

合成吸着剤の試験方法

三菱化学株式会社

機能化学本部 イオン交換樹脂事業部

〒108-0014 東京都港区芝4-14-1

TEL 03-6414-3390 FAX 03-6414-3407

合成吸着剤の試験方法

1. 原液の調整

合成吸着剤に接触させる液は出来るだけ、懸濁物(SS)、浮遊油分、酸化剤、気泡を除去して下さい。

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持っている必要があります。更に下記項目の特性も考慮して最適な吸着剤を選定します。

- (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 800 シリーズを、数千以上の物質には HP20 シリーズが適合します。
- (2) 吸着力の強さ： SP207>SP800 シリーズ・70・700・HP シリーズ>HP-2MG
SP207 は吸着力が強い為、従来対応出来なかった吸着しにくい（水溶性低分子物質）系、および活性炭でも除去出来なかった淡黄色系色素の吸着にお試しください。しかし、吸着力が強い反面溶離し難い性質を持っておりますので溶離時は、溶離剤濃度、種類を考慮して下さい。
HP-2MG は、従来溶離が出来ない為、合成吸着剤が適用出来なかった（疎水性大なる高分子）系にお試し下さい。
- (3) 真比重の大きさ： SP207>HP-2MG>HP シリーズ・SP800 シリーズ・70・700
SP207 は真比重が大きいため、逆洗が容易であり、沈静が早くできます。特に高比重液の処理や SS 成分を含む系での上向流処理に効果を発揮します。
- (4) 膨潤性： HP-2MG<SP70・SP700・SP207・SP800 シリーズ<HP シリーズ
HP20 シリーズは、水系から溶媒系に変わると 20～30%の体積変化を生じますので、体積膨張時の圧力によるカラムの破損や圧密化に配慮してください。
- (5) 細孔分布のシャープさ（クロマト性）：SP800 シリーズ>SP70・SP700>HP21・SP207.>HP20
高分離能を要求される場合はシャープな細孔分布を有している SP800 シリーズが良好です。

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 2 通りの方法があります。以下にそれぞれの方法について示します。

- (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為の簡易法であり、あくまでも目的に合った銘柄を大まかに決める方法です。
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、原液を所定量注ぎます。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、効果を確認します。この時、一定時間毎に分析を行うと吸着速度を知ることが出来ます。
尚、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りますので注意願います。
- (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 SV0.5～5 の流速で流します。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します。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します。
※前処理については、4. (3) 項を御参照下さい。

3. カラム通液条件の確認・設定

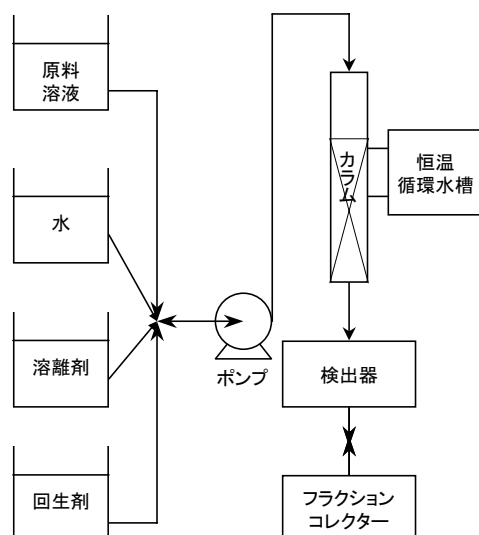
銘柄を選定した後、工業化を前提とした通液条件の確認や溶離条件の最適化をカラム通液試験で行います。(特殊ケースとしてはバッチ法で工業化する場合があります。)

(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 10～15mmΦ のカラムが便利ですが、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 以上になるようして下さい。

合成吸着剤は水から有機溶媒に置換すると体積が 10～30% 増加します。体積変化が大きい場合は、樹脂の膨潤圧力によりカラムが破損する危険がありますので、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御留意下さい。

尚、塩ビ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りますので注意が必要です。カラムは支持台等に垂直に固定して下さい。実験装置例を以下に示します。



(2) 前処理 (ガス抜き)

樹脂中のガスを除去するため、予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 (又は使用有機溶媒) に浸漬し、棒等をかき混ぜて気泡を抜きます。

(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 (又は使用有機溶媒) 浸漬状態で投入して下さい。

この際、樹脂層中に気泡を入れないように注意し、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いて下さい。

(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、最低 5 倍量 (SV2 程度) の使用する有機溶媒で洗浄した後、水洗して下さい。

3. 合成吸着剤カラム法の標準サイクル

	[工程]	[流速]	[方法]
	前処理		はじめて HP および SP を使う際はアルコール、アルコール水溶液、NaOH 水溶液、NaOH+アルコールなどで前処理し不純物や気泡を除く。
	水洗		
通常 サイ クル	吸着		抗生物質など
	水洗	SV: 0.5~5	
	(逆洗)	SV: 0.5~5	通常は行わないが、樹脂面を懸濁物が閉塞し、後の工程に影響がでる場合行う。但し HP は比重が小さいので要注意 LV: 0.2~0.7 (HP) , LV: 5~8 (SP207)
	溶離	SV: 0.5~2	アルコール、アセトン、アルカリ、酸水溶液などで溶離する。
	溶離剤置換	SV: 0.5~2	
	水洗	SV: 1~5	
回 生 の 場 合	<回生>		HP および SP が不純物を吸着して、汚染し目的物質の吸着量が減少することがある。このような場合、回生操作を行う。 (毎サイクル実施するのではない。)
	回生剤置換	SV: 0.5~2	[回生剤例] ・50%-イソプロパノール+1N-NaOH (またはアンモニア) ・4%-NaOCl
	水洗	SV: 1~5	[回生方法例] 上記の薬剤を用いて ・3~4vol/Resin vol を SV : 0.5~1 で流す。 ・樹脂層を浸してバブリング放置する。

4. 実験操作

(1) 吸着

合成吸着剤の吸着力は、先に述べたように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上で下記条件を設定して下さい。

① pH の調整

電解質の場合は非解離になるように、両性電解質の場合は等電点となるように PH を調整して下さい。

② 塩濃度

塩を添加すると塩折効果により被吸着物質の溶解度が減少し、吸着量が増大します。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ります。

③ 溶媒系等の変更

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ります。

(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ます。

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することが可能です。特殊な場合として、水、熱水、蒸気などで溶離出来る場合もあります。

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ます。

(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）を回生操作と呼びます。

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があります。

一般的に用いられる回生剤としてはアルコールと **NaOH** の混合液です。アルコールの中で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%の **NaOH** 混合液として用いられます。

尚、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）で実施する方が効果的です。

以上