

イオン交換樹脂の試験方法

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

イオン交換樹脂の試験方法

1 原液の調製

イオン交換樹脂に接触させる原液は、できるだけ懸濁物、油分、酸化剤を除去すること。

2 樹脂銘柄の選定

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。

2.1 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。コンディショニング済みの樹脂、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、イオン交換樹脂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。

2.2 カラム法

コンディショニング済みの樹脂 10～20 mL をカラムに充填し、原液を SV 5～20 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。

※コンディショニングについては、3.3 項を参照。

3 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、再生条件の最適化を、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）。

3.1 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、イオン交換樹脂の充填層高は 60 cm 以上になるようにする。更に、逆洗操作を行う場合は、樹脂層高と同程度の逆洗スペースを有するカラムが必要である（設計データの採取が目的でない場合は、上記条件より小スケールで、また逆洗を行わなくても構わない）。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。ポンプがない場合は、原液容器をカラムより高い位置に設置して重力で液を流すことも可能である。弱酸性カチオン交換樹脂、弱塩基性アニオン交換樹脂等の、イオン形による体積変化が大きな樹脂を用いる場合は、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。

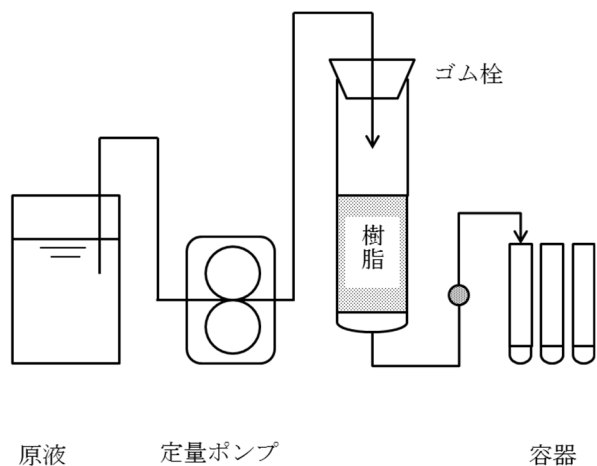


図 1 実験装置例

3.2 樹脂充填方法

カラムへの樹脂充填は、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所定量の樹脂を、水を張ったカラム内にスラリー状態で投入する (図 2)。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。

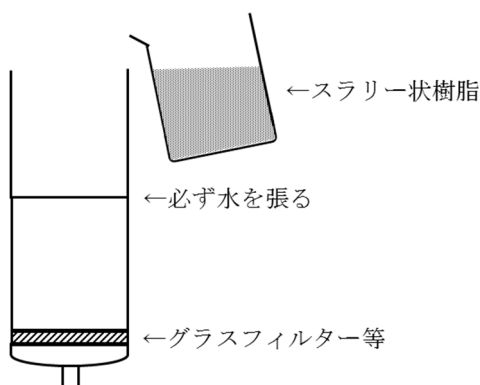


図 2 樹脂充填法

3.3 樹脂のコンディショニング

一般の強酸性樹脂や強塩基性樹脂のイオン形は塩（Na または Cl）形である。また、弱酸性樹脂や弱塩基性樹脂の場合でも一部塩形となっている。そのため、使用前に樹脂のコンディショニングとして再生操作を実施する必要がある。

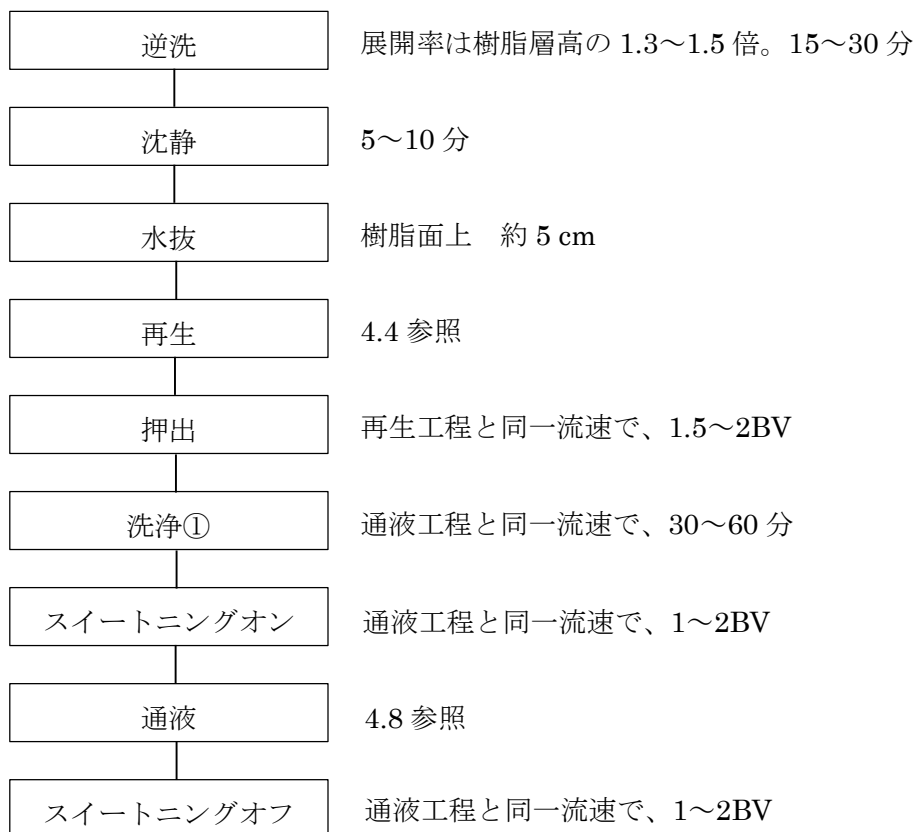
再生剤の使用量は以下の通りである。この量は通常行われる再生の 2 倍量である。

強酸性樹脂	300～500 g-HCl/L-R（R は Resin の略）
強塩基性樹脂	300～500 g-NaOH/L-R
弱酸性樹脂	100～150 g-HCl/L-R
弱塩基性樹脂	100～150 g-NaOH/L-R

※イオン交換樹脂の使い始めは微量の不純物が溶出する。この溶出物を早く減少させるための操作もコンディショニングと言う。このための操作は、再生と塩負荷を 2～3 回繰り返す。

3.4 イオン交換樹脂の操作工程

再生・通液操作の一般例として、以下に工程を示す。各操作方法は、次の「4 実験操作」を参照のこと。



洗浄②

通液工程と同一流速で、15～30分

4 実験操作

以下にカラム法の実験操作について説明するが、状況に応じて 4.1 逆洗～4.2 沈静は省略可能である。また、液を回収する必要がない場合は 4.7 スイートニングオンと 4.9 スイートニングオフを行う必要がない。

4.1 逆洗

通液中に混入した懸濁成分および使用中に破砕した樹脂を、カラム外へ排出することと、圧密化した樹脂層をほぐし、再生薬剤との接触効率を高めることを目的に実施する。逆洗は上向流で、樹脂層が 1.3～1.5 倍に展開するような流速で、流出水が透明になるまで行う。なお逆洗展開率は、使用銘柄や水温によりそれぞれ異なるので、ダイヤイオンデータシートを参照の上で流速設定を行う。

4.2 沈静

逆洗により展開した樹脂層を、自然に沈降させる工程。

4.3 水抜

沈静工程終了後、カラム上部の水を、樹脂面上約 5cm の位置まで抜き出す工程。再生剤の希釈を避けるために実施する。

4.4 再生

負荷形の樹脂を再生形に変換する工程で、使用樹脂により再生剤の種類、再生剤の使用量はそれぞれ異なる。

一般的な再生剤濃度は以下の通りである。

強酸性樹脂	3～8% HCl または H ₂ SO ₄
強塩基性樹脂	3～8% NaOH
弱酸性樹脂	0.5～5% HCl
弱塩基性樹脂	0.5～5% NaOH

再生剤注入に要する時間は、強酸性樹脂でおよそ 30 分、強塩基性樹脂ではおよそ 45 分を目安とする。なお再生レベルを一定以上に上げて、再生剤使用量に見合った再生効果は得られないため、以下の再生率および再生剤使用量で管理するのが一般的である。

樹脂の種類		再生率	再生剤使用量
強酸性樹脂		50～70%	100～300 g/L-R
強塩基性樹脂	I 型	30～50%	100～300 g/L-R
	II 型	50～70%	
弱酸性樹脂		80～100%	60～120 g/L-R
弱塩基性樹脂		80～100%	60～120 g/L-R

※以上は、不純物（不要物）を吸着した樹脂の再生方法であるが、この他の使用方法として、特殊薬液より有価物を吸着させるケースもある。この場合には、適当な溶離液を用いて目的物を溶離し、その後再生を行う場合と、再生を兼ねた溶離を行う場合がある。

4.5 押出

再生の延長の工程であり、カラム中に残存している未反応の再生剤を、再生時と同一流速で、純水を用いて押し出す工程である。純水はイオン交換樹脂量の 1.5～2 倍量を用いる。

4.6 洗浄①

カラム中に残存する再生剤を完全に出す工程である。通常は、通液工程と同一流速で 30～60 分間実施する。

ここまでの工程で、再生工程が終了する。

4.7 スイートニングオン

特殊薬液処理を行う場合、薬液を通液することによって樹脂層中の水が順次置換される。この置換する工程のことを言う。

4.8 通液

カラム出口薬液が一定濃度以上となったところから、処理液として回収が始まり、イオンがリークして所定の液質が得られなくなるまでを通液と言う。通液時の流速は通常の水処理においては SV20～50、その他の場合は SV10 以下である。

4.9 スイートニングオフ

薬液処理において、通液後にカラム内の原液を水で置換する工程であり、出口原液濃度が所定の濃度以下になるまでを言う。この部分は処理液、または甘水として回収する。

4.10 洗浄②

薬液処理において、再生後の洗浄と同様に実施する。洗浄水の使用量は、再生後に比べ、半分程度である。

5 装置化のための確認事項

実装置化を前提として、通液流速、温度、処理量、再生レベル、ライフ等を確認し、最適処理条件を設定する。以下に確認する項目を示すが、ライフについては通常のカラム試験で推定することは難しいため、加速サイクル試験やパイロットプラントによる長期試験、実機装置稼働している場合は、サンプル吊るし試験等を行う。

通液条件	再生条件
処理量	薬剤種類
液質	使用量
流速	濃度
温度	流速
pH 等	温度

パイロット試験は、設計条件の再確認評価および配付用サンプル製造のために行うことがある。通常は、実装置の 1/10 のスケール以下であり、大きくても 50~100 L 程度の樹脂量で行う。