

イオン交換樹脂の試験方法

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

イオン交換樹脂の試験方法

1. 原液の調整

イオン交換樹脂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. 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。

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、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りますので注意願います。

(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。

※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

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、イオン交換樹脂の充填層高は 60 cm 以上になるようして下さい。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)

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。

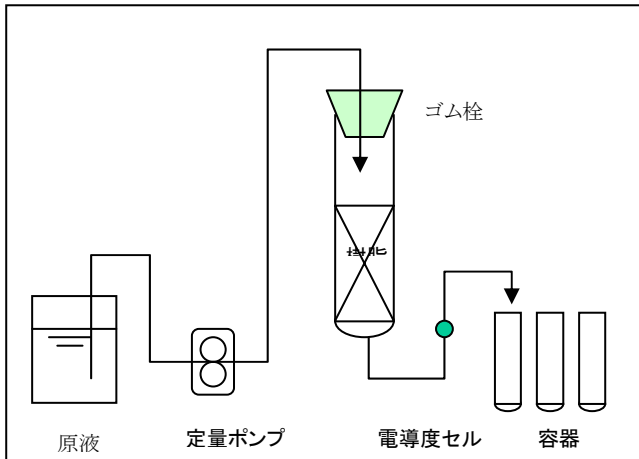
弱酸性カチオン交換樹脂、弱塩基性アニオン交換樹脂等のイオン形による体積変化が大きな樹脂を用いる場合は、樹脂の膨潤圧力によりカラムが破損する危険がありますので、ガラスカラム使用時には大口径のカラムを使用するなど御留意下さい。

(2) 樹脂充填方法

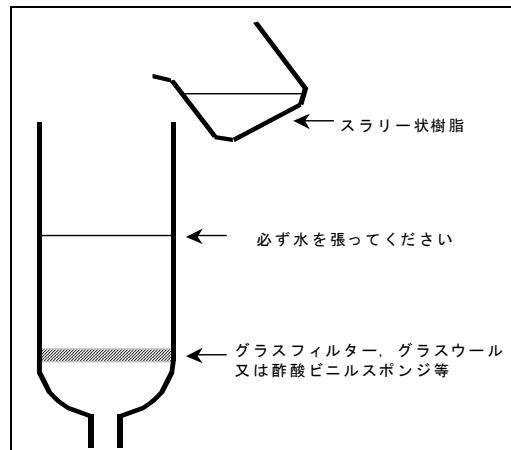
カラムへの樹脂充填は、予めメスシレンダーを用いて水中での体積を正確に測り取った所定量の樹脂を、水を張ったカラム内にスラリー状態で投入して下さい。(図-2)

この際、樹脂層中に気泡を入れないように注意してください。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 1 装置



図一 2 樹脂充填法

(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 又は Cl) 形です。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ます。その為、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ります。

再生剤の使用量は以下の通りです。この量は通常行われる再生の 2 倍量です。

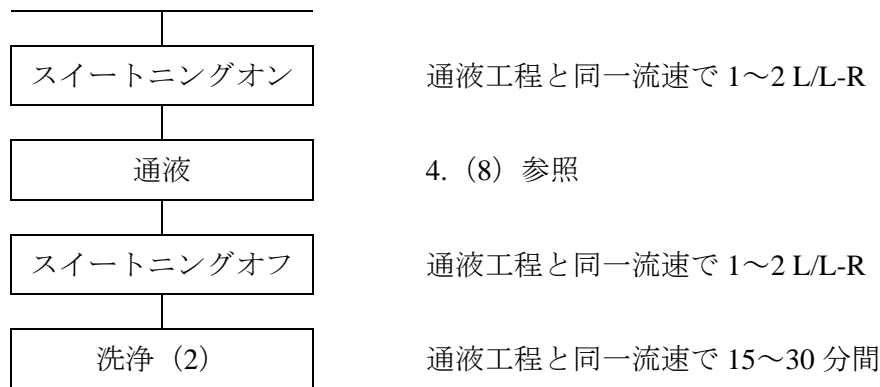
強酸性樹脂	300 ~ 500 g-HCL/L-R
強塩基性樹脂	300 ~ 500 g-NaOH/L-R
弱酸性樹脂	100 ~ 150 g-HCL/L-R
弱塩基性樹脂	100 ~ 150 g-NaOHLI-R

※イオン交換樹脂の使い始めは微量の不純物が溶出します。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います。このための操作は、再生と塩負荷を 2 ~ 3 回繰り返します。

(4) イオン交換樹脂操作の工程

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 cm
再生	4. (4) 参照
押出	再生工程と同一流速で 1.5~2 L/L-R
洗浄 (1)	通液工程と同一流速で 30~60 分



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は (7) スイートニングオンと (8) スイートニングオフを行う必要がありません。

(1) 逆洗

通液中に混入した SS 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事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事を目的に実施します。

逆洗は上向流で樹脂層が 1.3～1.5 倍に展開する様な流速で、流出水が透明になる迄行って下さい。尚、逆洗展開率は、使用銘柄や水温により各々異なりますので、ダイヤイオンデータシートを御覧の上、流速設定を行って下さい。

(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 5cm の位置迄水を抜き出す工程です。再生剤の希釈をさける為、実施いたします。

(4) 再生

負荷型の樹脂を遊離型に変換する工程で、使用樹脂により再生剤の種類、再生剤の使用量は各々異なります。

一般的な再生剤濃度は以下の通りです。

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

再生剤注入に要する時間は強酸樹脂でおよそ 30 分。強塩基樹脂ではおよそ 45 分を目安にして下さい。

尚、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ません。故に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す。

		再生率	再生剤使用量
強酸樹脂		50 ～ 70%	100～300g/L-R
強塩基樹脂	I 型	30 ～ 50%	100～300g/L-R
	II 型	50 ～ 70%	
弱酸樹脂		80 ～ 100%	60～120g/L-R
弱塩基樹脂		80 ～ 100%	60～120g/L-R

※以上は、不純物(不要物)を吸着した樹脂の再生方法ですが、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ります。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ります。

- (5) 押し出し
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す。純水はイオン交換樹脂量の1.5~2倍量を用います。
- (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す。通常は、通液工程と同一流速で30~60分間実施します。
ここ迄の工程で、再生工程が終了します。
- (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ていきます。この置換する工程を言います。
- (8) 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。
通液時の流速は通常の水処理においてはSV=20~50。その他の場合はSV=10以下です。
- (9) スイートニングオフ
薬液処理に於いて、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迄を言います。この部分は処理液、または甘水として回収します。
- (10) 洗浄(2)
薬液処理に於いて、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。

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します。

以下に確認する項目を示しますが、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く、加速サイクル試験やパイロットによる長期試験、実機装置が稼動している場合は、サンプル吊るし試験等を行います。

*通液条件	*再生条件
<ul style="list-style-type: none"> ・ 処理量 ・ 液質 ・ 流速 ・ 温度 ・ pH 等 	<ul style="list-style-type: none"> ・ 薬剤種類 ・ 使用量 ・ 濃度 ・ 流速 ・ 温度

パイロットプラントは、設計条件の再確認評価および配付用サンプル製造の為にすることがあります。通常は、実装置の1/10のスケール以下であり、大きくても50~100L程度の樹脂量で行います。

以上