも一方を吸着し、ヨウ素を吸着した塩基性イオン交換樹脂がオリフィス管を通過して下降し、この下降した塩基性イオン交換樹脂を下部から連続的に抜き出すものである。

【００２９】

請求項４に記載されたヨウ素吸着方法は、請求項３記載のヨウ素吸着方法において、ヨウ素イオン液は、ヨウ素の濃度が７０ｍｇ／Ｌ以下であるものである。

【００３０】

請求項５に記載されたヨウ素吸着方法は、請求項３または４記載のヨウ素吸着方法において、塩基性イオン交換樹脂は、粒子径が３００μｍ以上１５００μｍ以下であるものである。

【発明の効果】

【００３１】

本発明によれば、多孔板に設けられたオリフィス管と分散ノズルとにより、吸着塔本体内における強塩基性イオン交換樹脂の流動を制限できるため、効率的にヨウ素を回収できる。

【図面の簡単な説明】

【００３２】

【図１】本発明の一実施の形態に係る吸着塔の構成を示す配管図である。

【図２】同上吸着塔のオリフィス管を示す断面図である。

【図３】同上吸着塔の分散ノズルを示す断面図である。

【発明を実施するための形態】

【００３３】

以下、本発明の一実施の形態の構成について図面を参照しながら説明する。

【００３４】

図１において、１は吸着塔であり、この吸着塔１は、遊離ヨウ素を含有するヨウ素イオン液と、遊離ヨウ素やヨウ素イオンなどのヨウ素を吸着可能な塩基性イオン交換樹脂としての強塩基性イオン交換樹脂とを向流接触させて、ヨウ素イオン液の遊離ヨウ素およびヨウ素イオンの少なくとも一方を強塩基性イオン交換樹脂に吸着させるものである。

【００３５】

このような吸着塔１は、上下方向を有し、下端部がテーパ状に閉塞され上端部が開放された直胴型の有底円筒状の吸着塔本体２を備えている。

【００３６】

吸着塔本体２の下部には、ヨウ素イオン液を供給する送液手段３が接続され、吸着塔本体２の上部には、強塩基性イオン交換樹脂を供給する樹脂供給手段４が接続されている。

【００３７】

また、吸着塔本体２の下端部には、ヨウ素を吸着した後の強塩基性イオン交換樹脂が回収されて貯留される樹脂回収手段５が接続されている。

【００３８】

さらに、吸着塔１の上端部には、ヨウ素イオン液からヨウ素が吸着された後の処理水を排出するための排水手段６が接続されている。

【００３９】

送液手段３は、天然かん水などのヨウ素含有液に予め塩素などの酸化剤を添加して、一部遊離ヨウ素を発生させたヨウ素イオン液を吸着塔１に供給するものである。

【００４０】

この送液手段３は、ヨウ素イオン液が貯留される液貯留槽11を有し、この液貯留槽11には圧送ポンプ12を介して注入設備13が接続されている。

【００４１】
この注入設備13は、ヨウ素イオン液に次亜塩素酸ナトリウム水溶液および硫酸水溶液を必要量添加して連続的にヨウ素イオンの一部を遊離ヨウ素に変換するものである。
【００４２】
また、注入設備13は、配管を介して吸着塔本体２に接続されているとともに、吸着塔１へヨウ素イオン液を送液するための圧送ポンプ14が設けられている。
【００４３】
そして、ヨウ素イオン液は、液貯留槽11から注入設備13へ送液され、注入設備13にて遊離ヨウ素を発生させて、吸着塔本体２内で上昇流となるように吸着塔本体２へ供給される。
【００４４】
なお、ヨウ素イオン液は、予め曝気やろ過などの前処理により濁度成分（ＳＳ）を除去した状態で用いられると好ましい。
【００４５】
樹脂供給手段４は、未使用や再生済みの強塩基性イオン交換樹脂をスラリ状態で吸着塔１の上部へ連続的に供給するものである。
【００４６】
この樹脂供給手段４は、強塩基性イオン交換樹脂が貯留される樹脂貯留槽15を有し、この樹脂貯留槽15には、バルブ16が設けられた配管を介して、強塩基性イオン交換樹脂を計量可能な樹脂計量槽17が接続されている。
【００４７】
また、この樹脂計量槽17は、バルブ18が設けられた配管を介して吸着塔本体２に接続されているとともに、計量した所定量の強塩基性イオン交換樹脂を吸着塔１へ送るための圧送ポンプ19が設けられている。
【００４８】
そして、バルブ16が開放された状態にて、樹脂貯留槽15から樹脂計量槽17へ強塩基性イオン交換樹脂が供給される。また、バルブ18が開放された状態にて、樹脂計量槽17から吸着塔１へ所定量の強塩基性イオン交換樹脂が連続的に供給される。
【００４９】
樹脂回収手段５は、ヨウ素吸着後の強塩基性イオン交換樹脂が貯留される回収樹脂貯留槽21を有し、この回収樹脂貯留槽21は、バルブ22が設けられた配管を介して吸着塔本体２の底部に接続されている。
【００５０】
そして、ヨウ素吸着後の強塩基性イオン交換樹脂は、バルブ22が開放された状態にて、吸着塔１から回収樹脂貯留槽21へ供給されて回収される。
【００５１】
また、回収樹脂貯留槽21は、バルブ23が設けられた配管を介して図示しない溶離装置に接続されており、この溶離装置によって、ヨウ素吸着後の強塩基性イオン交換樹脂からヨウ素が溶離される。
【００５２】
排水手段６は、吸着塔本体２の上端部に設けられた樹脂トラップ24を有し、この樹脂トラップ24には、配管を介して排水貯留槽25が接続されている。
【００５３】
樹脂トラップ24は、強塩基性イオン交換樹脂が、ヨウ素吸着後の処理水とともに排水貯留槽25へ流出しないように、強塩基性イオン交換樹脂を保持するものである。
【００５４】
そして、ヨウ素吸着後の処理水は、樹脂トラップ24を介して、排水貯留槽25へ排水される。
【００５５】
吸着塔１は、吸着塔本体２内に複数、例えば５つの多孔板31が互いに離間して設けられ

、これら多孔板31により吸着塔本体２内が上下方向に仕切られて、５段に多段化されている。

【００５６】

多孔板31は、例えばポリ塩化ビニルなどの不透液性材料で形成されている。この多孔板31には、多孔板31を上下方向に貫通し、ヨウ素イオン液が通過可能な複数の貫通孔33が設けられている。

【００５７】

また、多孔板31には、ヨウ素を吸着した強塩基性イオン交換樹脂およびヨウ素イオン液が同時に通過可能な１つのオリフィス管としてのオリフィス短管34が、多孔板31を上下方向に貫通するように設けられている。

【００５８】

さらに、各貫通孔33には、ヨウ素イオン液が通過可能で強塩基性イオン交換樹脂の通過を防止する分散ノズル35が、挿入されるように一体的に設けられている。

【００５９】

そして、吸着塔本体２の下部から上昇流として供給されたヨウ素イオン液は、貫通孔33を通過して分散ノズル35から多孔板31の上側へ流入するとともに、オリフィス短管34を通過して多孔板31の上側へ流入し、順次多孔板31の上段へ流動する。

【００６０】

また、このように上方へ移動してきたヨウ素イオン液と、吸着塔本体２の上部から供給された強塩基性イオン交換樹脂とが各段にて向流接触し、ヨウ素イオン液の遊離ヨウ素およびヨウ素イオンの少なくとも一方を強塩基性イオン交換樹脂が吸着する。

【００６１】

さらに、このようにヨウ素を吸着した強塩基性イオン交換樹脂は、真比重が増加するため、その自重によりオリフィス短管34を通過し、自然分級されて多孔板31の下段へ流動する。

【００６２】

吸着塔１は、多孔板31にて仕切られた各段の高さ、すなわち、多孔板31同士の離間距離が吸着塔本体２内部の直径の０．２５倍未満であると、オリフィス短管34から強塩基性イオン交換樹脂の吹き上げが発生し強塩基性イオン交換樹脂が均一に流動できなくなる可能性がある。また、多孔板31同士の離間距離が吸着塔本体２内部の直径の１．５倍を超えると、各段における流動状態で強塩基性イオン交換樹脂が存在しない空間であるフリーゾーンが大きくなり、必要以上に吸着塔１の高さが高く経済的ではない。そこで、吸着塔１は、多孔板31同士の離間距離が、吸着塔本体２内部の直径の０．２５倍以上１．５倍以下に設計することが好ましい。

【００６３】

貫通孔33は、孔径が５ｍｍ未満であると、ヨウ素イオン液の濁度成分（ＳＳ）による目詰まりなどが発生する可能性があり、１５ｍｍを超えると、上昇するヨウ素イオン液に偏流などが生じ、ヨウ素イオン液が均一に流動できない可能性がある。そこで、貫通孔33の孔径は、５ｍｍ以上１５ｍｍ以下とした。

【００６４】

また、多孔板31における各貫通孔33による開口率が３０％未満であると、上昇するヨウ素イオン液に偏流などが生じて、ヨウ素イオン液が均一に流動できない可能性があり、７０％を超えると、オリフィス短管34と分散ノズル35との圧力損失のバランスが悪くなり、オリフィス短管34における強塩基性イオン交換樹脂の流動性が悪化してしまう可能性がある。そこで、多孔板31における各貫通孔33による開口率は、３０％以上７０％以下とした。

【００６５】

オリフィス短管34は、図２に示すように、円筒状の直胴部36と、この直胴部36の内周面より縮径した縮径部37とを有する。

【００６６】

また、オリフィス短管34には、直胴部36の外周面より拡径した拡径部38が設けられ、この拡径部38が多孔板31の上面に係合することにより、オリフィス短管34の設置状態が保持される。

【００６７】

さらに、オリフィス短管34には、直胴部36の延長線上に位置し、縮径部37から直胴部36とは反対側、すなわち上方へ突出した突出部39が設けられている。この突出部39は、多孔板31の上面からの突出高さが分散ノズル35と同じ高さに設計されると好ましい。

【００６８】

このようなオリフィス短管34は、直胴部36の内径である内径ϕ_1が１５ｍｍ未満であると、オリフィス短管34の内部におけるヨウ素イオン液の上昇速度と、オリフィス短管34の外部におけるヨウ素イオン液の上昇速度とに差が生じ、真比重の増加に伴ってオリフィス短管34を通過した強塩基性イオン交換樹脂が、オリフィス短管34外の強塩基性イオン交換樹脂と均一に混合しにくくなる可能性がある。また、内径ϕ_1が２５ｍｍを超えると、ヨウ素イオン液の停水状態にて強塩基性イオン交換樹脂がオリフィス短管34から自然落下しやすくなり、オリフィス短管34内に溜まる強塩基性イオン交換樹脂量が多くなってしまう可能性がある。そこで、オリフィス短管34の内径ϕ_1は、１５ｍｍ以上２５ｍｍ以下とした。

【００６９】

また、オリフィス短管34は、縮径部37の内径であるオリフィス径ϕ_2が５ｍｍ未満であると、強塩基性イオン交換樹脂の逆混合が生じる可能性があり、オリフィス径ϕ_2が１５ｍｍを超えると、粒子径が大きくヨウ素吸着率の低い強塩基性イオン交換樹脂も通過しやすくなってしまう。そこで、オリフィス短管34のオリフィス径ϕ_2は５ｍｍ以上１５ｍｍ以下とした。

【００７０】

さらに、各多孔板31におけるオリフィス短管34は、強塩基性イオン交換樹脂の真比重増加に伴う自然分級作用を効率よく奏するために、内径ϕ_1に対するオリフィス径ϕ_2の開孔比、すなわち内径ϕ_1に基づく開口面積に対するオリフィス径ϕ_2に基づく開口面積の比率を、吸着塔本体２内に設置する多孔板31の数、すなわち段数に応じて設定することが好ましい。

【００７１】

より具体的には、吸着塔本体２における多孔板31の下側からの段数をｋとし、このｋ段目の多孔板31におけるオリフィス短管34の開孔比をϕk（％）とし、吸着塔本体２内に設置された多孔板31の数、すなわち多孔板31にて仕切られた吸着塔本体２内における全段数をＮとすると、$\phi k = (60/N) \times k$とする式１にて設定することが好ましい。

【００７２】

また、吸着塔本体２における最下段以外のオリフィス短管34の下端部は、オリフィス短管34が設けられた多孔板31の下段における強塩基性イオン交換樹脂の静止界面に達していない場合には、ヨウ素イオン液が停水した状態における上段からオリフィス短管34を通って自然落下する強塩基性イオン交換樹脂の量が多くなってしまう可能性がある。そこで、オリフィス短管34の下端部は、下段の強塩基性イオン交換樹脂の静止界面に達するように設計されることが好ましい。

【００７３】

なお、吸着塔本体２における最下段の多孔板31に設けられたオリフィス短管34には、オリフィス短管34の開閉状態を切り替える逆止弁40が設置されており、オリフィス短管34の開閉状態を操作できるため、下段の強塩基性イオン交換樹脂の静止界面を考慮する必要がない。

【００７４】

また、吸着塔本体２内では、オリフィス短管34の上方の延長線上に上段のオリフィス短管34が位置していると、上段のオリフィス短管34を通過したヨウ素吸着率が低い強塩基性イオン交換樹脂がそのまま通過してしまう可能性がある。そこで、オリフィス短管34の上

方の延長線上には、上段のオリフィス短管34が位置せず、上段の分散ノズル35が位置することが好ましい。

【００７５】

分散ノズル35は、図３に示すように、貫通孔33に挿通され、内部をヨウ素イオン液が通過可能な円筒状のノズル本体41を有している。

【００７６】

また、このノズル本体41の上部には、ノズル本体41の外周面より拡径した係合部42が設けられ、この係合部42が多孔板31の上面に係合することにより、分散ノズル35の設置状態が保持される。

【００７７】

さらに、係合部42の上部には、多孔板31の上面より上方に突出した枠部材43にて形成され、ノズル本体41の内部に連通する流出口44が設けられている。この流出口44は、ヨウ素イオン液が通過可能であり、ノズル本体41を通って下段から上昇してきたヨウ素イオン液が流出口44から流出する。

【００７８】

また、流出口44の上部には、枠部材43から外側へ突出した天面部45が設けられている。この天面部45は、天面部45の外周縁45aおよび流出口44の下端縁44aを通る直線と、多孔板31の上面との内角の角度θが、ヨウ素イオン液が停水した状態において多孔板31上に積み上げられた強塩基性イオン交換樹脂が自然落下して自発的に崩れない傾斜角度、すなわち強塩基性イオン交換樹脂の安息角以下となるように設計されている。

【００７９】

次に、上記吸着塔１を用いたヨウ素吸着方法について説明する。

【００８０】

吸着塔１を用いてヨウ素イオン液からヨウ素を吸着するには、吸着塔本体２の下部から送液手段３によりヨウ素イオン液を供給する。

【００８１】

ヨウ素イオン液を供給する際には、吸着塔本体２の最上部、すなわち最上段の空間内での空塔速度が３０ｍ／ｈを超えると、粒子径が比較的小さい強塩基性イオン交換樹脂が、ヨウ素吸着後の処理水に伴って樹脂トラップ24を通過して流出される可能性がある。また、吸着塔本体２の最上部での空塔速度が１０ｍ／ｈ未満であると、吸着塔本体２が直胴型の場合に、強塩基性イオン交換樹脂が下降してきた最下段において、良好な流動状態が保てなくなる可能性がある。そこで、ヨウ素イオン液は、吸着塔本体２の最上部での空塔速度が１０ｍ／ｈ以上３０ｍ／ｈ以下となる上昇流として供給する。

【００８２】

また、吸着塔本体２の上部から樹脂供給手段４により強塩基性イオン交換樹脂を連続的に供給する。

【００８３】

そして、吸着塔本体２内の各段において、下部から供給されたヨウ素イオン液と、上部から供給された強塩基性イオン交換樹脂とを向流接触させて、強塩基性イオン交換樹脂によりヨウ素イオン液のヨウ素を吸着する。

【００８４】

また、ヨウ素を吸着した強塩基性イオン交換樹脂は、真比重が増加することにより自重によってオリフィス短管34を通過可能になり、オリフィス短管34を介して自然分級される。

【００８５】

オリフィス短管34を通過して下降した強塩基性イオン交換樹脂は、そのまま下段の多孔板31上に積み上げられるように積層される。

【００８６】

なお、ヨウ素イオン液が通過する各貫通孔33には、分散ノズル35が設けられており、この分散ノズル35の内角の角度θが強塩基性イオン交換樹脂の安息角以下であるため、多孔

板31上に積み上げられた強塩基性イオン交換樹脂が分散ノズル35の流出口44へ流入しにくく、強塩基性イオン交換樹脂が貫通孔33を通過しにくい。

【００８７】

そして、上段のオリフィス短管34を通過した強塩基性イオン交換樹脂は、再度ヨウ素イオン液からヨウ素を吸着して真比重がさらに増加すると、オリフィス短管34を通過し、順次下降する。すなわち、強塩基性イオン交換樹脂は、下段へ下降する毎にヨウ素吸着率が上昇する。

【００８８】

したがって、ヨウ素イオン液として、例えばヨウ素の濃度が７０ｍｇ／Ｌ以下の低濃度のものを用いることが可能である。

【００８９】

また、このように各段を通過して下降してきたヨウ素を吸着した状態の強塩基性イオン交換樹脂を、最下部である底部から樹脂貯留槽15へ連続的に抜き出す。

【００９０】

一方、強塩基性イオン交換樹脂にてヨウ素を吸着されながら上昇してきた処理水は、最上部に設けられた樹脂トラップ24を通過して、排水貯留槽25へ排水される。

【００９１】

ここで、強塩基性イオン交換樹脂は、粒子径が３００μｍ未満であると、最上部にて処理水に伴って樹脂トラップ24を通過して流出する可能性があり、粒子径が１５００μｍを超えるとヨウ素吸着率が低い状態でもオリフィス短管34を通過する可能性がある。

【００９２】

したがって、強塩基性イオン交換樹脂は、予め洗浄または篩いがけなどにて分級し粒子径３００μｍ以上１５００μｍ以下の範囲内の粒子分布のものを用いることが好ましい。このように、粒子径３００μｍ未満および粒子径１５００μｍを超える粒子を含まない強塩基性イオン交換樹脂としては、例えば、三菱化学株式会社製のダイヤイオンＮＳＡ１００（ダイヤイオンは登録商標であり、以下同じ。）、ダイヤイオンＵＢＡ１００、および、ダイヤイオンＵＢＡ１２０や、オルガノ株式会社製のアンバーライトＩＲＡ４００Ｊ（アンバーライトは登録商標である。）、アンバージェット４００２（アンバージェットは登録商標である。）、および、アンバージェット４４００などがある。

【００９３】

次に、上記一実施の形態の効果を説明する。

【００９４】

上記一実施の形態によれば、ヨウ素を吸着した強塩基性イオン交換樹脂およびヨウ素イオン液が通過可能なオリフィス短管34と、ヨウ素イオン液が通過可能で、強塩基性イオン交換樹脂が貫通孔33を通過することを防止する分散ノズル35とが多孔板31に設けられ、これらオリフィス短管34および分散ノズル35により、吸着塔本体２内におけるヨウ素吸着率の低い強塩基性イオン交換樹脂の流動を制限できる。したがって、十分にヨウ素を吸着した強塩基性イオン交換樹脂を抜き出して回収しやすく、効率的にヨウ素を回収できる。

【００９５】

オリフィス短管34は、内径ϕ_1に対するオリフィス径ϕ_2の開孔比φｋが、吸着塔本体２内の多孔板31にて仕切られた全段数に基づく式１にて設定されるため、各段におけるオリフィス短管34による強塩基性イオン交換樹脂の自然分級効果を確保できる。

【００９６】

また、オリフィス短管34は、多孔板31の上面から突出した突出部39を有し、この突出部39の突出高さが分散ノズル35の天面部45の高さと同じであることにより、粒子径が大きくヨウ素吸着率が低い強塩基性イオン交換樹脂が下段へ下降することを防止できる。

【００９７】

分散ノズル35は、天面部45による内角の角度θが強塩基性イオン交換樹脂の安息角以下であるため、流出口44に強塩基性イオン交換樹脂が進入しにくく、オリフィス短管34以外からの強塩基性イオン交換樹脂の下降を防止できる。

【００９８】
また、オリフィス短管34の上方の延長線上に上段の分散ノズル35が位置することにより、上段のオリフィス短管34を通過したヨウ素吸着率の低い強塩基性イオン交換樹脂がそのままオリフィス短管34を通過することを防止できるため、ヨウ素吸着率が低い強塩基性イオン交換樹脂が下段へ下降することを防止できる。
【００９９】
強塩基性イオン交換樹脂は、粒子径が３００μｍ以上１５００μｍ以下のものを用いることにより、ヨウ素吸着後の処理水に伴って強塩基性イオン交換樹脂が排出されることを防止できるとともに、ヨウ素吸着率の低い強塩基性イオン交換樹脂が下段へ下降することを防止できる。
【０１００】
なお、上記一実施の形態では、吸着塔本体２が直胴型である構成としたが、このような構成には限定されず、上部の断面積が下部の断面積より大きいテーパ型の構成などにしてもよい。このようなテーパ型の構成では、下部から一定の速度で供給されたヨウ素イオン液の上昇速度が、断面積に応じて変化して、下部で速く、上部で遅くなるため、下部では良好な流動状態を維持しやすく、上部ではヨウ素吸着率の低い強塩基性イオン交換樹脂の飛散を提言できる。
【０１０１】
また、吸着塔本体２は、円筒状の構成にしたが、このような構成には限定されず、例えば角柱状であってもよい。角柱状の場合は、多孔板31同士の離間距離は、吸着塔本体２内における最長対角線長さの０．２５倍以上１．５倍以下とすることが好ましい。
【０１０２】
さらに、吸着塔本体２は、５つの多孔板31が設けられて５段の構成としたが、このような構成には限定されない。
【０１０３】
しかしながら、３段未満では強塩基性イオン交換樹脂の利用効率が低下し、７段を超えると１段あたりの強塩基性イオン交換樹脂の保有量が少なくなり、オリフィス短管34から強塩基性イオン交換樹脂の吹き上げが発生して均一に流動できなくなる可能性があるため、吸着塔本体２内の段数は、３段以上７段以下が好ましい。
【０１０４】
オリフィス短管34は、各多孔板31に１つずつ設けられた構成としたが、このような構成には限定されず、複数のオリフィス短管34が設けられた構成にしてもよい。
【実施例】
【０１０５】
以下、本実施例および比較例について説明する。
【０１０６】
まず、実施例１では、内径が１３１ｍｍで高さ１００ｍｍの透明ポリ塩化ビニル製の第１の円筒と、上端部の内径が１３１ｍｍで下端部の内径が１０７ｍｍで高さが１００ｍｍの透明ポリ塩化ビニル製のテーパ型円筒と、内径１０７ｍｍで高さ３００ｍｍの透明ポリ塩化ビニル製の第２の円筒とを順次接続して、吸着塔本体を構成した。
【０１０７】
また、この吸着塔本体の下端部から高さ１００ｍｍ毎にポリ塩化ビニル製の多孔板を５つ設置した。
【０１０８】
これらの多孔板には、孔径１０ｍｍの貫通孔が複数設けられ、開口率が６０％のものを用いた。また、この多孔板の中心から２５ｍｍの位置に内径１６ｍｍで、長さ５０ｍｍのオリフィス短管を１つ取り付けた。さらに、各貫通孔に天面部による内角の角度θが２０°である分散ノズルを設置した。
【０１０９】
また、吸着塔本体の下端部には、樹脂受け槽を備えた上部内径が１０７ｍｍで下部内径

が４４ｍｍで高さが２００ｍｍのポリ塩化ビニル製のテーパ型の送液槽を接続し、段数５段の吸着塔を形成した。

【０１１０】

各段のオリフィス短管のオリフィス径は上記式１に基づいて設定され、下段から順に５．５ｍｍ、７．８ｍｍ、９．６ｍｍ、１１．０ｍｍおよび１２．４ｍｍとした。

【０１１１】

また、最下段のオリフィス短管の下部には吸着塔外から開閉操作可能なバタフライバルブを設置した。

【０１１２】

そして、このバタフライバルブを閉塞した状態で、吸着塔本体の最下段に強塩基性イオン交換樹脂として三菱化学株式会社製のダイヤイオンＮＳＡ１００を４５０ｍＬ充填した。

【０１１３】

また、ヨウ素イオン液として、ヨウ素含有量３８ｍｇ／Ｌ（遊離ヨウ素として２３．８ｍｇ／Ｌ、ヨウ化物イオンとして１１．７ｍｇ／Ｌおよびヨウ素酸イオンとして２．５ｍｇ／Ｌ）の天然かん水を２７０Ｌ／ｈの速度（最上部での空塔速度２０ｍ／ｈ）で送液槽へ導入し、流動層吸着操作を開始し、登頂から溢れる排水を排水受け槽に導いた。

【０１１４】

その後、２日毎に４５０ｍＬのダイヤイオンＮＳＡ１００を１時間かけて最上段に供給する運転を１０日間継続した。

【０１１５】

次いで、最下段のオリフィス短管に取り付けてあるバタフライバルブを開き、８．７５ｍＬ／ｈの速度で樹脂を連続的に落下させて樹脂受けに貯め、同時に最上段に８．７５ｍＬ／ｈの速度でダイヤイオンＮＳＡ１００の連続的供給を開始し、連続向流操作へ移行した。

【０１１６】

その後、１日おきに出口排水のヨウ素濃度および樹脂受け槽に落下してくる強塩基性イオン交換樹脂の真比重を測定し、定常値に達した時点で、排水受け槽へ導入される出口排水のヨウ素濃度が４．７ｍｇ／Ｌで、ヨウ素吸着率が７６．０％という結果を得た。

【０１１７】

次に、実施例２では、内径が１０７ｍｍで高さ５００ｍｍの透明ポリ塩化ビニル製の吸着塔本体を用いた。

【０１１８】

また、この吸着塔本体の下端部から高さ１００ｍｍ毎にポリ塩化ビニル製の多孔板を４つ設置した。

【０１１９】

これらの多孔板には、孔径１０ｍｍの貫通孔が複数設けられ、開口率が６０％のものを用いた。また、この多孔板の中心から２５ｍｍの位置に内径１６ｍｍで、長さ５０ｍｍのオリフィス短管を１つ取り付けた。さらに、各貫通孔に天面部による内角の角度θが３０°である分散ノズルを設置した。

【０１２０】

また、吸着塔本体の下端部には、樹脂受け槽を備えた上部内径が１０７ｍｍで下部内径が４４ｍｍで高さが２００ｍｍのポリ塩化ビニル製のテーパ型の送液槽を接続し、段数４段の吸着塔を形成した。

【０１２１】

各段のオリフィス短管のオリフィス径は上記式１に基づいて設定され、下段から順に６．２ｍｍ、８．８ｍｍ、１０．７ｍｍおよび１２．４ｍｍとした。

【０１２２】

また、最下段のオリフィス短管の下部には吸着塔外から開閉操作可能なバタフライバルブを設置した。

【０１２３】
そして、このバタフライバルブを閉塞した状態で、吸着塔本体の最下段に強塩基性イオン交換樹脂として三菱化学株式会社製のダイヤイオンＵＢＡ１００を４５０ｍＬ充填した。
【０１２４】
また、ヨウ素イオン液として、ヨウ素含有量３８ｍｇ／Ｌ（遊離ヨウ素として２３．８ｍｇ／Ｌ、ヨウ化物イオンとして１１．７ｍｇ／Ｌおよびヨウ素酸イオンとして２．５ｍｇ／Ｌ）の天然かん水を１３５Ｌ／ｈの速度（最上部での空塔速度１５ｍ／ｈ）で送液槽へ導入し、流動層吸着操作を開始し、登頂から溢れる排水を排水受け槽に導いた。
【０１２５】
その後、２日毎に４５０ｍＬのダイヤイオンＵＢＡ１００を１時間かけて最上段に供給する運転を８日間継続した。
【０１２６】
次いで、最下段のオリフィス短管に取り付けてあるバタフライバルブを開き、８．７５ｍＬ／ｈの速度で樹脂を連続的に落下させて樹脂受けに貯め、同時に最上段に８．７５ｍＬ／ｈの速度でダイヤイオンＵＢＡ１００の連続的供給を開始し、連続向流操作へ移行した。
【０１２７】
その後、１日おきに出口排水のヨウ素濃度および樹脂受け槽に落下してくる強塩基性イオン交換樹脂の真比重を測定し、定常値に達した時点で、排水受け槽へ導入される出口排水のヨウ素濃度が６．３ｍｇ／Ｌで、ヨウ素吸着率が８３．８％という結果を得た。
【０１２８】
次に、比較例では、内径が１０７ｍｍで高さ５００ｍｍの透明ポリ塩化ビニル製の吸着塔本体を用いた。
【０１２９】
また、この吸着塔本体の下端部から高さ１００ｍｍ毎にポリ塩化ビニル製の多孔板を４つ設置した。
【０１３０】
これらの多孔板には、孔径１０ｍｍの貫通孔が複数設けられ、開口率が６０％のものを用いた。
【０１３１】
また、吸着塔本体の下端部には、樹脂受け槽を備えた上部内径が１０７ｍｍで下部内径が４４ｍｍで高さが２００ｍｍのポリ塩化ビニル製のテーパ型の送液槽を接続し、段数４段の吸着塔を形成した。
【０１３２】
最下段の多孔板の貫通孔には、天面部による内角の角度θが２０°の分散ノズルを設置し、最下段の側面に強塩基性イオン交換樹脂を抜き取るための樹脂抜き取りノズルを設置して、開閉バルブを取り付けた。
【０１３３】
そして、吸着塔本体の最下段に強塩基性イオン交換樹脂として三菱化学株式会社製のダイヤイオンＮＳＡ１００を４５０ｍＬ充填した。
【０１３４】
また、ヨウ素イオン液として、ヨウ素含有量３８ｍｇ／Ｌ（遊離ヨウ素として２３．８ｍｇ／Ｌ、ヨウ化物イオンとして１１．７ｍｇ／Ｌおよびヨウ素酸イオンとして２．５ｍｇ／Ｌ）の天然かん水を１３５Ｌ／ｈの速度（最上部での空塔速度１５ｍ／ｈ）で送液槽へ導入し、流動層吸着操作を開始し、塔頂から溢れる排水を排水受け槽に導いた。
【０１３５】
８日経過後、通液量を７０Ｌ／ｈｒに低下させて、最下段の樹脂抜き取りノズルの開閉バルブを開放し、３０分かけて４５０ｍＬの強塩基性イオン交換樹脂を抜き取り、同時に３０分かけて最上段に４５０ｍＬのダイヤイオンＮＳＡ１００を供給し、通液量を１３５

Ｌ／ｈｒに戻した。

【０１３６】

その後、同様の操作を２日おきに行う半連続操作（断続操作）に移行し、２日おきに強塩基性イオン交換樹脂抜き取り直前の排水受け槽へ導入される出口排水のヨウ素濃度と、抜き取った強塩基性イオン交換樹脂の平均の真比重を測定した。そして、これらの測定値が定常値に達した時点で、出口排水のヨウ素濃度８．２ｍｇ／Ｌ、平均のヨウ素吸着率６４．２％の結果を得た。

【０１３７】

これら各実施例および比較例の条件および結果を表１に示す。

【０１３８】

【表１】

	吸着塔	段数	操作	排水ヨウ素濃度(mg/L)	吸着率(%)
実施例1	テーパ型	5	連続	4.7	76.0
実施例2	直胴型	4	連続	6.3	83.8
比較例	直胴型	4	断続	8.2	64.2

【０１３９】

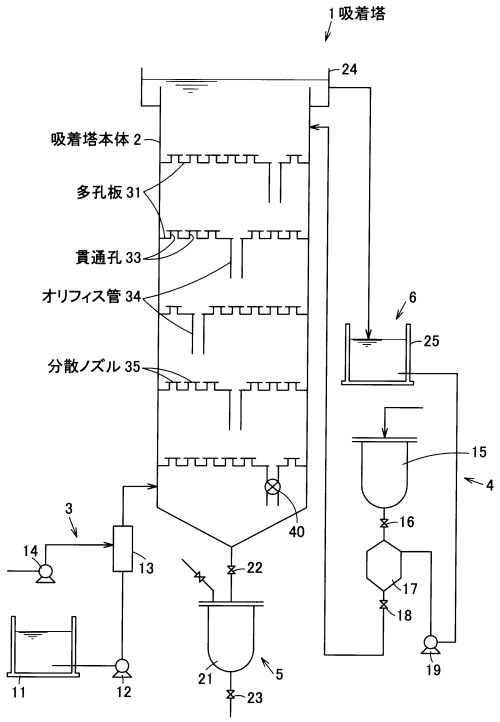
表１に示すように、実施例１および実施例２では、比較例に比べて、効率よくヨウ素イオン液からヨウ素を吸着分離できることが分かる。

【符号の説明】

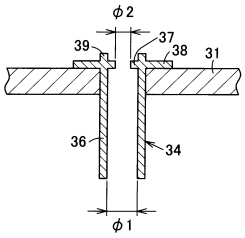
【０１４０】

1　吸着塔
2　吸着塔本体
31　多孔板
33　貫通孔
34　オリフィス管としてのオリフィス短管
35　分散ノズル
44　流出口
44a　下端縁
45　天面部
45a　外周縁

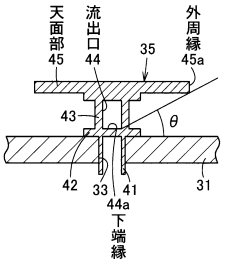
【図１】


1 吸着塔
24
吸着塔本体 2
多孔板 31
貫通孔 33
オリフィス管 34
分散ノズル 35
6
25
15
4
3
14
13
16
40
22
17
18
11
12
21
5
23
19

【図２】


φ2
39
37
38
31
36
34
φ1

【図３】


天面部 45
流出口 44
35
外周縁 45a
43
θ
42
33
41
44a 下端縁
31

フロントページの続き

(72)発明者　藤島　正典
新潟県新潟市中央区東中通一番町８６番地５１　株式会社東邦アーステック内
(72)発明者　美馬　清彦
新潟県新潟市中央区東中通一番町８６番地５１　株式会社東邦アーステック内

審査官　延平　修一

(56)参考文献　特開平１０－２４４１４５（ＪＰ，Ａ）
特開昭５６－０８４６０２（ＪＰ，Ａ）
特公昭５３－０２８０３８（ＪＰ，Ｂ２）
特開昭５７－１８８４０３（ＪＰ，Ａ）
特開昭４８－０３４７９３（ＪＰ，Ａ）
米国特許第０５３５６６１１（ＵＳ，Ａ）
特開平０６－１９９５０１（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｃ０１Ｂ　７／００－１１／２４