



(21)申請案號：107132741

(22)申請日：中華民國 107 (2018) 年 09 月 18 日

(51)Int. Cl. : C07C29/76 (2006.01)

B01J47/022 (2017.01)

C07C31/10 (2006.01)

(30)優先權：2017/12/21 日本

2017-244686

(71)申請人：日商奧璐佳璫股份有限公司 (日本) ORGANO CORPORATION (JP)

日本

(72)發明人：高田智子 TAKADA, NORIKO (JP) ; 伊藤美和 ITO, MIWA (JP)

(74)代理人：周良謀；周良吉

(56)參考文獻：

CN 101973859A

CN 106699522A

JP 2004-181351A

審查人員：黃凱煜

申請專利範圍項數：7 項 圖式數：10 共 50 頁

(54)名稱

非水液狀物質之精製方法及附設外氣隔斷構件的離子交換樹脂填充匣

(57)摘要

本發明提供一種非水液狀物質之精製方法及附設外氣隔斷構件的離子交換樹脂填充匣，該非水液狀物質之精製方法之特徵為包含如下步驟：離子交換樹脂填充步驟，將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂填充於匣容器，獲得填充有含水率降低前之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的離子交換樹脂填充匣；含水率降低步驟，降低該匣容器內之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率，直至含水率降低後之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率 (A)，成為該巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率 (B) 之 90 ~ 97% 為止；初步排放步驟，使未精製之該非水液狀物質，通過填充有含水率降低後之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的該匣容器內，從該匣容器內排出初步排放廢液；以及精製步驟。

依本發明，則可提供一種非水液狀物質之精製方法，能夠減少初步排放所使用之非水液狀物質的量。

A method of refining a non-aqueous substance, comprising: an ion exchange resin filling step of filling a cartridge container with a wet-state macroporous or porous ion exchange resin, thus obtaining an ion exchange resin-filled cartridge filled with the macroporous or porous ion exchange resin prior to water content reduction; a water content reduction step of reducing the water content of the macroporous or porous ion exchange resin until the water content (A) of the macroporous or porous ion exchange resin in the cartridge container following water content reduction is 90 to 97% of the water content (B) of the saturated equilibrium state of the macroporous or porous ion exchange resin; an initial blowing step of feeding an unrefined non-aqueous substance into the cartridge container filled with the macroporous or porous ion exchange resin following water content reduction, and discharging the waste liquid from the initial blowing from inside the cartridge container; and a refining step.

According to the present invention, a method of refining a non-aqueous substance can be provided which can reduce the amount of the non-aqueous substance used for the initial blowing.

指定代表圖：

符號簡單說明：

- 1a ··· 水潤濕狀態的粒狀之巨孔型或多孔型離子交換樹脂
- 2 ··· 筒部
- 3 ··· 上蓋
- 4 ··· 下蓋
- 5 ··· 貫穿管
- 6 ··· O型環
- 7 ··· 被處理液通過孔
- 8 ··· 處理液通過孔
- 9、10 ··· 網格
- 11 ··· 上端側管徑縮小部
- 12 ··· 下端側管徑縮小部
- 20a ··· 離子交換樹脂填充匣
- 51 ··· O型環附設用溝

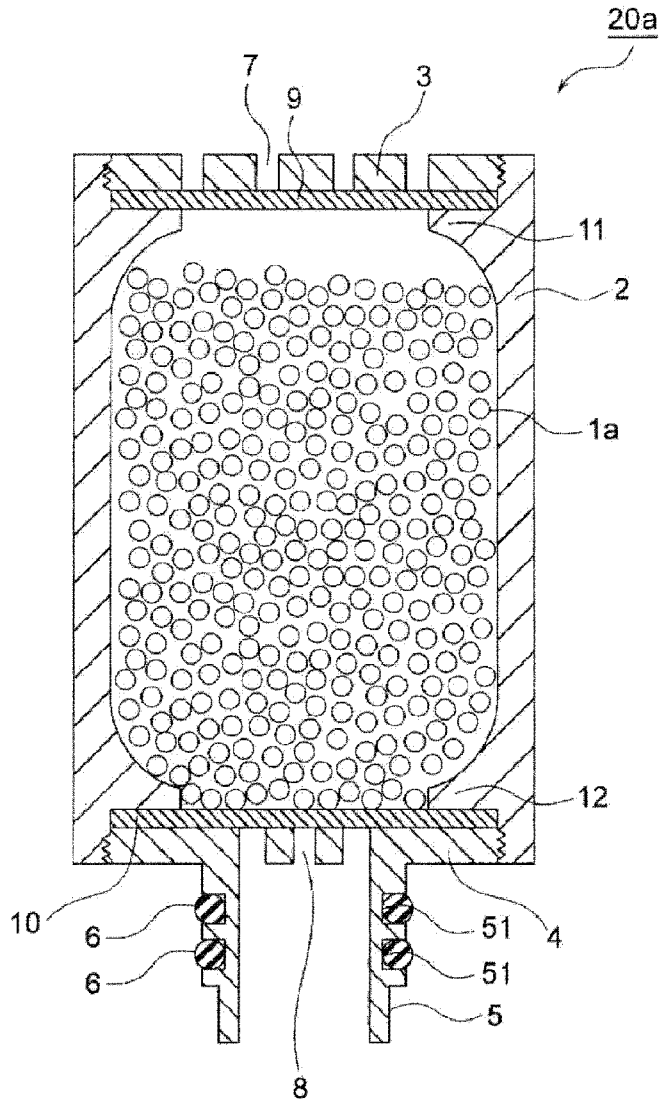


圖 1



I756470

【發明摘要】

【中文發明名稱】 非水液狀物質之精製方法及附設外氣隔斷構件的離子交換樹脂填充匣

【英文發明名稱】 METHOD OF REFINING NON-AQUEOUS
SUBSTANCE, AND ION EXCHANGE RESIN-FILLED
CARTRIDGE WITH AIRPROOFING MEMBER

【中文】

本發明提供一種非水液狀物質之精製方法及附設外氣隔斷構件的離子交換樹脂填充匣，該非水液狀物質之精製方法之特徵為包含如下步驟：離子交換樹脂填充步驟，將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂填充於匣容器，獲得填充有含水率降低前之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的離子交換樹脂填充匣；含水率降低步驟，降低該匣容器內之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率，直至含水率降低後之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（A），成為該巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之90~97%為止；初步排放步驟，使未精製之該非水液狀物質，通過填充有含水率降低後之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的該匣容器內，從該匣容器內排出初步排放廢液；以及精製步驟。

依本發明，則可提供一種非水液狀物質之精製方法，能夠減少初步排放所使用之非水液狀物質的量。

【英文】

A method of refining a non-aqueous substance, comprising: an ion exchange resin filling step of filling a cartridge container with a wet-state macroporous or porous ion

exchange resin, thus obtaining an ion exchange resin-filled cartridge filled with the macroporous or porous ion exchange resin prior to water content reduction; a water content reduction step of reducing the water content of the macroporous or porous ion exchange resin until the water content (A) of the macroporous or porous ion exchange resin in the cartridge container following water content reduction is 90 to 97% of the water content (B) of the saturated equilibrium state of the macroporous or porous ion exchange resin; an initial blowing step of feeding an unrefined non-aqueous substance into the cartridge container filled with the macroporous or porous ion exchange resin following water content reduction, and discharging the waste liquid from the initial blowing from inside the cartridge container; and a refining step.

According to the present invention, a method of refining a non-aqueous substance can be provided which can reduce the amount of the non-aqueous substance used for the initial blowing.

【指定代表圖】 圖1

【代表圖之符號簡單說明】

- 1a 水潤濕狀態的粒狀之巨孔型或多孔型離子交換樹脂
- 2 筒部
- 3 上蓋
- 4 下蓋
- 5 貫穿管
- 6 O型環
- 7 被處理液通過孔
- 8 處理液通過孔

9、10 網格

11 上端側管徑縮小部

12 下端側管徑縮小部

20a 離子交換樹脂填充匣

51 O型環附設用溝

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】 非水液狀物質之精製方法及附設外氣隔斷構件的離子交換樹脂填充匣

【英文發明名稱】 METHOD OF REFINING NON-AQUEOUS
SUBSTANCE, AND ION EXCHANGE RESIN-FILLED
CARTRIDGE WITH AIRPROOFING MEMBER

【技術領域】

【0001】

本發明係關於一種，用於去除非水液狀物質中之雜質的非水液狀物質之精製方法、及該精製方法所使用之離子交換樹脂填充匣。

【先前技術】

【0002】

作為去除非水液狀物質中的微量金屬之技術，已知有下述方法：於匣或管柱填充離子交換樹脂，使被處理液即非水液狀物質直接通過匣或管柱內部，而獲得經精製的非水液狀物質之精製方法（精製方法1）；以及於匣填充離子交換樹脂，進一步設置覆蓋其之收納容器，在使被處理液即非水液狀物質通過匣與收納容器之間後，通過匣內部，而獲得經精製的非水液狀物質之精製方法（精製方法2）。

【0003】

作為精製方法1，例如，專利文獻1中，揭露一種使非水液狀物接觸含水率為3~30%的陽離子交換樹脂而將金屬離子等去除之精製方法。專利文獻2中，揭露一種使非水液狀物接觸含水率未滿3%的陽離子交換樹脂與含水率為30%以下

的陰離子交換樹脂而將金屬離子等去除之精製法。專利文獻3中，揭露一種將強酸性陽離子交換樹脂含水率降低至5%以下，於管柱填充乾燥用離子交換樹脂，使非水液狀物質通過，藉以精製非水液狀物質之方法。

【0004】

作為精製方法2，例如，專利文獻4中，揭露一種精製器及使用方法，作為用於從有機溶劑去除鉻之精製器，包含用於將離子交換樹脂填充於壓力缸筒狀殼體內的離子交換樹脂容器。

【0005】

此外，於使用前的離子交換樹脂填充匣內，一般而言，填充水潤濕狀態之離子交換樹脂。

【0006】

另一方面，藉由離子交換樹脂填充匣精製之非水液狀物質，需要降低雜質濃度而高度地精製，故在非水液狀物質中，水分亦與金屬離子同樣地成為雜質，因而要求極低的含水率。

【0007】

例如在施行水分濃度數百ppm以下的非水液狀物質之精製的情況，即便使用乾燥離子交換樹脂，仍因離子交換樹脂內部之細孔於非水液狀物質中膨潤而溶出留在細孔內的水分子，或因離子交換而溶出與離子交換基水合的水分子，而使處理液中之水分濃度較被處理液更為增加。因此，為了利用未使用之離子交換樹脂填充匣施行非水液狀物質的精製，初步排放步驟成為必要：在施行精製前，使非水液狀物質通過匣內，使其與填充於匣內之離子交換樹脂接觸，藉以去除離子交換樹脂的水分。

【0008】

作為降低離子交換樹脂的含水率之方法，例如使用專利文獻3所揭露之熱乾燥、減壓乾燥。然而，一般的熱乾燥或減壓乾燥，在乾燥步驟及將乾燥狀態之離子交換樹脂移入匣或管柱的步驟中，接觸金屬、及接觸包含金屬與微粒子的大氣，成為雜質往離子交換樹脂混入的原因。

〔習知技術文獻〕

〔專利文獻〕

【0009】

專利文獻1：日本特開2004－181351號公報

專利文獻2：日本特開2004－181352號公報

專利文獻3：日本特開2004－249238號公報

專利文獻4：日本特許第5758558號公報

【發明內容】

〔本發明所欲解決的問題〕

【0010】

然而，初步排放，必須能夠持續去除離子交換樹脂的水分，直至水分對處理之非水液狀物質不造成影響的程度，但習知之精製方法中，具有因初步排放而變得浪費之非水液狀物質的量變多等問題。

【0011】

因此，本發明的目的，在於提供一種使非水液狀物質與離子交換樹脂接觸，從非水液狀物質將雜質去除的非水液狀物質之精製方法，在該精製方法中，可使初步排放使用之非水液狀物質的量減少，且不污染離子交換樹脂填充匣內之離子交換樹脂。

〔解決問題之技術手段〕

第3頁，共35頁(發明說明書)

【0012】

藉由下述之本發明，解決此等上述問題。

亦即，本發明（1）提供一種非水液狀物質之精製方法，使非水液狀物質與巨孔型或多孔型離子交換樹脂接觸，將雜質從該非水液狀物質去除，其包含如下步驟：

離子交換樹脂填充步驟，將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂填充於匣容器，獲得填充有含水率降低前之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的離子交換樹脂填充匣；

含水率降低步驟，降低該匣容器內之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率，直至含水率降低後之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（A），成為該巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之90.0~97.0%為止；

初步排放步驟，使未精製之該非水液狀物質，通過填充有含水率降低後之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的該匣容器內，從該匣容器內排出初步排放廢液；以及

精製步驟，藉由使未精製之該非水液狀物質，通過該匣容器內，而使未精製之該非水液狀物質與該匣容器內之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂接觸，施行該非水液狀物質的精製，獲得經精製之該非水液狀物質。

【0013】

此外，本發明（2），提供一種如（1）記載的非水液狀物質之精製方法，其特徵為：使惰性氣體通過該匣容器內，使該惰性氣體與該匣容器內之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂接觸，藉以施行該含水率降低步驟。

【0014】

此外，本發明（3），提供一種如（2）記載的非水液狀物質之精製方法，其特徵為：該惰性氣體的溫度為0~60°C。

【0015】

此外，本發明（4），提供一種如（1）記載的非水液狀物質之精製方法，其特徵為：將填充有該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的該匣容器內減壓，使該巨孔型或多孔型離子交換樹脂減壓乾燥，藉以施行該含水率降低步驟。

【0016】

此外，本發明（5），提供一種如（4）記載的非水液狀物質之精製方法，其特徵為：該減壓乾燥的溫度為0~60°C。

【0017】

此外，本發明（6），提供一種如（1）記載的非水液狀物質之精製方法，其特徵為：將填充有該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的離子交換樹脂填充匣，在惰性氣體環境之加熱裝置內加熱，藉以施行該含水率降低步驟。

【0018】

此外，本發明（7），提供一種附設外氣隔斷構件的離子交換樹脂填充匣，由離子交換樹脂填充匣及外氣隔斷構件構成，其特徵為：

該離子交換樹脂填充匣，包含：

匣容器；

供給口，用於往該匣容器內供給非水液狀物質；

排出口，用於從該匣容器內排出非水液狀物質；

巨孔型或多孔型離子交換樹脂，填充於該匣容器內，含水率（D）為飽和平衡狀態的含水率（E）之90.0~97.0%；

該外氣隔斷構件，隔斷該匣內與外部氣體的流通。

〔本發明之效果〕

【0019】

依本發明，則可提供一種非水液狀物質之精製方法，使非水液狀物質與離子交換樹脂接觸，從非水液狀物質將雜質去除，在該精製方法中，可使初步排放所使用之非水液狀物質的量減少，且不污染離子交換樹脂填充匣內之離子交換樹脂。

【圖式簡單說明】**【0020】**

〔圖1〕係顯示本發明的離子交換樹脂填充匣之形態例的端面圖。

〔圖2〕係顯示構成圖1中之離子交換樹脂填充匣20a的各構件之立體圖。

〔圖3〕係示意施行含水率降低步驟之樣子的端面圖。

〔圖4〕係示意施行初步排放步驟之樣子的端面圖。

〔圖5〕係示意施行精製步驟之樣子的端面圖。

〔圖6〕係示意離子交換樹脂填充匣之形態例的端面圖。

〔圖7〕係示意本發明之附設外氣隔斷構件的離子交換樹脂填充匣之形態例的端面圖。

〔圖8〕係顯示實施例1及比較例1之結果的圖表。

〔圖9〕係顯示實施例1及參考例1之結果的圖表。

〔圖10〕係顯示實施例2及比較例1之結果的圖表。

【實施方式】**【0021】**

參考圖1～圖5，茲就本發明的非水液狀物質之精製方法予以說明。圖1為，示意本發明的非水液狀物質之精製方法所使用的離子交換樹脂填充匣之形態例

的端面圖，其係顯示施行離子交換樹脂填充步驟後的離子交換樹脂填充匣之樣子的圖。圖2為，顯示構成圖1中的離子交換樹脂填充匣20a之構件的立體圖。圖3為，示意施行含水率降低步驟之樣子的端面圖。圖4為，示意施行初步排放步驟之樣子的端面圖。圖5為，示意施行精製步驟之樣子的端面圖。

【0022】

圖1所示的離子交換樹脂填充匣20a，係以可更換之方式，安裝在用於藉由離子交換樹脂將非水液狀物質中的金屬去除之金屬去除管柱的匣。離子交換樹脂填充匣20a，具備：筒部2，填充水潤濕狀態的粒狀之巨孔型或多孔型離子交換樹脂1a；上蓋3，設置於筒部2之上端，形成有被處理液（未精製的非水液狀物質）通過孔7；下蓋4，設置於筒部2之下端，形成有處理液（精製後的非水液狀物質）通過孔8；貫穿管5，與下蓋連結，用於貫穿設置在金屬去除管柱的收納容器之底部的處理液排出管之內側；以及粒狀之巨孔型或多孔型離子交換樹脂1a，填充於筒部2之內部。為了將金屬去除管柱之處理液排出管的內壁與離子交換樹脂填充匣20a之貫穿管5的外側之間密閉，而在貫穿管5的外側，形成O型環附設用溝51。O型環6，嵌入而附設於該O型環附設用溝51。另，圖1所示的形態例中，下蓋4與貫穿管5，一體化地成形。此外，圖1所示的形態例中，筒部2、上蓋3、及附設有貫穿管5之下蓋4，為匣容器。此外，於筒部2的內側之上端側，形成上端側管徑縮小部11，且於筒部2的內側之下端側，形成下端側管徑縮小部12。此外，為了防止巨孔型或多孔型離子交換樹脂1a從筒部2往外流出，藉由在上端側管徑縮小部11與上蓋3之間夾入網格9的外緣部，而將網格9附設於離子交換樹脂的填充領域之上端，且藉由在下端側管徑縮小部12與下蓋4之間夾入網格10的外緣部，而將網格10附設於離子交換樹脂的填充領域之下端。另，網格9及網格10，具有使被處理液透過且粒狀之離子交換樹脂1a不透過的程度之大小的間隙。

【0023】

如圖2所示，離子交換樹脂填充匣20a的組裝，首先，在網格10配置於筒部2之下端內側的狀態下，將與貫穿管5一同成形為一體的下蓋4，鎖入而嵌入至筒部2之下端側。此時，網格10，其外緣部，夾入而固定在下端側管徑縮小部12與下蓋4之間。接著，於筒部2內填充水潤濕狀態的粒狀之巨孔型或多孔型離子交換樹脂1a（未圖示）。接著，在網格9配置於筒部2之上端內側的狀態下，將上蓋3，鎖入而嵌入至筒部2之上端側。此時，網格9，其外緣部，夾入而固定在上端側管徑縮小部11與上蓋3之間。接著，將O型環6，附設於形成在貫穿管5的O型環附設用溝51。

【0024】

而後，藉由施行離子交換樹脂填充步驟，而製作於匣容器填充有水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的離子交換樹脂填充匣。

【0025】

接著，使用施行離子交換樹脂填充步驟所獲得之離子交換樹脂填充匣20a，亦即，於匣容器填充有水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂1a的離子交換樹脂填充匣20a，施行含水率降低步驟。如圖3所示，首先，於離子交換樹脂填充匣20a的上蓋3側，安裝形成有惰性氣體供給口351的惰性氣體導入用治具35。接著，從惰性氣體供給口351，供給惰性氣體29（接觸前），經由被處理液通過孔7，往匣容器內供給惰性氣體29，使惰性氣體29（接觸中）通過匣容器內，從匣容器內，將惰性氣體29（接觸後），經由處理液通過孔8而從貫穿管5排出，藉以使惰性氣體29通過匣容器內，使惰性氣體29與水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂1a接觸。此時，惰性氣體29，與水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂1a接觸，藉而使存在於水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂1a的表面及其附近之水分蒸發，移往惰性氣體29，將水潤濕狀態之巨孔型或

多孔型離子交換樹脂1a的表面及其附近之水分去除，降低水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂1a的含水率。而後，持續惰性氣體29的對水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂1a的接觸，直至水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂1a的含水率，成為既定含水率為止，將其轉換為既定含水率的含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂1b。如此地，藉由施行含水率降低步驟，而使其成為於匣容器填充有含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂1b的離子交換樹脂填充匣20b。

【0026】

接著，如圖4所示，將施行含水率降低步驟所獲得之離子交換樹脂填充匣20b，設置於金屬去除管柱30的收納容器21內，組裝金屬去除管柱30。金屬去除管柱30，具備：收納容器21；被處理液供給口22，形成於收納容器21，用於往收納容器之內側供給被處理液（未精製的非水液狀物質）；處理液排出管23，附設於收納容器21之底側，與收納容器21之內側連通，用於將處理液（精製後的非水液狀物質）排出；以及離子交換樹脂填充匣20b，收納於收納容器21內。此外，離子交換樹脂填充匣20b之貫穿管5，貫穿處理液排出管23的內側；將附設於貫穿管5的外側之O型環6，與處理液排出管23的內壁24及離子交換樹脂填充匣20b之貫穿管5的外側密接，藉以使處理液排出管23的內壁與貫穿管5的外側之間密閉。此外，於被處理液供給口22，附設連結管28。此外，將被處理液（未精製的非水液狀物質）31的輸液管26之管端，鎖入至連結管28，使其與被處理液（未精製的非水液狀物質）31的輸液管26連結。此外，將處理液輸液管25之管端，鎖入至處理液排出管23，使其與處理液輸液管25連結。此外，為了將初步排放廢液311往外排出，而於處理液輸液管25，附設從處理液輸液管25分支之初步排放廢液311的排出管（未圖示）。

【0027】

接著，被處理液（未精製的非水液狀物質）31，從被處理液31的儲存槽等，通過與金屬去除管柱30連結之被處理液輸液管26，輸送至金屬去除管柱30，經由被處理液供給口22，往金屬去除管柱30的收納容器21內供給。接著，以供給至收納容器21內之被處理液31，首先，填充離子交換樹脂填充匣20b的筒部2與金屬去除管柱30的收納容器21之間的空間27，而後，使其通過形成在離子交換樹脂填充匣20b的上蓋3之被處理液通過孔7，而流入離子交換樹脂填充匣20b之匣容器內。接著，使流入離子交換樹脂填充匣20b之匣容器內的被處理液31，與填充於匣容器內之離子交換樹脂1b接觸，並通過離子交換樹脂的填充領域，而後，通過形成在筒部2的下蓋4之處理液通過孔（圖1中，符號8），往離子交換樹脂填充匣20b之匣容器外排出。將往離子交換樹脂填充匣20b之匣容器外排出的初步排放廢液311，藉由從與金屬去除管柱30連結之處理液輸液管25分支的初步排放廢液排出管排出。此時，以使初步排放廢液，不流入使用點或處理液的儲存槽之方式，操作附設於處理液輸液管25之切換閥，先將初步排放廢液311的輸送路徑，切換至初步排放廢液排出管側。而後，持續含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂1b與被處理液（未精製的非水液狀物質）31的接觸，直至初步排放廢液311中的水分濃度（ $\text{mgH}_2\text{O}/\text{g}$ 非水液狀物質）成為既定濃度為止，或至成為預先決定的初步排放量為止。關於非水液狀物質中的水分濃度，宜以卡爾費雪電量滴定方式分析。

【0028】

如此地，藉由施行初步排放步驟，而將巨孔型或多孔型離子交換樹脂，轉換為初步排放後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂1c。

【0029】

接著，操作附設於處理液輸液管25之切換閥，將處理液的輸送路徑，切換至使用點或處理液的儲存槽側後，如圖5所示，被處理液（未精製的非水液狀物

質) 31, 從被處理液31的儲存槽等, 通過與金屬去除管柱30連結之被處理液輸液管26, 輸送至金屬去除管柱30, 經由被處理液供給口22, 往金屬去除管柱30的收納容器21內供給。接著, 使供給至收納容器21內之被處理液31, 首先, 通過離子交換樹脂填充匣20c的筒部2與金屬去除管柱30的收納容器21之間的空間27, 而後, 通過形成在離子交換樹脂填充匣20c的上蓋3之被處理液通過孔7, 而流入離子交換樹脂填充匣20c之匣容器內。接著, 使流入至離子交換樹脂填充匣20c之匣容器內的被處理液31, 與填充於匣容器內之巨孔型或多孔型離子交換樹脂1c接觸, 並通過離子交換樹脂的填充領域, 而後, 通過形成在筒部2的下蓋4之處理液通過孔(圖1中, 符號8), 往離子交換樹脂填充匣20c之匣容器外排出。將往離子交換樹脂填充匣20c之匣容器外排出的處理液(精製後的非水液狀物質) 32, 經由與金屬去除管柱30連結之處理液輸液管25而輸送至使用點或處理液的儲存槽。如此地, 藉由施行精製步驟, 而獲得精製後的非水液狀物質。

【0030】

本發明的非水液狀物質之精製方法, 使非水液狀物質與巨孔型或多孔型離子交換樹脂接觸, 將雜質從該非水液狀物質去除, 其特徵為包含如下步驟:

離子交換樹脂填充步驟, 將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂填充於匣容器, 獲得填充有含水率降低前之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的離子交換樹脂填充匣;

含水率降低步驟, 降低該匣容器內之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率, 直至含水率降低後之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率(A), 成為該巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率(B)之90.0~97.0%;

初步排放步驟，使未精製之該非水液狀物質，通過填充有含水率降低後之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的該匣容器內，從該匣容器內排出初步排放廢液；以及

精製步驟，藉由使未精製之該非水液狀物質，通過該匣容器內，而使未精製之該非水液狀物質與該匣容器內之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂接觸，施行該非水液狀物質的精製，獲得經精製之該非水液狀物質。

【0031】

本發明的非水液狀物質之精製方法，使被處理液即未精製的非水液狀物質，與離子交換樹脂接觸，將雜質從未精製的非水液狀物質去除。本發明的非水液狀物質之精製方法中，精製對象，為未精製的非水液狀物質。作為未精製的非水液狀物質，亦即，作為被處理液，可列舉：IPA（異丙醇）、PGMEA（丙二醇甲醚醋酸酯）、PGME（丙二醇甲醚）、PGEE（丙二醇單乙醚）、NMP（N-甲基-2-吡咯烷酮）等有機溶媒。作為未精製的非水液狀物質中之雜質，可列舉：Li、Na、Mg、Al、K、Ca、Ti、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、As、Cd、Pb等金屬離子；Cl、SO₄、NO₃、PO₄、CO₃、HCO₃等陰離子；甲酸、乙酸、馬來酸、丙酸等有機酸；帶有正電或負電的高分子化合物。

【0032】

本發明的非水液狀物質之精製方法中，用於精製非水液狀物質的離子交換樹脂，係粒狀之巨孔型或多孔型離子交換樹脂。另，凝膠型構造、與巨孔型構造及多孔型構造，係藉由下述方法判別。

（1）在以光學顯微鏡，觀察照射光線之離子交換樹脂時，將光線透射者判別為「凝膠型構造」，將光線未透射者判別為「多孔型構造」或「巨孔型構造」。

（2）從藉由使用氮氣等的吸附法（BET法）測定出之離子交換樹脂的比表面積或細孔容積之值，判別「凝膠型構造」、與「多孔型構造」或「巨孔型構造」。

造」。一般而言，具備凝膠型構造之離子交換樹脂，比表面積極小，此外，細孔容積極小，具備凝膠型構造之離子交換樹脂的比表面積未滿 $0.1\text{m}^2/\text{g}$ （乾燥樹脂），具備凝膠型構造之離子交換樹脂的細孔容積為 $0.001\sim 0.008\text{ml}/\text{ml}$ （乾燥樹脂）。此外，具備多孔型構造或巨孔型構造之離子交換樹脂，比表面積較大，此外，細孔容積較大；具備多孔型構造或巨孔型構造之離子交換樹脂的比表面積為 $2\sim 125\text{m}^2/\text{g}$ （乾燥樹脂），具備多孔型構造或巨孔型構造之離子交換樹脂的細孔容積為 $0.17\sim 0.50\text{ml}/\text{ml}$ （乾燥樹脂）。

【0033】

作為巨孔型或多孔型離子交換樹脂，可列舉巨孔型或多孔型陽離子交換樹脂、巨孔型或多孔型陰離子交換樹脂、巨孔型或多孔型陽離子交換樹脂與巨孔型或多孔型陰離子交換樹脂的組合。巨孔型或多孔型離子交換樹脂，為巨孔型或多孔型陽離子交換樹脂與巨孔型或多孔型陰離子交換樹脂的組合之情況，具有下述情況：作為將巨孔型或多孔型陽離子交換樹脂與巨孔型或多孔型陰離子交換樹脂均一地混合的混床使用之情況；以及作為於巨孔型或多孔型離子交換樹脂的填充領域之上游側，填充巨孔型或多孔型陽離子交換樹脂，且於巨孔型或多孔型離子交換樹脂的填充領域之下游側，填充巨孔型或多孔型陰離子交換樹脂的多重床，或於巨孔型或多孔型離子交換樹脂的填充領域之上游側，填充巨孔型或多孔型陰離子交換樹脂，且於巨孔型或多孔型離子交換樹脂的填充領域之下游側，填充巨孔型或多孔型陽離子交換樹脂的多重床使用之情況。

【0034】

巨孔型或多孔型陽離子交換樹脂，可為巨孔型或多孔型的強酸性陽離子交換樹脂，亦可為巨孔型或多孔型的弱酸性陽離子交換樹脂，亦可併用其等。作為巨孔型或多孔型的強酸性陽離子交換樹脂，可列與ORLITE DS-4等。此外，

作為巨孔型或多孔型的弱酸性陽離子交換樹脂，可列舉Amberlite IRC76、Amberlite IRC747UPS、Amberlite IRC748、Amberlite IRC743等。

【0035】

巨孔型或多孔型陰離子交換樹脂，可為巨孔型或多孔型的強鹼性陰離子交換樹脂，亦可為巨孔型或多孔型的弱鹼性陰離子交換樹脂，亦可併用其等。作為巨孔型或多孔型的強鹼性陰離子交換樹脂，可列舉ORLITE DS-5等。此外，作為巨孔型或多孔型的弱鹼性陰離子交換樹脂，可列舉ORLITE DS-6等。作為巨孔型或多孔型的強酸性陽離子交換樹脂與巨孔型或多孔型的強鹼性陰離子交換樹脂之混合品，可列舉ORLITE DS-7。

【0036】

乾燥狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的平均粒徑，並無特別限制，宜為200~1000 μm ，特別宜為200~500 μm 。另，乾燥狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的平均粒徑，係藉由雷射繞射式粒度分布測定裝置測定的值。

【0037】

巨孔型或多孔型離子交換樹脂，一般而言，係在含有水的狀態下製造，此外，在販售、流通、使用場所的離子交換樹脂之填充時等，亦以含有水的狀態存在。而在本發明中，將含有水的狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂，稱作「水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂」；將水潤濕狀態中的，25 $^{\circ}\text{C}$ 之相對濕度100%的狀態中樹脂細孔中之水分調節為飽和平衡狀態的狀態，稱作「飽和平衡狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂」。將藉由適宜之乾燥方法乾燥，使含水率為0質量%時的狀態，稱作「乾燥狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂」。

【0038】

飽和平衡狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂，係與25 $^{\circ}\text{C}$ 且相對濕度100%的大氣接觸30分鐘以上，使巨孔型或多孔型離子交換樹脂呈飽和狀態而獲得。

乾燥狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂，係將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂，以恆溫乾燥器在105°C乾燥16小時藉以獲得。飽和平衡狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率(%) (B)，係藉由「(乾燥前的飽和平衡狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的重量－乾燥狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的重量) / 乾燥前的飽和平衡狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的重量) × 100」之算式求出。另，乾燥前的飽和平衡狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的採取量，為了提高測定的正確度，宜為5g以上。

含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率(%) (A)亦同樣地，係量取成為測定對象之樹脂5g以上，將量取之樹脂以恆溫乾燥器在105°C乾燥16小時，藉由「(含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的重量－乾燥狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的重量) / 含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的重量) × 100」之算式求出。

此外，含水率降低前之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率(%) (C)亦同樣地，係量取成為測定對象之樹脂5g以上，將量取之樹脂以恆溫乾燥器在105°C乾燥16小時，藉由「(含水率降低前之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的重量－乾燥狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的重量) / 含水率降低前之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的重量) × 100」之算式求出。

【0039】

本發明的非水液狀物質之精製方法中的離子交換樹脂填充步驟，係將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂填充於匣容器，而獲得填充有含水率降低前之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的離子交換樹脂填充匣之步驟。

【0040】

離子交換樹脂填充步驟中的匣容器，係離子交換樹脂之填充容器，於內部填充有水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂。作為匣容器，並無特別限

制，例如，依設置離子交換樹脂填充匣之金屬去除管柱的形狀等適宜選擇，但一般係由圓筒狀之構件、與封住圓筒狀之構件的兩端之蓋構件所構成。在匣容器的一方之端部，形成用於往匣容器內供給未精製的非水液狀物質（被處理液）之被處理液供給口，此外，在匣容器的另一方之端部，形成用於將精製後的非水液狀物質（處理液）從匣容器內排出之被處理液排出口。

【0041】

作為匣容器之材質，並無特別限制，例如可列舉聚四氟乙烯（PTFE）、四氟乙烯全氟烷基乙烯基醚共聚物（PFA）、四氟乙烯·乙烯共聚物（ETFE）、低密度聚乙烯、高密度聚乙烯等。匣容器之材質，可依被處理液之種類、溶解物質之種類等適宜選擇。

【0042】

離子交換樹脂填充步驟中，填充在匣容器內之離子交換樹脂，為水潤濕狀態之離子交換樹脂。離子交換樹脂填充步驟中，填充在匣容器內的水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂，亦即，含水率降低前之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（C），宜為巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之95~100%，特別宜為98~100%。一般而言，工業上製造之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率，為巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之95~100%，此外，市售之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率，為巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之95~100%。因此，在離子交換樹脂填充步驟，適合使用工業上製造的水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂、或市售的水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂。另，「水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（C），宜為巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之95~100%，特別宜為98~100%」，係指以（「在離子交換樹脂填充步驟中實際填充的水潤

濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂，亦即，含水率降低前之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（C）」／「巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）」） $\times 100$ 計算出的百分率，宜為95～100%，特別宜為98～100%。

【0043】

離子交換樹脂填充步驟中，往匣容器內填充水潤濕狀態之離子交換樹脂的方法，並無特別限制，適宜選擇填充時不混入異物的方法。

【0044】

藉由施行離子交換樹脂填充步驟而獲得的離子交換樹脂填充匣，係於匣容器填充有水潤濕狀態之離子交換樹脂的離子交換樹脂填充匣。藉由施行離子交換樹脂填充步驟而獲得的離子交換樹脂填充匣，為施行含水率降低步驟前之離子交換樹脂填充匣，故藉由施行離子交換樹脂填充步驟而獲得的離子交換樹脂填充匣，換而言之，係於匣容器填充有含水率降低前之離子交換樹脂的離子交換樹脂填充匣。

【0045】

本發明的非水液狀物質之精製方法中的含水率降低步驟，係使匣容器內之離子交換樹脂的含水率降低，直至含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（A），成為巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之90.0～97.0%為止，宜至成為90～95%為止的步驟。另，「含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（A），成為巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之90.0～97.0%，宜至成為90～95%為止」，係指以（「在含水率降低步驟中含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（A）」／「巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）」） $\times 100$ 計算出的百分率，成為90.0～97.0%為止，宜至成為90～95%為止。

【0046】

本發明的非水液狀物質之精製方法，可使惰性氣體通過匣容器內，使惰性氣體與匣容器內之離子交換樹脂接觸，藉以施行含水率降低步驟（以下，亦將此等形態記為含水率降低步驟（1））。

【0047】

作為含水率降低步驟（1）中的惰性氣體，可列舉氮氣、氬氣、氫氣等。惰性氣體之純度，越高越佳，但若為99.9體積%以上即可。惰性氣體之露點，宜為 -50°C 以下，特別宜為 -60°C 以下。

【0048】

含水率降低步驟（1）中，往匣容器內供給惰性氣體時之惰性氣體的溫度，宜為 $0\sim 60^{\circ}\text{C}$ ，特別宜為 $10\sim 30^{\circ}\text{C}$ 。

【0049】

在含水率降低步驟（1），藉由使惰性氣體，與水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂接觸，而將存在於水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的表面及其附近之水分蒸發，移往惰性氣體，將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的表面及其附近之水分去除，降低水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率。

【0050】

此外，在含水率降低步驟（1），持續惰性氣體的對水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的接觸，直至含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（A），成為巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之90.0~97.0%為止，宜至成為90~95%為止，將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂，轉換為既定含水率的含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂。

【0051】

含水率降低步驟（1）中，作為使惰性氣體通過匣容器內，使惰性氣體與匣容器內之巨孔型或多孔型離子交換樹脂接觸的方法，並無特別限制，若為從匣容器之一端側，往匣容器內供給惰性氣體，並從匣容器之另一端側，將惰性氣體從匣容器內排出的方法即可。

【0052】

將利用在含水率降低步驟（1），含有巨孔型或多孔型離子交換樹脂中的水分之惰性氣體，藉由惰性氣體之脫水裝置處理，降低惰性氣體中的含水量，可再度於含水率降低步驟（1），作為往匣容器內供給之惰性氣體而使用。

【0053】

此外，本發明的非水液狀物質之精製方法，可將匣容器內減壓，使離子交換樹脂減壓乾燥，藉以施行含水率降低步驟（以下，亦將此等形態記作含水率降低步驟（2））。

【0054】

含水率降低步驟（2）中，減壓乾燥時的絕對壓力，宜為 -0.05MPa 以下。此外，減壓乾燥時的溫度，宜為 $0\sim 60^{\circ}\text{C}$ ，特別宜為 $30\sim 50^{\circ}\text{C}$ 。為了使被處理樹脂為上述加熱減壓乾燥條件，使用習知真空乾燥機即可。

【0055】

在含水率降低步驟（2），藉由使水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂減壓乾燥，而將存在於水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的表面及其附近之水分蒸發，將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的表面及其附近之水分去除，降低水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率。

【0056】

此外，在含水率降低步驟（2），施行水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的減壓乾燥，直至含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（A），成為巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之90.0~97.0%為止，宜至成為90~95%為止，將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂，轉換為既定含水率的含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂。

【0057】

含水率降低步驟（2）中，作為將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂減壓乾燥的方法，並無特別限制，例如可列舉下述方法：將離子交換樹脂填充匣，靜置於減壓乾燥裝置，將減壓乾燥裝置內減壓，或將減壓乾燥裝置內減壓並加熱，施行減壓乾燥。另，減壓乾燥後，在使減壓乾燥裝置內回到常壓時，宜以使大氣中之雜質不混入的方式，將高純度的惰性氣體導入減壓裝置內，藉以使其為常壓。

【0058】

此外，本發明的非水液狀物質之精製方法，可將填充有巨孔型或多孔型離子交換樹脂的離子交換樹脂填充匣，在惰性氣體環境之加熱裝置內加熱，藉以施行含水率降低步驟（以下，亦將此等形態記作含水率降低步驟（3））。

【0059】

含水率降低步驟（3）中，將離子交換樹脂填充匣加熱時的加熱溫度，宜為0~60℃，特別宜為30~50℃。

【0060】

在含水率降低步驟（3），藉由將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂加熱，而將存在於水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的表面及其附

近之水分蒸發，將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的表面及其附近之水分去除，降低水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率。

【0061】

此外，在含水率降低步驟（3），施行水潤濕狀態之離子交換樹脂的加熱，直至含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（A），成為巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之90.0~97.0%為止，宜至成為90~95%為止，將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂，轉換為既定含水率的含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂。

【0062】

含水率降低步驟（3）中，作為將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂加熱的方法，並無特別限制，若為可將離子交換樹脂填充匣，在惰性氣體環境之加熱裝置內加熱的方法即可。

【0063】

如此地，藉由施行含水率降低步驟，而將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂（含水率降低前之巨孔型或多孔型離子交換樹脂），轉換為含水率為既定值之巨孔型或多孔型離子交換樹脂（含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂）轉換，獲得於匣容器填充有含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的離子交換樹脂填充匣。而後，在含水率降低步驟中，藉由使含水率之降低程度，為含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（A），成為巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之90.0~97.0%為止，宜至成為90~95%為止，即便以含水率降低步驟（1）、含水率降低步驟（2）、含水率降低步驟（3）等簡便之方法施行含水率的降低且減少其降低負載，仍可減少初步排放廢液的量。另一方面，若相對於巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交

換樹脂的含水率（A），超過上述範圍，則初步排放廢液的量變多。此外，若相對於巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（A），未滿上述範圍，則初步排放廢液的量雖減少，但依降低巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率所耗費之時間變長的情況，而使成本變高。

【0064】

本發明的非水液狀物質之精製方法中的初步排放步驟，係使未精製的非水液狀物質，通過填充有含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的匣容器內，從匣容器內排出初步排放廢液之步驟。

【0065】

初步排放步驟，係在精製非水液狀物質前施行之前處理步驟，其主要施行目的在於，藉由將巨孔型或多孔型離子交換樹脂所含有的水分置換為非水液狀物質而降低含水率，藉由降低從巨孔型或多孔型離子交換樹脂往非水液狀物質溶出之水分，而成為可施行正常精製的狀態。

【0066】

此外，在初步排放步驟，持續未精製的非水液狀物質的往填充含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的匣容器內之通過，直至離子交換填充匣成為既定狀態為止。此時，產生初步排放廢液。

【0067】

本發明的非水液狀物質之精製方法中的精製步驟，係藉由使未精製的非水液狀物質，通過施行初步排放步驟的離子交換樹脂填充匣之匣容器內，而使未精製的非水液狀物質與匣容器內之巨孔型或多孔型離子交換樹脂接觸，施行非水液狀物質之精製，而獲得經精製的非水液狀物質之步驟。

【0068】

此外，藉由施行精製步驟，而獲得去除雜質之高純度的非水液狀物質。

【0069】

本案發明人等，發現：（1）在初步排放時，由於與非水液狀物質接觸，而從離子交換樹脂流出之水分，多為在巨孔型或多孔型離子交換樹脂的表面及內部之細孔未與離子交換基成為水合狀態而作為自由的水分子存在之水分，在離子交換樹脂之細孔內與離子交換基處於水合狀態的水分子，即便與非水液狀物質接觸，仍幾乎不從離子交換樹脂流出；（2）藉由使惰性氣體與離子交換樹脂連續接觸、將離子交換樹脂減壓乾燥、將離子交換樹脂加熱等，在降低水潤濕狀態之離子交換樹脂的含水率之情況，藉由降低含水率直至含水率降低後之離子交換樹脂的含水率（A），成為離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之90.0~97.0%為止，宜至成為90~95%為止，而可使初步排放時，容易從離子交換樹脂流出的在表面及內部之細孔未與離子交換基成為水合狀態的自由水分子減少，故水分往初步排放廢液的流出量變少；以及（3）藉由其等，可使初步排放廢液的量減少。

【0070】

另一方面，為了消除初步排放時之離子交換樹脂中的水分之影響，雖考慮將填充於匣容器前之離子交換樹脂予以乾燥，但在乾燥步驟及將乾燥後之離子交換樹脂往匣移入的步驟中，接觸金屬、及接觸包含金屬及微粒子之大氣，成為雜質往離子交換樹脂混入的原因。

【0071】

本發明的非水液狀物質之精製方法，如圖1~圖5所示的形態例所示地，在施行離子交換樹脂填充步驟及含水率降低步驟後，將離子交換樹脂填充匣，設置於金屬去除管柱內，往金屬去除管柱內供給未精製的非水液狀物質，使未精製的非水液狀物質，經由金屬去除管柱的收納容器內，通過離子交換樹脂填充

匣之匣容器內，施行初步排放步驟及精製步驟，但本發明並未限定於此一形態。作為本發明的非水液狀物質之精製方法的形態，可列舉下述形態：在施行離子交換樹脂填充步驟及含水率降低步驟後，將離子交換樹脂填充匣，設置於金屬去除管柱內，往金屬去除管柱內供給未精製的非水液狀物質，使未精製的非水液狀物質，經由金屬去除管柱的收納容器內，通過離子交換樹脂填充匣之匣容器內，施行初步排放步驟及精製步驟。此外，作為本發明的非水液狀物質之精製方法的另一形態，可列舉在施行離子交換樹脂填充步驟及含水率降低步驟後，使未精製的非水液狀物質，直接通過離子交換樹脂填充匣之匣容器內，施行初步排放步驟及精製步驟的形態。亦即，此一本發明的非水液狀物質之精製方法的另一形態，係以不使用金屬去除管柱的方式，直接往離子交換樹脂填充匣之匣容器內，供給未精製的非水液狀物質之形態。

【0072】

本發明的非水液狀物質之精製方法中，作為在施行離子交換樹脂填充步驟及含水率降低步驟後，使未精製的非水液狀物質，直接通過離子交換樹脂填充匣之匣容器內，施行初步排放步驟及精製步驟的形態所使用之離子交換樹脂填充匣，例如可列舉圖6所示的離子交換樹脂填充匣120。離子交換樹脂填充匣120，具備：筒部2，填充有水潤濕狀態的粒狀之離子交換樹脂1a；上蓋103，形成有被處理液（未精製的非水液狀物質）通過孔7，且設置於附設有連結部102的筒部2之上端，被處理液（未精製的非水液狀物質）輸液管之管端鎖入至連結部102；下蓋4，形成有處理液（精製後的非水液狀物質）通過孔8，設置於筒部2之下端；處理液排出管105，與下蓋連結，處理液（精製後的非水液狀物質）輸液管之管端鎖入至處理液排出管105；以及粒狀之離子交換樹脂1a，填充於筒部2的內部。另，圖6所示的形態例中，下蓋4與處理液排出管105，一體化地成形。此外，圖6所示的形態例中，筒部2、上蓋3、及附設有處理液排出管105之

下蓋4，為匣容器。此外，於筒部2的內側之上端側，形成上端側管徑縮小部11，且於筒部2的內側之下端側，形成下端側管徑縮小部12。此外，為了防止離子交換樹脂1從筒部2往外流出，藉由在上端側管徑縮小部11與上蓋3之間夾入網格9的外緣部，而將網格9附設於離子交換樹脂的填充領域之上端，且藉由在下端側管徑縮小部12與下蓋4之間夾入網格10的外緣部，而將網格10附設於離子交換樹脂的填充領域之下端。另，網格9及網格10，具有使被處理液透過且粒狀之離子交換樹脂1a不透過的程度之大小的間隙。

【0073】

此外，本發明的非水液狀物質之精製方法，如圖1～圖5所示的形態例所示地，在施行離子交換樹脂填充步驟及含水率降低步驟後，將離子交換樹脂填充匣，設置於金屬去除管柱，而後施行初步排放步驟及精製步驟，但在採用含水率降低步驟（1）作為含水率降低步驟之情況，並未限定為此一形態。本發明的非水液狀物質之精製方法中，採用含水率降低步驟（1）作為含水率降低步驟的形態，可列舉下述形態：在施行離子交換樹脂填充步驟及含水率降低步驟後，將離子交換樹脂填充匣設置於金屬去除管柱後，施行初步排放步驟及精製步驟。本發明的非水液狀物質之精製方法中，採用含水率降低步驟（1）作為含水率降低步驟的另一形態，可列舉下述形態：在施行離子交換樹脂填充步驟後，將離子交換樹脂填充匣設置於金屬去除管柱，從設置於金屬去除管柱、被處理液輸液管等適宜位置之惰性氣體的導入管，導入惰性氣體，並從設置於金屬去除管柱、處理液輸液管等適宜位置之惰性氣體的排出管，排出惰性氣體，藉以施行含水率降低步驟（1），接著，施行初步排放步驟及精製步驟。

【0074】

本發明之附設外氣隔斷構件的離子交換樹脂填充匣，由離子交換樹脂填充匣及外氣隔斷構件構成，其特徵為：

第 25 頁，共 35 頁(發明說明書)

該離子交換樹脂填充匣包含：

匣容器；

供給口，用於往該匣容器內供給非水液狀物質；

排出口，用於從該匣容器內排出非水液狀物質；以及

巨孔型或多孔型離子交換樹脂，填充於該匣容器內，含水率（D）為飽和平衡狀態的含水率（E）之90.0~97.0%；

該外氣隔斷構件，用於隔斷該匣內與外部氣體의流通。

【0075】

本發明之附設外氣隔斷構件的離子交換樹脂填充匣之匣容器，與本發明的非水液狀物質之精製方法中的匣容器相同。

【0076】

本發明之附設外氣隔斷構件的離子交換樹脂填充匣中，填充於匣容器內之巨孔型或多孔型離子交換樹脂，係含水率（D）為飽和平衡狀態的含水率（E）之90.0~97.0%，宜為90~95%的巨孔型或多孔型離子交換樹脂。另，「填充於匣容器內之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（D），為巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（E）之90.0~97.0%，宜為90~95%」，係指以（「填充於匣容器內之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（D）」／「巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（E）」）×100計算出之百分率為90.0~97.0%，宜為90~95%。

【0077】

本發明之附設外氣隔斷構件的離子交換樹脂填充匣中之外氣隔斷構件，係用於隔斷匣內與外部氣體の流通之構件。

【0078】

作為外氣隔斷構件，例如可列舉圖7所示的形態例。圖7中，在附設外氣隔斷構件的離子交換樹脂填充匣40，於離子交換樹脂填充匣20a的筒部之上端側，以完全覆蓋形成在筒部的上蓋之被處理液通過孔的方式，安裝上側蓋構件33a，且於離子交換樹脂填充匣20a的筒部之下端側，以完全覆蓋形成在筒部的下蓋之處理液通過孔及貫穿管的口之方式，安裝下側蓋構件33b。此外，將上側蓋構件33a與筒部之間及下側蓋構件33b與筒部之間，密閉至外部氣體不進入匣容器內的程度。

【0079】

作為蓋構件之材質，並無特別限制，例如可列舉：聚四氟乙烯（PTFE）、四氟乙烯全氟烷基乙基醚共聚物（PFA）、四氟乙烯·乙烯共聚物（ETFE）、低密度聚乙烯、高密度聚乙烯等。

【0080】

可於上側蓋構件33a及下側蓋構件33b的內側，附設O型環、密封帶等用於提高密閉性的構件。

【0081】

作為外氣隔斷構件之另一形態例，例如可列舉包圍袋，其將離子交換樹脂填充匣之全體包入，隔斷內側與外部氣體的流通。包圍袋之材質，為空氣不透過之材質。

【0082】

本發明之附設外氣隔斷構件的離子交換樹脂填充匣，其填充於匣容器內之巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（D），為飽和平衡狀態的含水率（E）之90.0～97.0%，宜為90～95%，故換而言之，於匣容器內，填充有使初步排放時容易從離子交換樹脂流出的表面及其附近之水分變少的巨孔型或多孔型離子

交換樹脂，故若使用本發明之附設外氣隔斷構件的離子交換樹脂填充匣，施行初步排放步驟及精製步驟，則可減少初步排放廢液。

〔實施例〕

【0083】

以下，依據實施例詳細地說明本發明。然則，本發明，並未限制為以下的實施例。

【0084】

（實施例1）

・含水率之降低試驗

<離子交換樹脂填充步驟>

使下述離子交換樹脂A，與25°C且相對濕度100%的大氣接觸30分鐘以上，獲得飽和平衡狀態之離子交換樹脂A（含水率60.8%）。

接著，作為離子交換樹脂，將飽和平衡狀態之陽離子交換樹脂A，填充於匣容器，製作出圖1所示的離子交換樹脂填充匣B。以下說明填充之離子交換樹脂及O型環的細節，於表1顯示匣容器的細節。

<含水率降低步驟>

接著，將25°C的氮氣（純度99.99%以上），以60L／小時的流量，往離子交換樹脂填充匣B供給75分鐘，使氮氣通過離子交換樹脂填充匣B內，降低離子交換樹脂的含水率，獲得填充有含水率降低後之離子交換樹脂的離子交換樹脂填充匣C。

<含水率之降低比例的算出>

接著，停止氮氣的供給，取出離子交換樹脂填充匣C內之離子交換樹脂，測定含水率。其結果，含水率為58.0%。由此算出，含水率降低後之離子交換樹脂的含水率（A），為離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之95%。

【0085】

・初步排放試驗

與上述內容同樣地，施行離子交換樹脂填充步驟及含水率降低步驟，製作出離子交換樹脂填充匣C。

<初步排放步驟>

於POUL公司製脫金屬過濾器用PFA殼體，設置離子交換樹脂填充匣C，組裝金屬去除管柱。

接著，作為被處理液，將異丙醇（SE級，含水率50質量ppm以下），以 $SV = 4h^{-1}$ 往金屬去除管柱供給，持續被處理液之異丙醇的供給，直至柱床容積（BV）成為30為止，施行初步排放步驟。測定在初步排放步驟中產生之初步排放廢液中的水分量之變化。其結果，BV = 10.5時的含水率為800質量ppm，BV = 14時的含水率為400質量ppm。此外，於圖8顯示初步排放廢液中的水分量之變化。

<精製步驟>

持續被處理液的異丙醇之往金屬去除管柱的供給，採取柱床容積（BV）為18的時間點之處理液的異丙醇，測定含水率。其結果，處理液的異丙醇之含水率為200ppm。

【0086】

<離子交換樹脂>

・離子交換樹脂A：巨孔型的強酸性陽離子交換樹脂與巨孔型的強鹼性陰離子交換樹脂之混合品；ORGANO株式會社製（ORLITE DS-7）；樹脂之材質：苯乙烯-二乙烯苯共聚物；離子交換基之種類：磺酸基、三甲基銨基；離子交換當量：陽離子交換基1.7mg當量/ml潤濕樹脂以上，陰離子交換基0.8mg當量/ml潤濕樹脂以上；乾燥狀態的平均粒徑：400~80 μ m；飽和平衡狀態的含水率61質量%。

<O型環>

FLON工業社製；商品名稱：PFA被覆O型環；材質：以PFA被覆Viton；線
徑：3.53±0.10mm；內徑：37.69±0.38mm；外徑：44.75mm

【0087】

【表1】

筒部	
材質	PTFE
內徑 (mm)	75
外徑 (mm)	85
長度 (mm)	225
上蓋	
材質	PTFE
厚度	10
通過孔的徑 (mm)	5
通過孔的數量 (個)	37
下蓋	
材質	PTFE
厚度	10
通過孔的徑 (mm)	5
通過孔的數量 (個)	19
插通孔	
材質	PTFE
內徑 (mm)	33
外徑 (mm)	44

【0088】

<含水率的測定>

・使離子交換樹脂，與25°C且相對濕度100%的大氣接觸30分鐘以上，使離子交換樹脂呈飽和狀態，藉以獲得飽和平衡狀態之離子交換樹脂。此外，將飽和平衡狀態之離子交換樹脂，以恆溫乾燥器在105°C乾燥16小時，藉以獲得乾燥狀態之離子交換樹脂。而後，將飽和平衡狀態之巨孔型離子交換樹脂的含水率

(%) (B)，藉由「 $\left(\left(\text{乾燥前的飽和平衡狀態之巨孔型離子交換樹脂的重量} - \text{乾燥狀態之巨孔型交換樹脂的重量} \right) / \text{乾燥前的飽和平衡狀態之巨孔型離子交換樹脂的重量} \right) \times 100$ 」之算式求出。另，為了提高測定的正確度，將乾燥前的飽和平衡狀態之離子交換樹脂，採取5g以上而施行。

【0089】

(比較例1)

與實施例1同樣地，施行離子交換樹脂填充步驟，製作出離子交換樹脂填充匣B。

接著，於POUL公司製脫金屬過濾器用PFA殼體，設置離子交換樹脂填充匣B，組裝金屬去除管柱。

接著，作為被處理液，將異丙醇（SE級，含水率50質量ppm以下），以 $SV = 4h^{-1}$ 往金屬去除管柱供給，持續被處理液之異丙醇的供給，直至柱床容積(BV)成為30為止，施行初步排放步驟。測定在初步排放步驟中產生之初步排放廢液中的水分量之變化。其結果，BV = 12.5時的含水率為800質量ppm，BV = 16時的含水率為400質量ppm。此外，於圖8顯示初步排放廢液中的水分量之變化。

亦即，在比較例1，使用並未施行含水率降低步驟之離子交換樹脂，施行初步排放試驗。

【0090】

(參考例1)

與實施例1同樣地，施行離子交換樹脂填充步驟，製作出離子交換樹脂填充匣B。

<離子交換樹脂的乾燥>

接著，將離子交換樹脂填充匣B，放入減壓乾燥機內，以50°C、表壓力－0.1MPa的條件，施行減壓乾燥21小時，獲得填充有減壓乾燥後之離子交換樹脂的離子交換樹脂填充匣D。

<含水率的算出>

接著，停止減壓乾燥，取出離子交換樹脂填充匣D內之離子交換樹脂，測定含水率。其結果，含水率為6%。由此算出，減壓乾燥後之離子交換樹脂的含水率，為離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之10%。

【0091】

<初步排放試驗>

與上述內容同樣地，施行離子交換樹脂填充步驟及含水率降低步驟，製作出離子交換樹脂填充匣D。

接著，於POUL公司製脫金屬過濾器用PFA殼體，設置離子交換樹脂填充匣D，組裝金屬去除管柱。

接著，作為被處理液，將異丙醇（SE級，含水率50質量ppm以下），以 $SV = 4h^{-1}$ 往金屬去除管柱供給，持續被處理液之異丙醇的供給，直至柱床容積（BV）成為30為止，施行初步排放步驟。測定在初步排放步驟中產生之初步排放廢液中的水分量之變化。其結果，BV = 10.5時的含水率為800質量ppm，BV = 13時的含水率為400質量ppm。此外，於圖9顯示初步排放廢液中的水分量之變化。

【0092】

（實施例2）

與實施例1同樣地，施行離子交換樹脂填充步驟，製作出離子交換樹脂填充匣B。

<含水率降低步驟>

接著，將50°C的氮氣（純度99.99%以上），以10L／小時之流量，往離子交換樹脂填充匣B供給120分鐘，使氮氣通過離子交換樹脂填充匣B內，降低離子交換樹脂的含水率，獲得填充有含水率降低後之離子交換樹脂的離子交換樹脂填充匣E。

<含水率之降低比例的算出>

接著，停止氮氣的供給，取出離子交換樹脂填充匣E內之離子交換樹脂，測定含水率。其結果，含水率為56%。由此算出，含水率降低後之離子交換樹脂的含水率（A），為離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之92%。

【0093】

・初步排放試驗

與上述內容同樣地，施行離子交換樹脂填充步驟及含水率降低步驟，製作出離子交換樹脂填充匣E。

<初步排放步驟>

於POUL公司製脫金屬過濾器用PFA殼體，設置離子交換樹脂填充匣E，組裝金屬去除管柱。

接著，作為被處理液，將異丙醇（SE級，含水率50質量ppm以下），以 $SV = 4h^{-1}$ 往金屬去除管柱供給，持續被處理液之異丙醇的供給，直至柱床容積（BV）成為30為止，施行初步排放步驟。測定在初步排放步驟中產生之初步排放廢液中的水分量之變化。其結果，BV = 10.5時的含水率為800質量ppm，BV = 13.5時的含水率為400質量ppm。此外，於圖10顯示初步排放廢液中的水分量之變化。

<精製步驟>

持續被處理液的異丙醇之往金屬去除管柱的供給，採取柱床容積（BV）為18的時間點之處理液的異丙醇，測定含水率。其結果，處理液的異丙醇之含水率為190ppm。

【符號說明】**【0094】**

- 1a 水潤濕狀態的粒狀之巨孔型或多孔型離子交換樹脂
- 1b 含水率降低後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂
- 1c 初步排放後之巨孔型或多孔型離子交換樹脂
- 2 筒部
- 3、103 上蓋
- 4 下蓋
- 5 貫穿管
- 6 O型環
- 7 被處理液通過孔
- 8 處理液通過孔
- 9、10 網格
- 11 上端側管徑縮小部
- 12 下端側管徑縮小部
- 20a、20b、20c、120 離子交換樹脂填充匣
- 21 收納容器
- 22 被處理液供給口
- 23 處理液排出管
- 24 處理液排出管的內壁
- 25 處理液輸液管
- 26 被處理液輸液管
- 27 筒部與收納容器之間的空間

- 28 連結管
- 29 惰性氣體
- 30 金屬去除管柱
- 31 被處理液
- 32 處理液
- 33a 上側蓋構件
- 33b 下側蓋構件
- 35 惰性氣體導入用治具
- 40 附設外氣隔斷構件的離子交換樹脂填充匣
- 51 O型環附設用溝
- 102 連結部
- 105 處理液排出管
- 311 初步排放廢液
- 351 惰性氣體供給口

【發明申請專利範圍】

【第1項】

一種非水液狀物質之精製方法，使非水液狀物質與巨孔型或多孔型離子交換樹脂接觸，將雜質從該非水液狀物質去除，該非水液狀物質為有機溶媒，且該有機溶媒為醇類、酯類、醚類或酮類；其特徵為包含如下步驟：

離子交換樹脂填充步驟，將水潤濕狀態之巨孔型或多孔型離子交換樹脂填充於匣容器，而獲得填充有含水率降低前之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的離子交換樹脂填充匣；

含水率降低步驟，降低該匣容器內之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率，直至含水率降低後之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的含水率（A），成為該巨孔型或多孔型離子交換樹脂之飽和平衡狀態的含水率（B）之90.0～97.0%；

初步排放步驟，使未精製之該非水液狀物質，通過填充有含水率降低後之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的該匣容器內，從該匣容器內排出初步排放廢液；以及

精製步驟，藉由使未精製之該非水液狀物質，通過該匣容器內，而使未精製之該非水液狀物質與該匣容器內之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂接觸，施行該非水液狀物質的精製，而獲得經精製之該非水液狀物質。

【第2項】

如申請專利範圍第1項之非水液狀物質之精製方法，其中，

使惰性氣體通過該匣容器內，使該惰性氣體與該匣容器內之該巨孔型或多孔型離子交換樹脂接觸，藉以施行該含水率降低步驟。

【第3項】

申請專利範圍第2項之非水液狀物質之精製方法，其中，

第1頁，共2頁(發明申請專利範圍)

該惰性氣體的溫度為0~60°C。

【第4項】

申請專利範圍第1項之非水液狀物質之精製方法，其中，

將填充有該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的該匣容器內減壓，使該巨孔型或多孔型離子交換樹脂減壓乾燥，藉以施行該含水率降低步驟。

【第5項】

申請專利範圍第4項之非水液狀物質之精製方法，其中，

該減壓乾燥的溫度為0~60°C。

【第6項】

申請專利範圍第1項之非水液狀物質之精製方法，其中，

將填充有該巨孔型或多孔型離子交換樹脂的離子交換樹脂填充匣，在惰性氣體環境之加熱裝置內加熱，藉以施行該含水率降低步驟。

【第7項】

一種附設外氣隔斷構件的離子交換樹脂填充匣，由離子交換樹脂填充匣與外氣隔斷構件構成，其特徵為：

該離子交換樹脂填充匣，包含；

匣容器；

供給口，用於往該匣容器內供給非水液狀物質；

排出口，用於從該匣容器內排出非水液狀物質；以及

巨孔型或多孔型離子交換樹脂，填充於該匣容器內，含水率（D）為飽和平衡狀態的含水率（E）之90.0~97.0%；

該外氣隔斷構件，用於隔斷該離子交換樹脂填充匣內與外部氣體的流通；

及

該非水液狀物質為有機溶媒，且該有機溶媒為醇類、酯類、醚類或酮類。

【發明圖式】

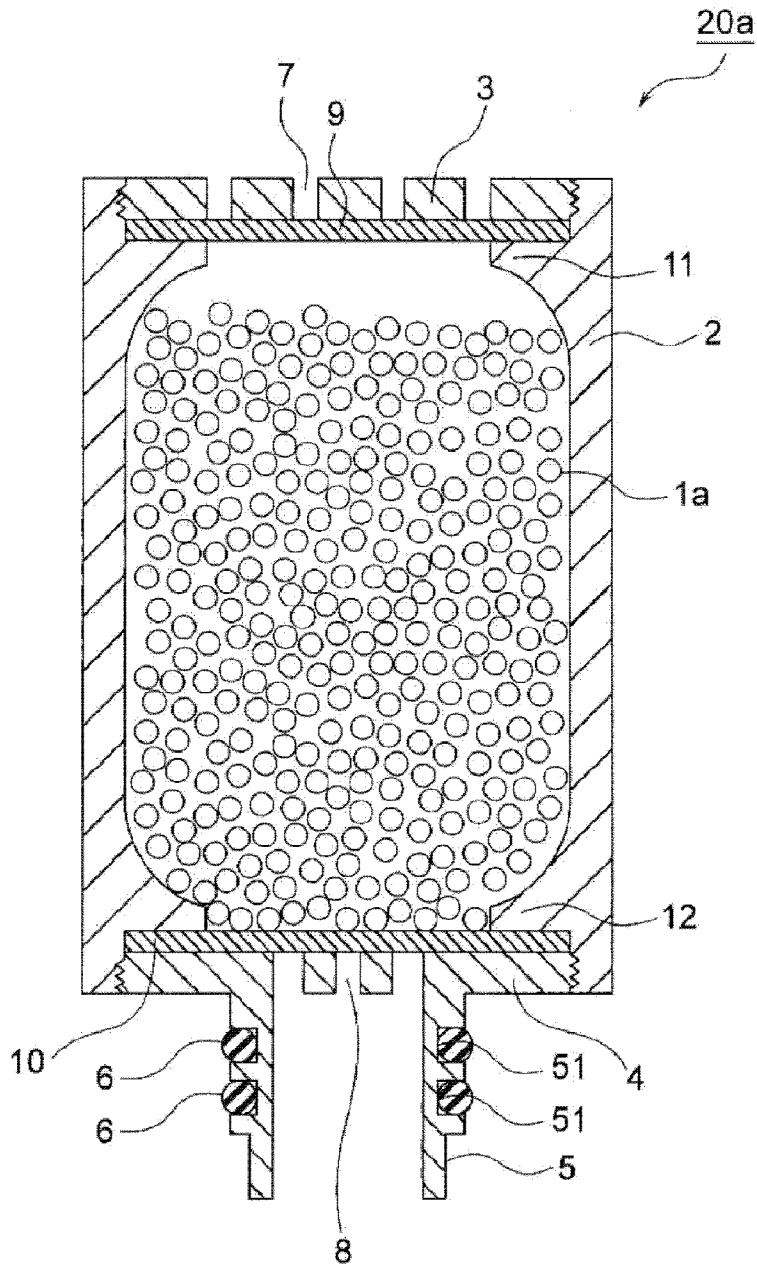


圖 1

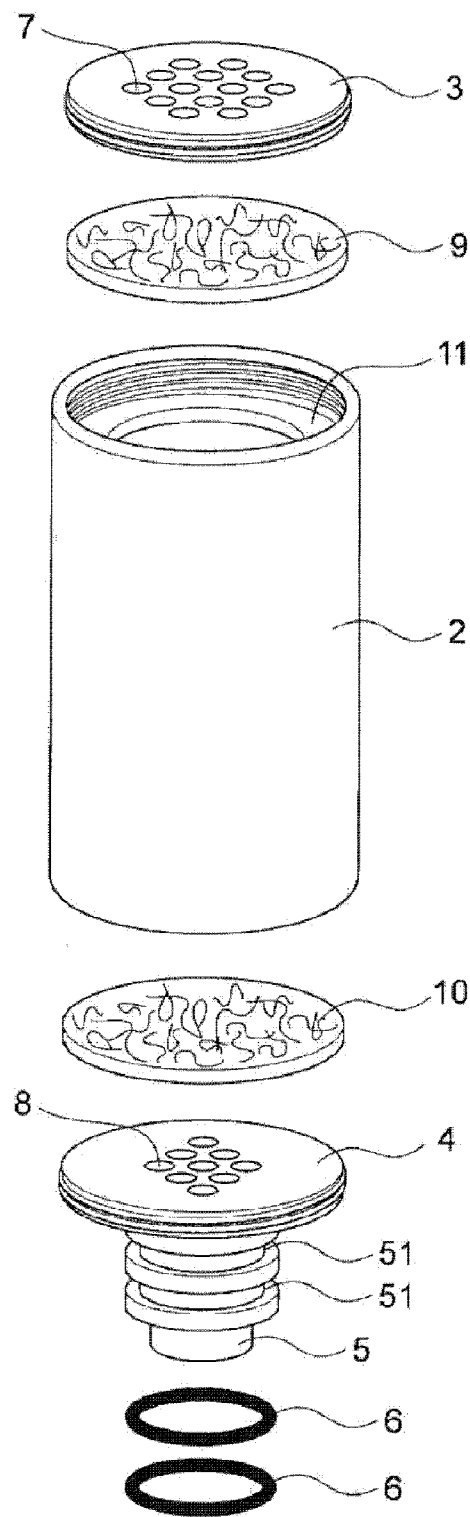


圖 2

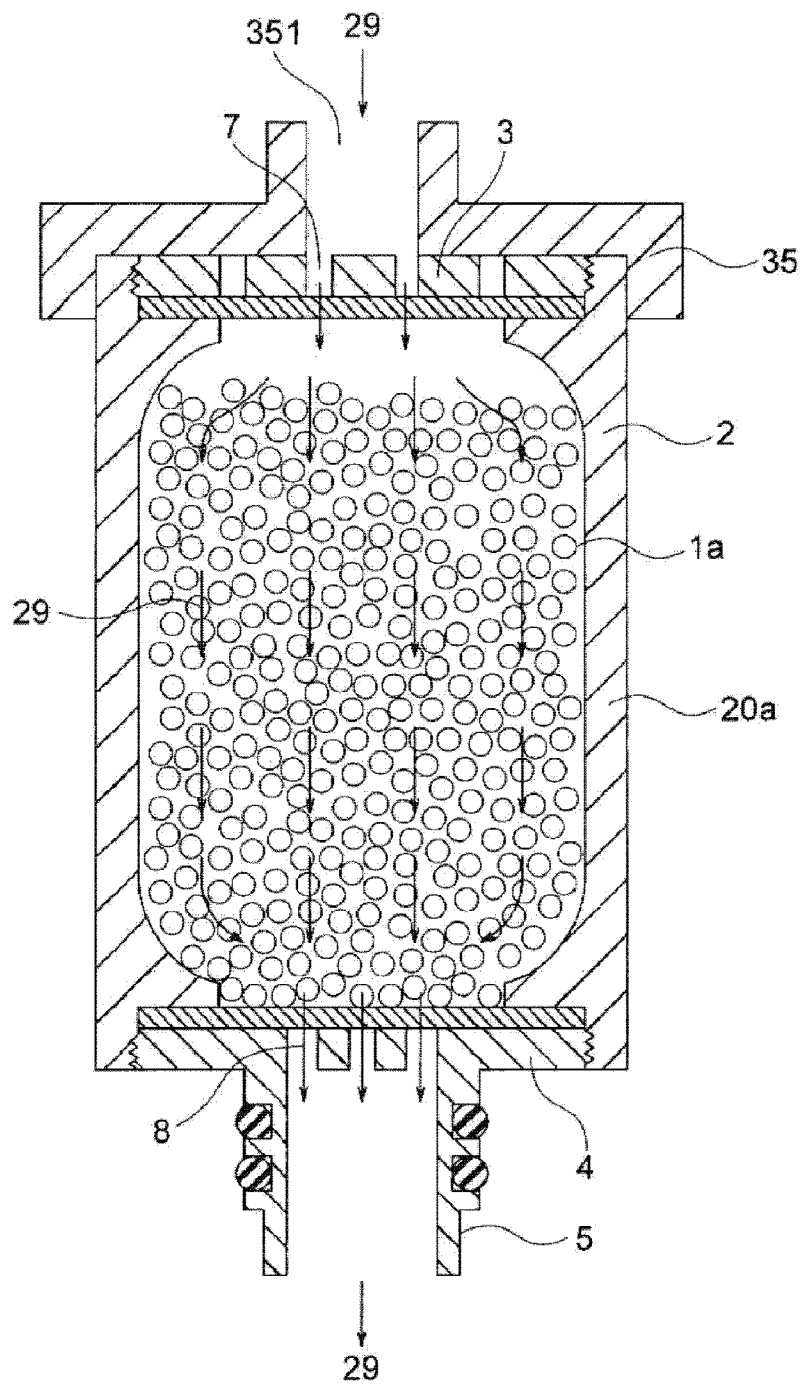


圖 3

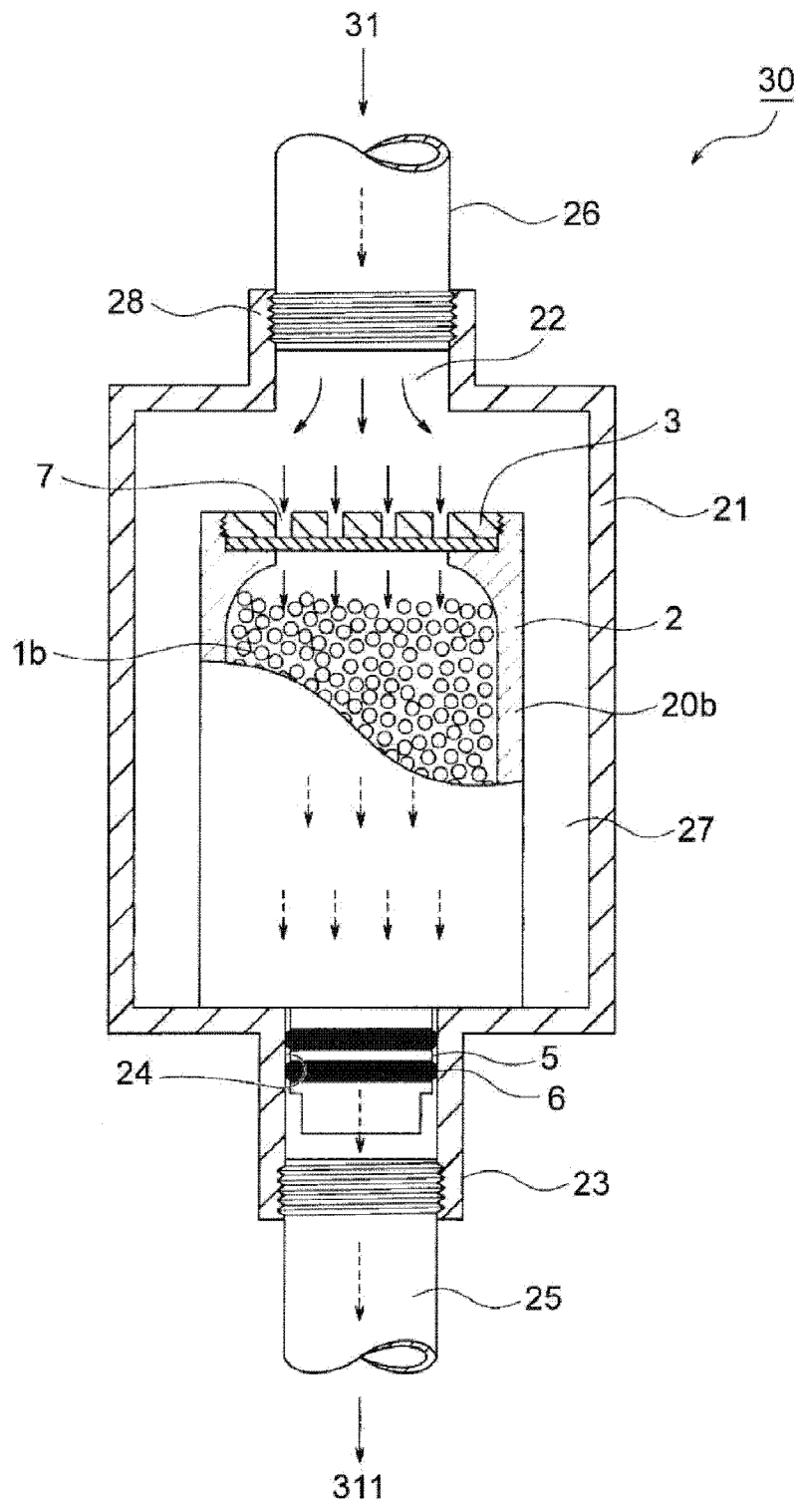


圖 4

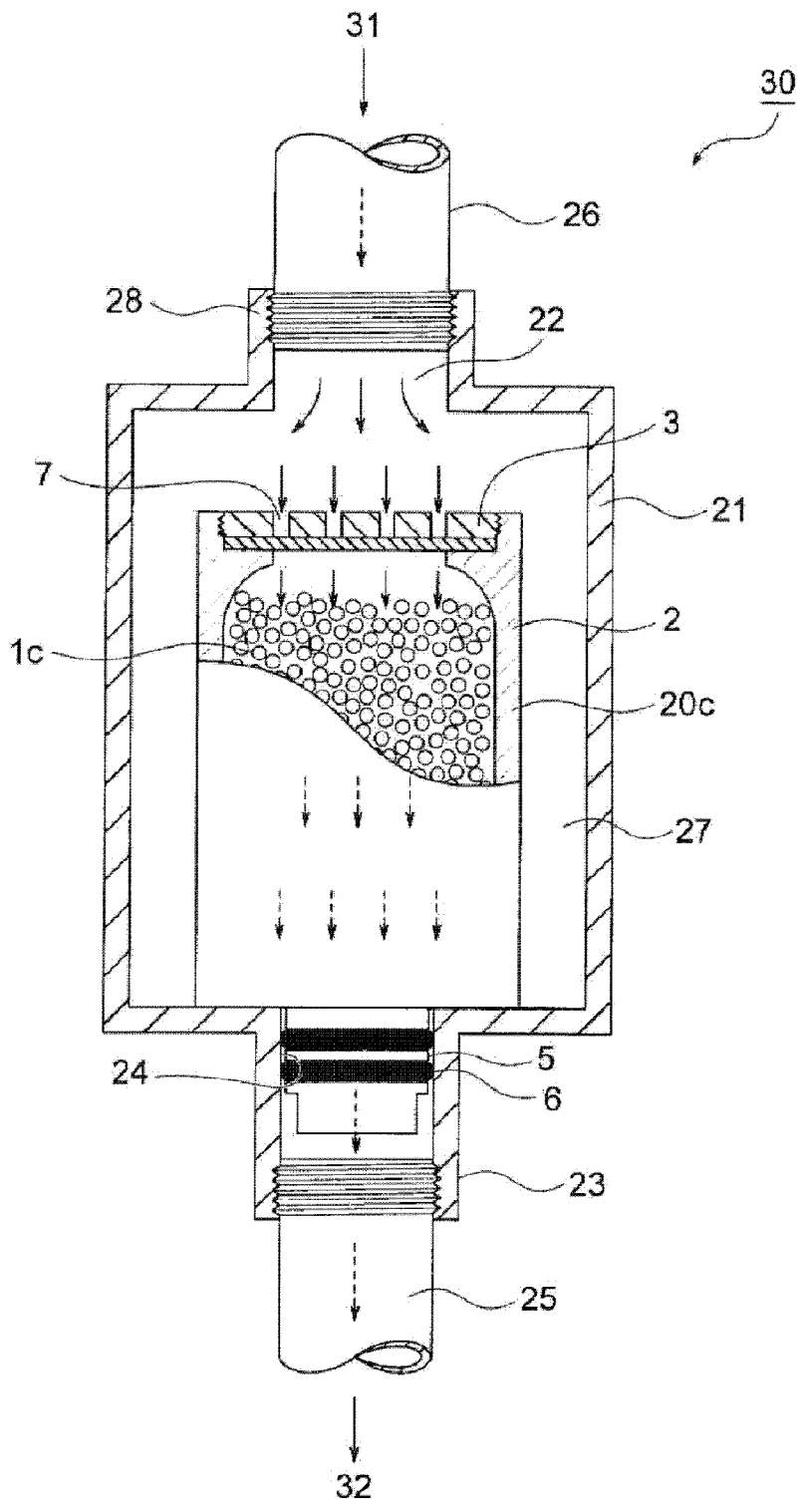


圖 5

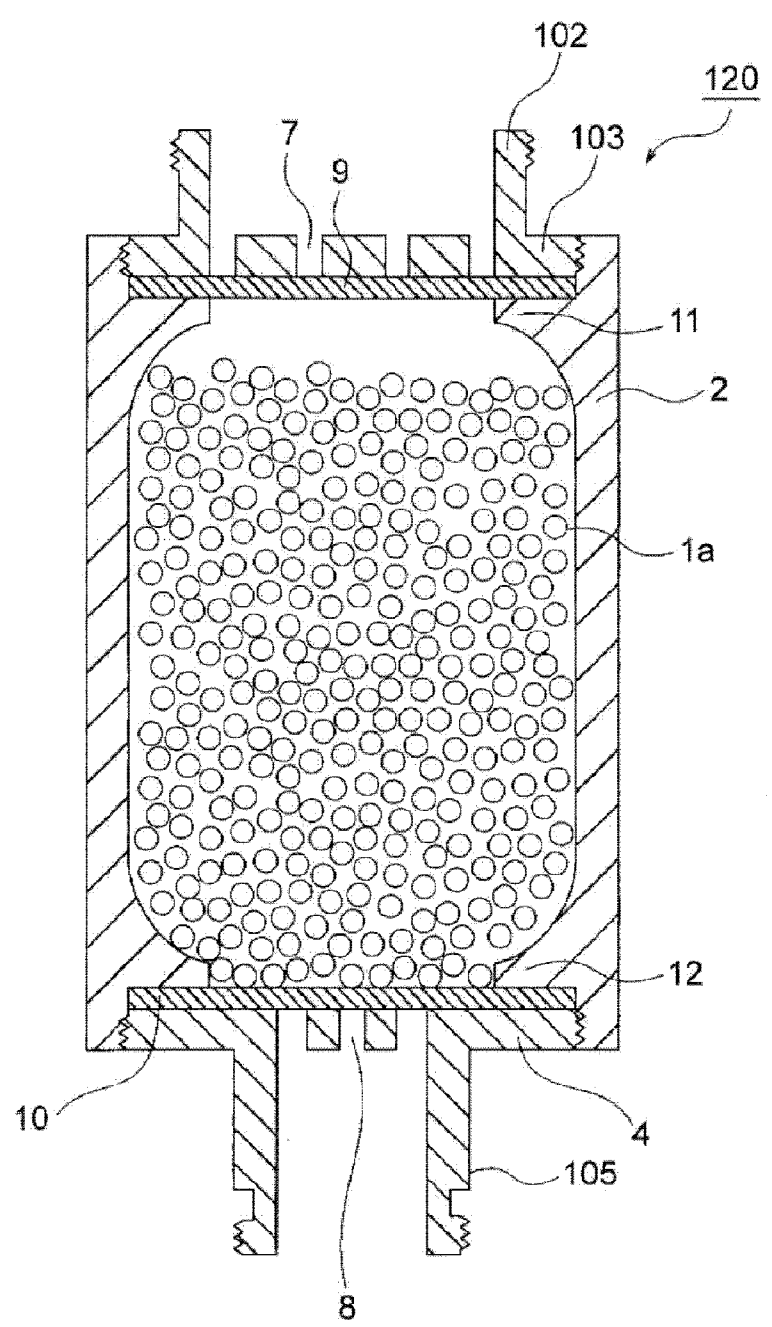


圖 6

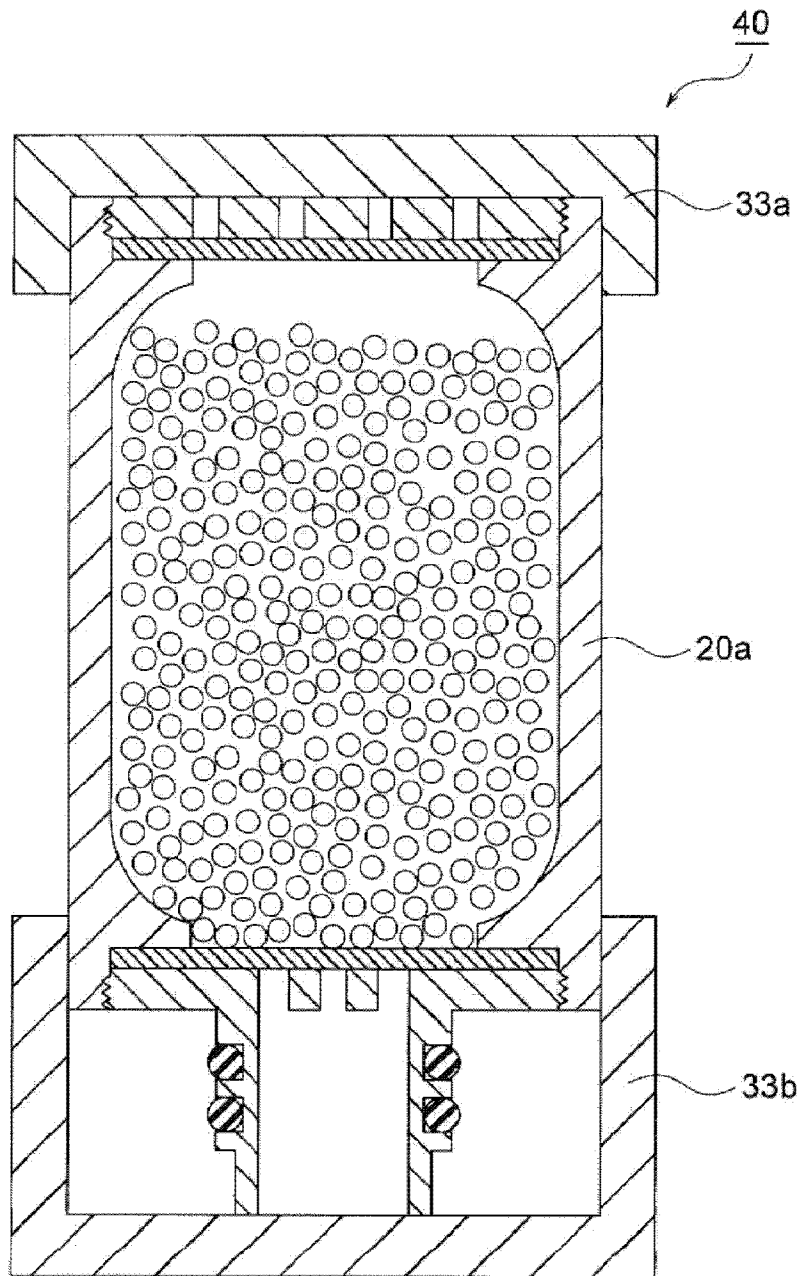


圖 7

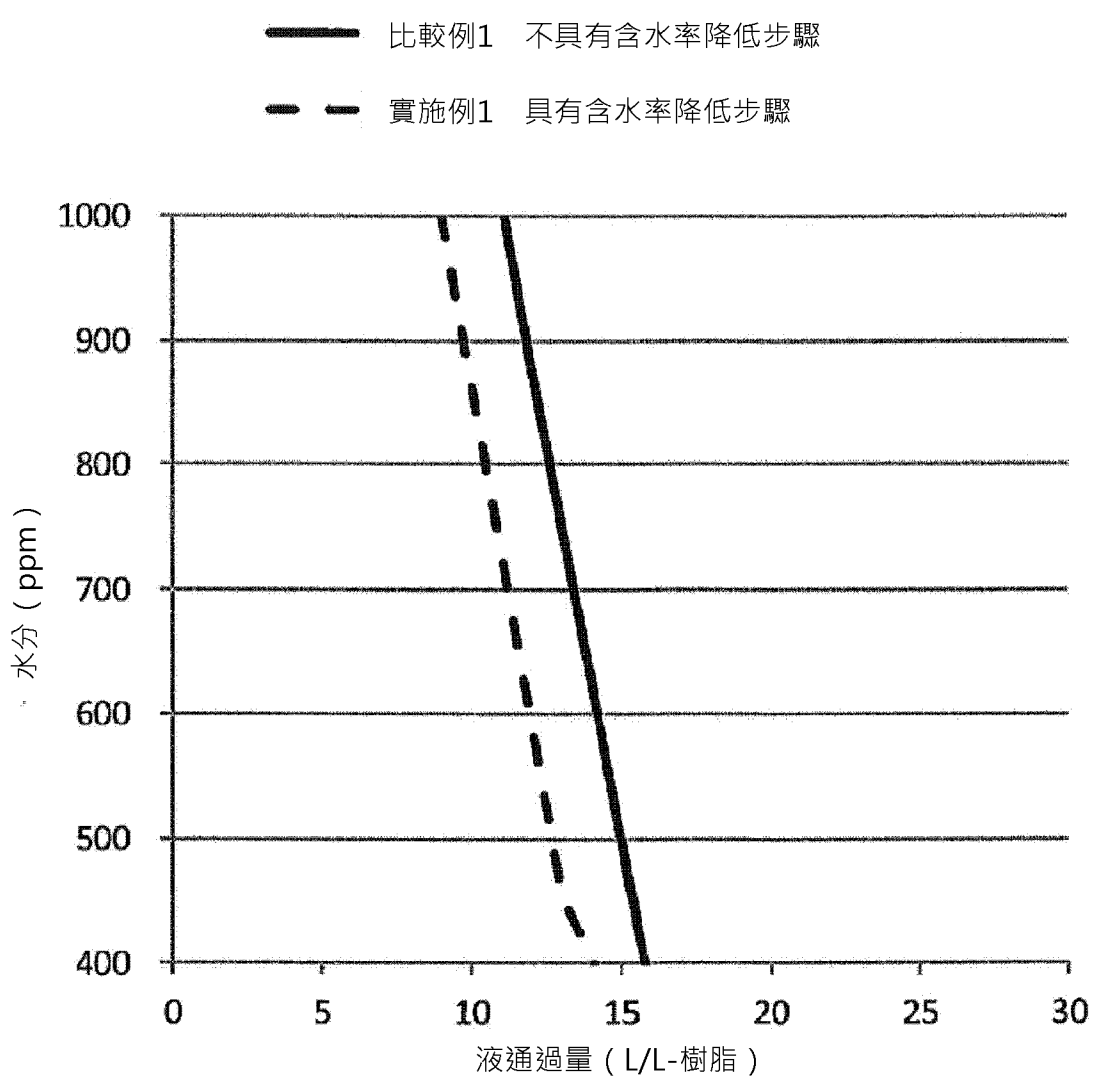


圖 8

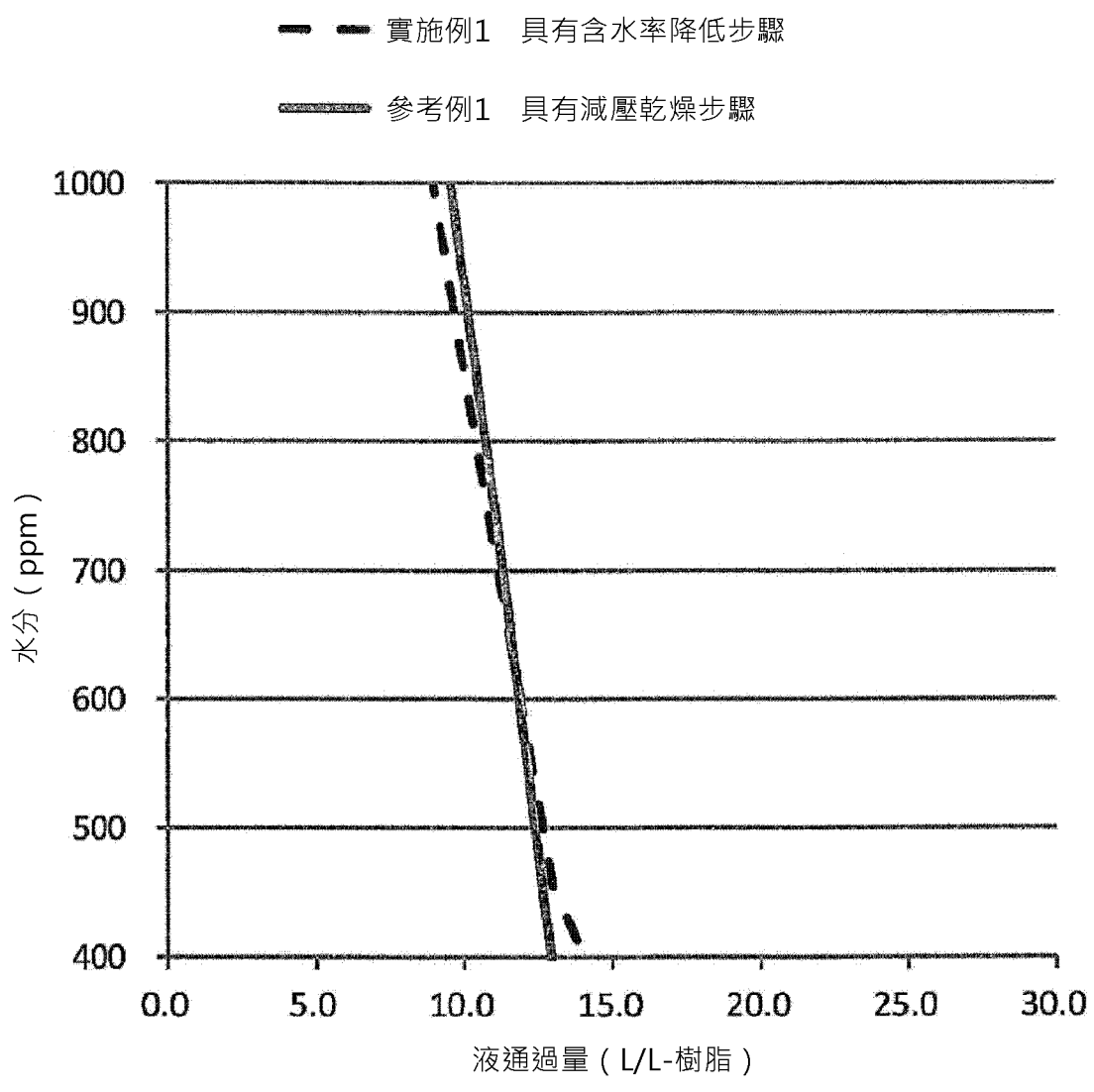


圖 9

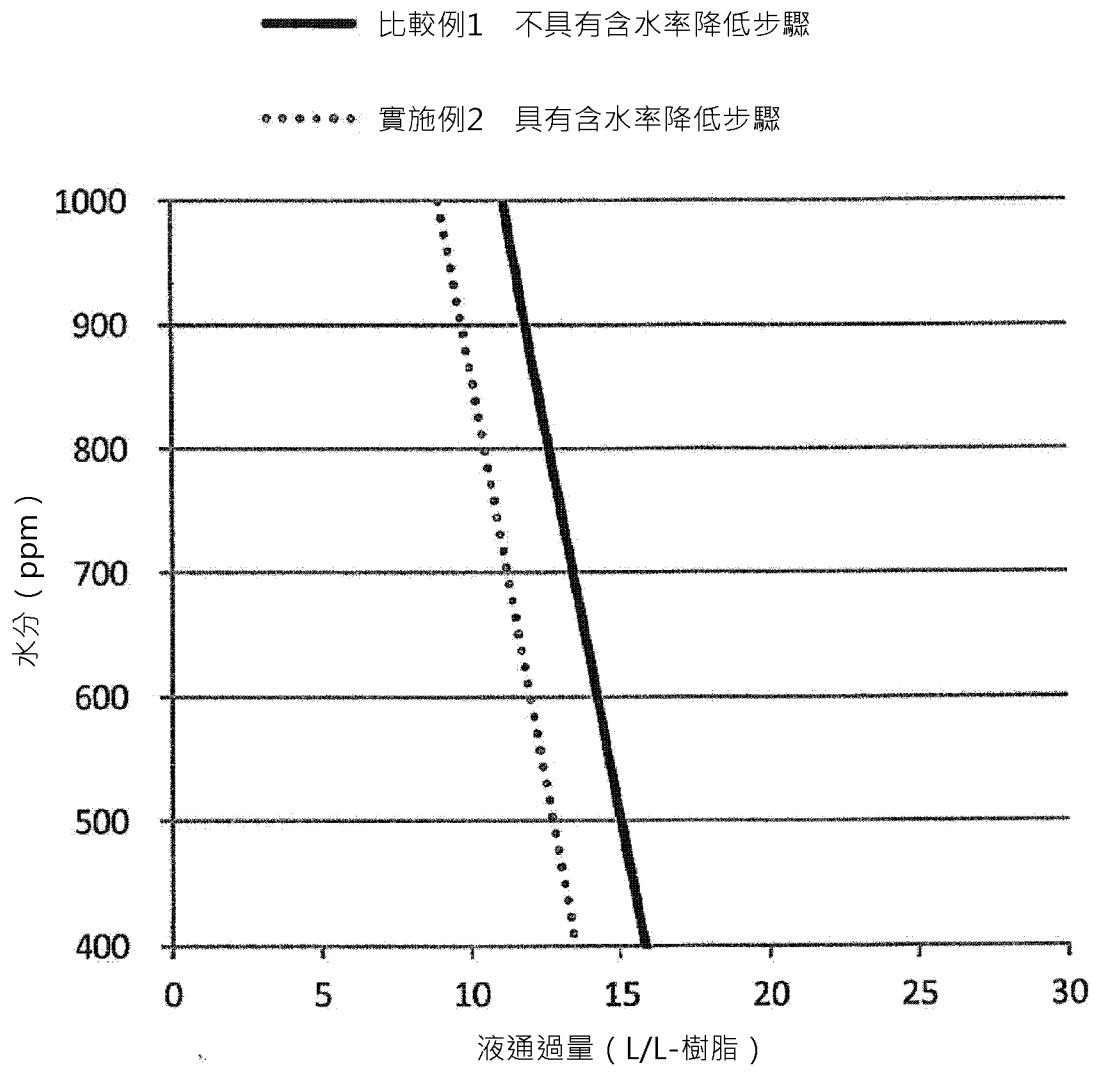


圖 10