



ホウ素選択性樹脂 CRB シリーズの試験方法

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

ホウ素選択性樹脂ダイヤイオン CRB シリーズの試験方法

1. 原液の調整

CRB03, 05 に接触させる原液は出来るだけ、懸濁物(SS)、油分、酸化剤を除去して下さい。

2. 簡易試験の方法

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

バッチ法による試験は、検討に入る前に選択的吸着が可能か否かを判断するための簡易法です。

コンディショニング済みの樹脂約 10 mL を共栓付き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 12~24 時間程度反応させた後、上澄み液または樹脂をろ別したろ液を分析することにより、効果を確認します。なお、マグネチックスターラーを使用すると、樹脂が破砕する場合があるので注意願います。

※) CRB の反応速度は通常のイオン交換樹脂より遅いので、完全な平衡吸着量を求める場合は、100 時間程度反応させて下さい。また、PH の影響を受けますので、平衡後液の PH を調整する必要があります。

(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 SV5~20 の流速で流します。処理液を一定間隔毎に採取して分析することにより効果を確認します。

被吸着成分の濃度が高い場合は遅い流速で流します。

※コンディショニングについては、3. (3) 項を御参照下さい。

3. カラム通液条件の確認・設定

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います。

(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 10~15mm Φ のガラス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、樹脂の充填層高は 60 cm 以上になるようして下さい。さらに、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す。

(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いません)

カラムは支持台等に垂直に固定して下さい。実験装置例を図-1 に示します。

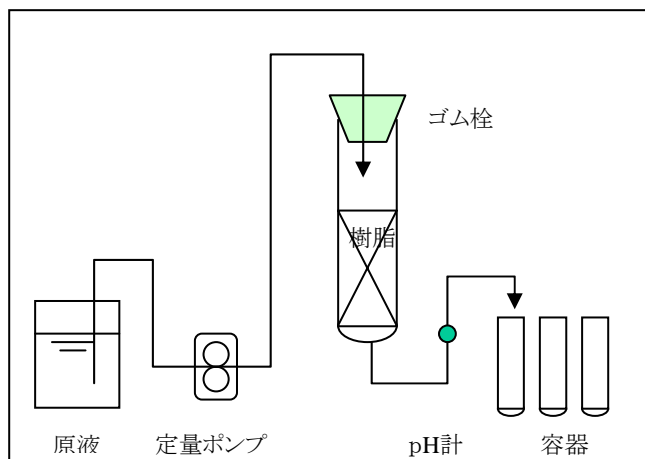
ポンプが無い場合は、原液容器をカラムより高い位置に設置して重力で液を流すことも可能です。

(2) 樹脂充填方法

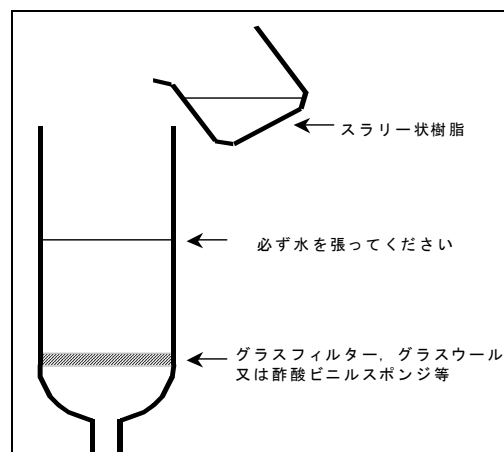
カラムへの樹脂充填は、予めメスシレンダーを用いてタップ法にて水中での体積を正確に測り取った所定量の樹脂を、水を張ったカラム内にスラリー状態で投入して下さい。

(図-2)

この際、樹脂層中に気泡を入れないように注意して下さい。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。



図一 装置



図二 樹脂充填法

(3) 樹脂のコンディショニング

CRB03, 05 のイオン形は遊離塩基形です。通液処理に適したイオン形比率にするために、使用前に樹脂のコンディショニングを実施する必要があります。

コンディショニングの方法は、以下に記載する溶離、再生工程と同一です。

1) 溶離工程

通液後、ホウ素を溶離させる工程です。(新品樹脂ではホウ素は吸着していませんが、再生工程でイオン形を整えるための前処理として必ず実施して下さい。)

濃度 : 1mol-HCl/L または 0.5mol-H₂SO₄/L

使用量 : 1.5~3.0mol/L-R

通液流速 : SV1~3

2) 溶離剤押出工程

純水を溶離工程と同じ流速で 3~5L/L-R 程度流して下さい。

※ 交換基に吸着した酸が加水分解してきますので、流出液は中性にはなりません。

3) 再生工程

NaOH 水溶液を用いて、遊離塩基形(ホウ素吸着に対して活性がある)に変換しますが、100%遊離塩基形で使用しますと、被処理中の塩との交換反応により、処理液はアルカリ性になります。高 pH の処理液では、金属成分が沈殿する、主成分が変質するなど不都合な場合は、イオン形を遊離塩基形(通称 OH 形)、H₂SO₄ 形(通称 SO₄ 形)または HCl 形(通称 Cl 形)の混合形にして通液します。最適な遊離塩基形化率は、被処理液に含まれる塩の種類、濃度により異なりますが、概ね、樹脂総交換容量の 50~100% の範囲になるよう、1mol/L 濃度の NaOH 水溶液の量で調節します。通液流速は SV1~3 です。

4) 苛性押出工程

純水を同じ流速で 1~2L/L-R 流して下さい。

5) 混合工程

遊離塩基形と酸吸着形の分布を均一にするために行いますが、実験用カラムでは混合できませんので、一旦カラム内の樹脂をビーカー中に抜き出し、攪拌棒で均一に混合しながら、カラム内に再充填します。

6) 水洗工程

残っている NaOH を洗い流すため、純水を通液速度と同じ流速で 5~10L/L-R

程度流します。

(4) 操作の工程

再生・通液操作の一般例として、以下に工程を示します。各操作方法は、次の「4. 実験操作」を参照下さい。

逆洗	展開率は樹脂層高の 1.3～1.5 倍。15～30 分間
沈静	5～10 分間
水抜	樹脂面上 約 5～10 cm
溶離	3. (1) 参照
溶離剤押出	溶離工程と同一流速で 3～5 L/L-R
再生	3. (3) 参照
NaOH 押出	再生工程と同一流速で 1～2 L/L-R
混合	3. (5) 参照
水洗 (1)	3. (6) 参照
スイートニングオン	被処理液を通液工程と同一流速で流す
通液	通液工程と同一流速で 15～30 分間
スイートニングオフ	純水を通液工程と同一流速で流す
水洗 (2)	純水を通液工程と同一流速で流す

4. 実験操作

以下にカラム法の実験操作について説明いたしますが、状況に応じて (1) 逆洗～(2) 沈静は省いて構いません。また、液を回収する必要が無い場合 (例：排水処理など) はスイートニングオンとスイートニングオフを行う必要はありません。

(1) 逆洗

通液中に混入した懸濁成分 (SS) および使用中に破碎した樹脂をカラム外へ排出すること、および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します。

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迄行って下さい。なお、逆洗展開率は、水温により異なります。

- (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です。
- (3) 水抜
沈静工程終了後、カラム上部の水を樹脂面上約 5~10cm の位置迄水を抜き出す工程です。再生剤の希釈をさけるため実施いたします。
- (4) 溶離
吸着したホウ素を溶離させる工程です。
溶離剤の濃度、使用量は前記 3. をご参照下さい。
- (5) 溶離剤押出
溶離の延長の工程であり、カラム中に残存している未反応の溶離剤を、溶離時と同一流速で、純水を用いて押出す工程です。水は樹脂量の 3~5 倍量を用います。
- (6) 再生 (活性化)
酸吸着形の交換基をホウ素吸着に活性な遊離塩基形に変換する工程です。NaOH の濃度および使用量は前期 3. をご参照下さい。
- (7) NaOH 押出
再生に用いた NaOH を、再生時と同一流速で、純水を用いて押出す工程です。水は樹脂量の 1~2 倍量を用います。
- (8) 混合
遊離塩基形と酸吸着形樹脂を均一に分布させるために行います。カラム操作では、一旦ビーカー中に抜き出して、攪拌棒で均一に混合しながらカラムに再充填します。
- (9) 水洗 (1)
微量残留する NaOH 分を洗い流すために行います。
- (10) 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ていきます。この置換する工程を言います。
- (11) 通液
カラム出口薬液が一定濃度以上となった所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います。
通液時の流速は SV=5~20 です。
- (12) 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被処理液を水で置換する工程であり、出口濃度が所定の濃度以下になるまでを言います。この部分は処理液、または甘水として回収します。
- (13) 水洗 (2)
薬液処理において、再生後の洗浄と同様に実施します。洗浄水の使用量は、再生後に比べ、1/2 程度です。

以上