

合成吸着剤の試験方法

三菱ケミカル株式会社

分離材事業部

〒100-8251 東京都千代田区丸の内 1-1-1 パレスビル

合成吸着剤の試験方法

1 原液の調製

合成吸着剤に接触させる原液は、できるだけ懸濁物、油分、酸化剤、気泡を除去すること。

2 樹脂銘柄の選定

合成吸着剤による吸着では、吸着されるべき物質が吸着剤の細孔内を拡散し吸着面に達するのに、十分かつ適当な孔径を、吸着剤が持っている必要がある。さらに下記項目の特性も考慮して、最適な吸着剤を選定する。

2.1 細孔の大きさ

SP850 < SP825 < SP70 < SP700 < HP21・SP207 < HP20・HP2MG

分子量が数百の物質には SP800 シリーズが、数千以上の物質には HP20 シリーズが適合する。

2.2 吸着力の強さ

HP2MG < HP20・HP21・SP70・SP700・SP825・SP850 < SP207

SP207 は吸着力が強いため、従来対応できなかった吸着しにくい（水溶性低分子物質）系や、活性炭でも除去できなかった淡黄色系色素の吸着に適用し得る。ただし吸着力が強い一方で、溶離しがたい性質を持っているため、溶離時は、溶離剤の種類や濃度を考慮する必要がある。HP2MG は、従来溶離ができないために合成吸着剤が適用できなかった系（疎水性が大きい高分子）に適用し得る。

2.3 真比重

HP20・HP21・SP70・SP700・SP825・SP850 < HP2MG < SP207

SP207 は真比重が大きいため、逆洗が容易であり、沈静がはやい。特に高比重液の処理や、懸濁成分を含む系での上向流処理において効果を発揮する。

2.4 膨潤性

HP2MG < SP207・SP70・SP700・SP825・SP850 < HP20・HP21

HP20 シリーズは、水系から溶媒系に変わると 20～30%の体積変化を生ずるので、体積膨潤時の圧力によるカラムの破損や圧密化に配慮を要する

2.5 細孔分布のシャープさ（クロマト性）

HP20 < HP21・SP207 < SP70・SP700 < SP825・SP850

高分離能が要求される場合は、シャープな細孔分布を有している SP800 シリーズが

良好である。

3 樹脂銘柄の選定方法

樹脂銘柄の選定や吸着挙動を大まかに確認するための方法としては、バッチ法、カラム法の二通りの方法がある。以下にそれぞれの方法について示す。

3.1 バッチ法

バッチ法によるテストは、検討初期に有効な銘柄を選定するための簡易法であり、あくまでも目的に合った銘柄を大まかに決める方法である。

前処理済みの樹脂、約 10 mL を、ビーカーや三角フラスコに投入し、原液を所定量注ぐ。樹脂が浮遊する程度の強さで攪拌または振盪しながら 0.5~2 時間反応させた後、上澄み液、または樹脂を濾別した濾液を分析することにより、効果を確認する。このとき、一定時間ごとに分析を行うと、吸着速度を知ることができる。なおマグネチックスターラーを使用すると、吸着剤の種類によっては樹脂が破砕する場合があるので注意を要する。

3.2 カラム法

前処理済みの樹脂 10~20 mL をカラムに充填し、原液を SV 0.5~5 の流速で流す。処理液を一定量採取して分析することにより、効果を確認する。被吸着物質の分子量が大きい場合や、液の粘度が高い場合は、遅い流速で流す。

※前処理については、4.2 項を参照。

4 カラム通液条件の確認・設定

銘柄を選定した後、工業化を前提とした通液条件の確認や、溶離条件の最適化を、カラム通液試験で行う（特殊ケースとしてはバッチ法で工業化する場合がある）。

4.1 実験装置

実験用カラムとしては、上記樹脂選定時の小スケール実験の場合は直径 10~15mm のガラスカラムが便利であるが、本試験では直径 20mm 程度以上のカラムを使用し、吸着剤の充填層高は 60 cm 以上になるようにする。合成吸着剤は、水から有機溶媒に置換すると体積が 10~30%増加する。体積変化が大きい場合には、樹脂の膨潤圧力によりカラムが破損する危険があるので、ガラスカラム使用時には大口径のカラムを使用するなどの注意を要する。なお、塩化ビニル製やアクリル製のカラムは、使用溶媒、実験温度などに制限があるので注意が必要である。カラムは支持台等に垂直に固定する。実験装置例を図 1 に示す。

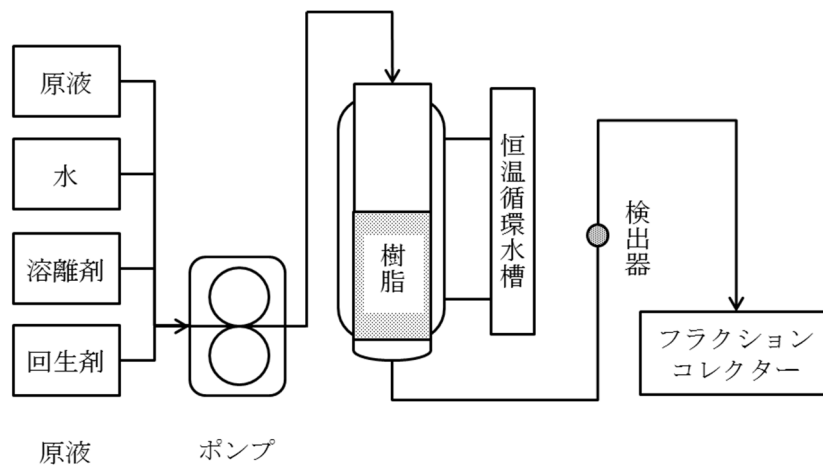


図1 実験装置例

4.2 前処理（ガス抜き）

樹脂中のガスを除去するため、あらかじめメスシリンダーを用いて水中での体積を正確に測り取った樹脂を、ビーカー中でメタノール（あるいは使用有機溶媒）に浸漬し、棒などでかきまぜて気泡を抜く。

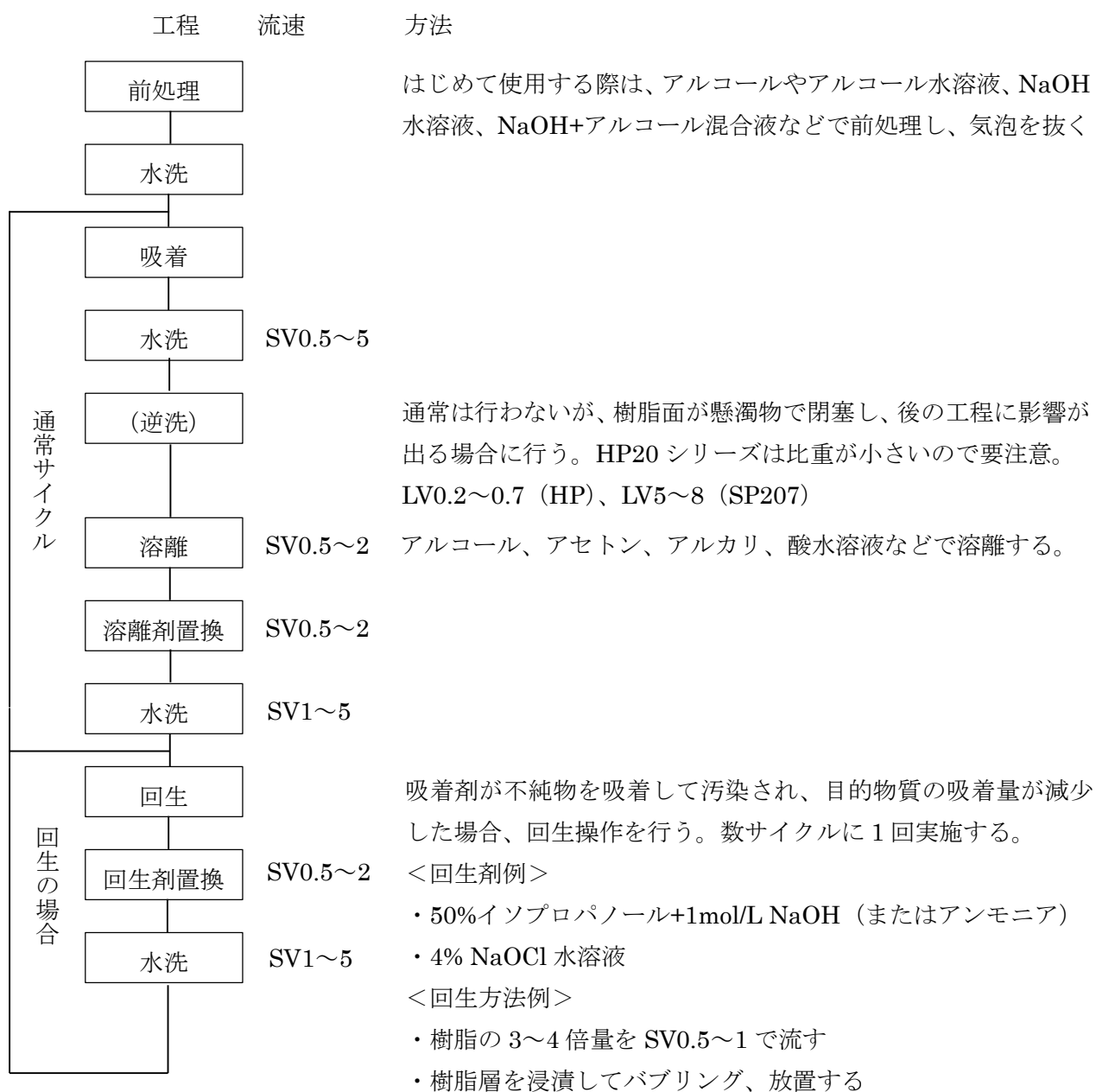
4.3 カラム充填

カラムへの樹脂充填は、水を張ったカラム内に、メタノール（あるいは使用有機溶媒）浸漬状態で投入する。この際、樹脂層中に気泡を入れないように注意する。もしも気泡が入ってしまった場合は、棒などを挿入して気泡を抜く。

4.4 吸着剤の洗浄

微量の溶出物が問題になる場合は、溶出物を除去するために、使用する有機溶媒で最低5倍量、SV2程度で洗浄した後、水洗する。

5 合成吸着剤カラム法の標準サイクル



6 実験操作

合成吸着剤の吸着力は、疎水性の大きい物質（非解離のもの）ほど大きいので、被吸着物質の化学的性質を把握したうえで、下記条件を設定する。

6.1 吸着

6.1.1 pH の調整

電解質の場合は非解離になるように、両性物質の場合は等電点になるように

pH を調整する。

6.1.2 塩濃度

塩を添加すると塩析効果により、被吸着物質の溶解度が減少し、吸着量が増大する。また、対イオンを変えることにより、吸着量が変化する場合がある。

6.1.3 溶媒系の変更

被吸着物質の溶解度を減少させることにより、吸着量を増大させることが可能な場合がある。

6.2 溶離・再生

通常、アルコール、アセトンなどの有機溶媒が使用される。また電解質、両性電解質の場合は、酸やアルカリの添加により解離させて水溶性を増して溶離させることが可能である。特殊な場合として、水、熱水、蒸気などで溶離できる場合もある。

実際には、有機溶媒と酸、アルカリを組み合わせ使用した例が多く見受けられる。

6.3 回生

樹脂が不純物を不可逆吸着し、吸着量の減少、分離性の低下など、性能が低下した場合、通常の溶媒よりもハードな条件で行う溶離（再生）を回生操作と呼ぶ。回生操作は、有機溶媒（アルコール、アセトン、ベンゼン、四塩化炭素など）、酸、アルカリ、界面活性剤、時には酸化剤を使用する場合もある。

一般的に用いられる回生剤としてはアルコールと NaOH の混合液がある。アルコール中での回生効果は、イソプロピルアルコール>エタノール>メタノールであり、2～4% NaOH 水溶液との混合液として用いられる。

なお、回生の時期は性能が完全に低下してからではなく、少し低下した段階（数サイクルに 1 回程度）で実施するほうが効果的である。