

キレート樹脂 CR11 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

Mitsubishi Chemical Corporation

please visit

<http://www.diaion.com>

キレート樹脂「ダイヤイオン CR11」の試験方法

1 CR11 の性質

交換基：イミノジ酢酸（商品は Na 形）

交換容量：Cu 0.5 mmol/mL-R 以上

有効 pH：4～10

二価金属イオンに対しては pH 5 程度で吸着率が最大になるが、それ以上の pH では水酸化物として沈殿し、イオン漏出量が多くなることがある。そのため、原液を最適 pH に調整することが望ましい。また金属によっては pH 4 以下でもわずかに吸着されるため、使用できる場合がある。

イオン形：商品は Na 形

交換基のイオン形は、100% Na 形が最も大きな貫流交換容量を示すが、樹脂粒内の pH が高いため、原液の pH を調整してもカラム内で沈殿が生成する場合がある。この場合は Na 形率を減らし、一部 H 形を残して樹脂粒内の pH を下げる必要がある。

2 樹脂の前処理

<予備実験等のラフな実験では、前処理なしの有姿樹脂を使用してもよい>

- 2.1 水に浸漬した樹脂の必要量をメスシリンダー（タップ法）で正確に量り、ビーカーに移す。
- 2.2 デカンテーションで水を除去後、樹脂量の約 3 倍量 (BV) の 1 mol/L HCl を入れ、約 10 分間攪拌する（マグネチックスターラーは樹脂が破碎するので使用しない）
- 2.3 デカンテーションで HCl を除去し、約 3BV の脱塩水を加え、攪拌後排出する。再度、約 3BV の脱塩水を加え同様に洗浄する。
- 2.4 2.2 と同様の操作で、約 3BV の 1 mol/L NaOH で樹脂を Na 形に変換する。
- 2.5 2.3 と同様の操作で、約 3BV の脱塩水洗浄を 3 回行う。

3 バッチ吸着試験 <吸着可否を簡易的に判断する方法>

- 3.1 水に浸漬した樹脂、約 10 mL をメスシリンダーで正確に量り取り、水切り後、三角フラスコに入れる。
- 3.2 pH 4～5 に調整した、金属 6 mmol を含有する量の原液を加え、2 時間振盪する。
- 3.3 振盪後の水溶液中の金属濃度を測定し、吸着量を求める。

なお、pH により吸着量が異なるので、参考値として pH を測定する。

金属水酸化物の沈殿が生じた場合は、樹脂のカルボン酸量（約 1.2 meq/mL）の 20～50%（2.4～6.0 mmol）に相当する HCl を、振盪前に添加する。

4 カラム通液試験

使用カラム径：直径 15 mm 以上

樹脂層高：300 mm 以上

通液流速：SV10～30 (h⁻¹)

(注) 設計データをとる場合は、カラム径 20 mm 以上、層高 800 mm 以上

- 4.1 前処理した樹脂を充填したカラムに pH 4～5 に調整した原液を通液し、処理液に所定濃度の金属が漏洩したところで通液を止める。
- 4.2 1.5～2BV の脱塩水で原液を押し出した後、「5 再生方法」に記載の方法で再生する。
- 4.3 第 2、第 3 サイクルも同様に通液する。
- 4.4 貫流交換容量は、完全再生の第 1 サイクルを除いた、第 2、第 3 サイクルの平均値を採用する。
なお、金属水酸化物の沈殿が生じた場合は、「5 再生方法」の 5.4 の NaOH 量を減らして Na 形変換率を下げる。この場合は、水洗後にエアバブリング等で樹脂層を混合する。

5 再生方法

- 5.1 通液後、カラム内の原液を脱塩水 1.5 BV で押し出す。
- 5.2 2～3BV の 2 mol/L HCl (あるいは 1 mol/L H₂SO₄) を SV2 の流速で流し、金属を溶離する*。
- 5.3 2BV の脱塩水を同流速で流し、HCl を押し出す。
- 5.4 2BV の 1 mol/L NaOH を、SV2 の流速でカラム下部**から流し、樹脂を Na 形に変換する。
- 5.5 1.5BV の脱塩水を同流速で流し、NaOH を押し出す。
- 5.6 10 倍量の脱塩水を、原液の通液流速で流し、NaOH を洗浄する。

*金属の溶離が不十分な場合は、HCl あるいは H₂SO₄ の濃度および量を増加させる。

Ca などのアルカリ土類金属は、H₂SO₄ を使用すると硫酸塩の沈殿が生成する。その他の重金属は H₂SO₄ の方が再生されやすい。

Hg および 3 価イオン (Cr、Fe 等) は再生されにくいため、高濃度 H₂SO₄ での再生が必要である。なお Hg は、NH₄Cl (5%)・NH₃ (28%) 混合液 3BV で完全再生される。

**H 形が Na 形になると、樹脂体積は約 1.3 倍に膨潤する。カラム上部から通液すると、細いカラムは樹脂が膨潤できないため、樹脂の膨潤圧力でガラスカラムが破損する可能性がある。