



キレート樹脂 CR11 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5-33-8（第一田町ビル）

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

キレート樹脂「ダイヤイオン CR11」の実験方法

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·Na 以上 (PH 4.5)

有効 PH : 2~6

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り、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。このため、原液を最適 PH に調整することが望ましい。

イオン形 : 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無しの有姿樹脂を使用しても可>

- 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デカンテーションで水を除去後、樹脂量の約 3 倍量 (BV) の N-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砕するので使用しない)
- ③デカンテーションで HCl を除去し、約 3 BV の脱塩水を加え攪拌後排出する。再度、約 3 BV の脱塩水を加え同様に洗浄する。
- ④ ②と同様の操作で、約 3 BV の N-NaOH で樹脂を Na 形に変換する。
- ⑤ ③と同様の操作で、約 3 BV 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>

- 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。
- ②PH 4~5 に調整した金属量 6 mmol を含有する量の原液を加え、2 時間振盪する。
- 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。

尚、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% に相当する (24~60 mmol) HCl を振盪前に添加する。

4. カラム通液試験

使用カラム径 : 15 mm φ 以上

樹脂層高 : 300 mm 以上

通液流速 : SV 10~30 (1/hr)

注) 設計データを採用の場合はカラム径 20 φ 以上、層高 800 mm 以上

- 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。
- ②1.5~2 BV の脱塩水で原液を押し出した後、下記の再生方法で再生する。
- ③第 2、第 3 サイクルも同様に通液する。
- 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。

尚、金属水酸化物の沈殿が生じた場合は、下記再生方法⑤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

- ①通液後、カラム内の原液を脱塩水1.5BVで押し出す。
- ②2～3BVの2N-HCl or H₂SO₄をSV=2の流速で流し、金属を容離する。※1
- ③2BVの脱塩水を同流速で流し、HClを押し出す。
- ④2BVのN-NaOHをSV=2の流速でカラム下部(※2)から流し、樹脂をNa形に変換する。
- ⑤1.5BVの脱塩水を同流速で流し、NaOHを押し出す。
- ⑥10倍量の脱塩水を原液の通液流速で流し、NaOHを洗浄する。

※1 金属の容離が不十分な場合は、HCl or 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。
尚、HgはNH₄Cl(5%)—NH₃(28%)混合液3BVで完全再生される。

※2 R-H形がR-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か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。

以上