(19)日本国特許庁(JP)

再公表特許(A1)

(11)国際公開番号
WO2019/123718

発行日　令和2年7月27日(2020.7.27)

(43)国際公開日　令和1年6月27日(2019.6.27)

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード（参考）
B01J 47/024	(2017.01)	B01J	47/024	4H006
B01J 47/016	(2017.01)	B01J	47/016	
B01J 47/022	(2017.01)	B01J	47/022	
B01J 47/028	(2017.01)	B01J	47/028	
B01J 47/04	(2006.01)	B01J	47/04	

審査請求 有　予備審査請求 未請求　（全 33 頁）　最終頁に続く

出願番号　特願2019-560035 (P2019-560035)
(21)国際出願番号　PCT/JP2018/031301
(22)国際出願日　平成30年8月24日(2018.8.24)
(31)優先権主張番号　特願2017-244686 (P2017-244686)
(32)優先日　平成29年12月21日(2017.12.21)
(33)優先権主張国・地域又は機関
日本国(JP)

(71)出願人　000004400
オルガノ株式会社
東京都江東区新砂１丁目２番８号
(74)代理人　110002538
特許業務法人あしたば国際特許事務所
(72)発明者　高田　智子
東京都江東区新砂１丁目２番８号　オルガノ株式会社内
(72)発明者　伊藤　美和
東京都江東区新砂１丁目２番８号　オルガノ株式会社内

Ｆターム(参考)　4H006 AA02　AD32

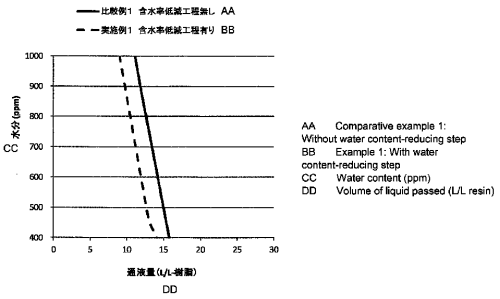
最終頁に続く

(54)【発明の名称】非水液状物質の精製方法及び外気遮断部材付きイオン交換樹脂充填カートリッジ

(57)【要約】

水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂をカートリッジ容器に充填し、含水率低減前の該マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジを得るイオン交換樹脂充填工程と、含水率低減後の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９０～９７％となるまで、前記カートリッジ容器内の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率を低減させる含水率低減工程と、含水率低減後の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されている前記カートリッジ容器内に、未精製の前記非水液状物質を通液し、前記カートリッジ容器内から初期ブロー廃液を排出する初期ブロー工程と、精製工程と、を有することを特徴とする非水液状物質の精製方法。

本発明によれば、初期ブローに用いられる非水液状物質の量を少なくすることができる非水液状物質の精製方法を提供することができる。



【特許請求の範囲】
【請求項１】
マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に非水液状物質を接触させて、該非水液状物質から不純物を除去する非水液状物質の精製方法であって、
水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂をカートリッジ容器に充填し、含水率低減前の該マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジを得るイオン交換樹脂充填工程と、
含水率低減後の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９０．０～９７．０％となるまで、前記カートリッジ容器内の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率を低減させる含水率低減工程と、
含水率低減後の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されている前記カートリッジ容器内に、未精製の前記非水液状物質を通液し、前記カートリッジ容器内から初期ブロー廃液を排出する初期ブロー工程と、
前記カートリッジ容器内に、未精製の前記非水液状物質を通液することにより、前記カートリッジ容器内の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に未精製の前記非水液状物質を接触させて、前記非水液状物質の精製を行い、精製された前記非水液状物質を得る精製工程と、
を有することを特徴とする非水液状物質の精製方法。
【請求項２】
前記カートリッジ容器内を、不活性ガスを通過させて、前記カートリッジ容器内の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に該不活性ガスを接触させることにより、前記含水率低減工程を行うことを特徴とする請求項１記載の非水液状物質の精製方法。
【請求項３】
前記不活性ガスの温度が、０～６０℃であることを特徴とする請求項２記載の非水液状物質の精製方法。
【請求項４】
前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されている前記カートリッジ容器内を減圧して、前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂を減圧乾燥することにより、前記含水率低減工程を行うことを特徴とする請求項１記載の非水液状物質の精製方法。
【請求項５】
前記減圧乾燥の温度が、０～６０℃であることを特徴とする請求項４記載の非水液状物質の精製方法。
【請求項６】
前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジを、不活性ガス雰囲気の加熱装置内で加熱することにより、前記含水率低減工程を行うことを特徴とする請求項１記載の非水液状物質の精製方法。
【請求項７】
カートリッジ容器と、
前記カートリッジ容器内に非水液状物質を供給するための供給口と、
前記カートリッジ容器内から非水液状物質を排出するための排出口と、
前記カートリッジ容器内に充填され、含水率（Ｄ）が、飽和平衡状態の含水率（Ｅ）の９０．０～９７．０％であるマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂と、
を有するイオン交換樹脂充填カートリッジと、
前記カートリッジ内と外気との通気を遮断するため外気遮断部材と、
からなること、
を特徴とする外気遮断部材付きイオン交換樹脂充填カートリッジ。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】

【０００１】
本発明は、非水液状物質中の不純物を除去するための非水液状物質の精製方法、及びそれに用いられるイオン交換樹脂充填カートリッジに関する。
【背景技術】
【０００２】
非水液状物質中の微量金属を除去する技術として、イオン交換樹脂をカートリッジ又はカラムに充填し、直接カートリッジ又はカラム内部に被処理液である非水液状物質を通液して、精製された非水液状物質を得る精製方法（精製方法１）や、イオン交換樹脂をカートリッジに充填し、更にそれを覆う収納容器を設け、被処理液である非水液状物質がカートリッジと収納容器の間を通った後、カートリッジ内部を通り、精製された非水液状物質を得る精製方法（精製方法２）が知られている。
【０００３】
精製方法１としては、例えば、特許文献１では、水分含有率が３～３０％の陽イオン交換樹脂に非水液状物を接触させて金属イオン等を除去する精製方法が報告されている。特許文献２では、水分含有率が３％未満の陽イオン交換樹脂と水分含有率が３０％以下の陰イオン交換樹脂に非水液状物を接触させて金属イオン等を除去する精製法が報告されている。特許文献３では強酸性陽イオン交換樹脂を水分含有率５％以下まで低減し、乾燥用イオン交換樹脂をカラムに充填し、非水液状物質を通液することで非水液状物質を精製する方法が報告されている。
【０００４】
精製方法２としては、例えば、特許文献４では、有機溶剤からクロムを除去するための精製器として、シリンダー状ハウジング内にイオン交換樹脂を充填するためのイオン交換樹脂容器を含む精製器及び使用方法について報告されている。
【０００５】
そして、使用前のイオン交換樹脂充填カートリッジ内には、通常、水湿潤状態のイオン交換樹脂が充填されている。
【０００６】
一方、イオン交換樹脂充填カートリッジにより精製される非水液状物質は、不純物濃度を低減し高度に精製することが求められているため、非水液状物質中では金属イオンと同様に水分も不純物となるため、極めて低い含水率が求められる。
【０００７】
例えば水分濃度数百ｐｐｍ以下の非水液状物質の精製を行う場合、乾燥イオン交換樹脂を使用してもイオン交換樹脂内部の細孔が非水液状物質中で膨潤することで細孔内に残った水分子が溶出することや、イオン交換基と水和した水分子がイオン交換により溶出することで、処理液中の水分濃度を被処理液より増加させる。そのため、未使用のイオン交換樹脂充填カートリッジを用いて、非水液状物質の精製を行うには、精製を行う前に、カートリッジ内に、非水液状物質を通液して、カートリッジ内に充填されているイオン交換樹脂と接触させることで、イオン交換樹脂の水分を除去する初期ブロー工程が必要となる。
【０００８】
イオン交換樹脂の含水率を低減する方法として、例えば特許文献３で報告されている熱乾燥や減圧乾燥が用いられる。しかしながら、通常の熱乾燥や減圧乾燥では乾燥工程及び乾燥状態のイオン交換樹脂をカートリッジ又はカラムへ移し入れる工程において金属に接触したり、金属や微粒子を含む大気に接触することがイオン交換樹脂への不純物の混入の原因となってしまう。
【先行技術文献】
【特許文献】
【０００９】
【特許文献１】特開２００４－１８１３５１号公報
【特許文献２】特開２００４－１８１３５２号公報
【特許文献３】特開２００４－２４９２３８号公報

【特許文献４】特許第５７５８５５８号公報
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【００１０】
ところが、処理された非水液状物質への水分の影響が出ない程度に、イオン交換樹脂の水分を除去できるまで、初期ブローを続けなければならないが、従来の精製方法では、初期ブローにより無駄になる非水液状物質の量が多くなるという問題があった。
【００１１】
従って、本発明の目的は、イオン交換樹脂に非水液状物質を接触させて、非水液状物質から不純物を除去する非水液状物質の精製方法において、初期ブローに用いられる非水液状物質の量を少なくすることができ且つイオン交換樹脂充填カートリッジ内のイオン交換樹脂が汚染されない非水液状物質の精製方法を提供することにある。
【課題を解決するための手段】
【００１２】
このような上記課題は、以下の本発明によって解決される。
すなわち、本発明（１）は、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に非水液状物質を接触させて、該非水液状物質から不純物を除去する非水液状物質の精製方法であって、
水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂をカートリッジ容器に充填し、含水率低減前の該マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジを得るイオン交換樹脂充填工程と、
含水率低減後の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９０．０～９７．０％となるまで、前記カートリッジ容器内の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率を低減させる含水率低減工程と、
含水率低減後の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されている前記カートリッジ容器内に、未精製の前記非水液状物質を通液し、前記カートリッジ容器内から初期ブロー廃液を排出する初期ブロー工程と、
前記カートリッジ容器内に、未精製の前記非水液状物質を通液することにより、前記カートリッジ容器内の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に未精製の前記非水液状物質を接触させて、前記非水液状物質の精製を行い、精製された前記非水液状物質を得る精製工程と、
を有することを特徴とする非水液状物質の精製方法を提供するものである。
【００１３】
また、本発明（２）は、前記カートリッジ容器内を、不活性ガスを通過させて、前記カートリッジ容器内の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に該不活性ガスを接触させることにより、前記含水率低減工程を行うことを特徴とする（１）の非水液状物質の精製方法を提供するものである。
【００１４】
また、本発明（３）は、前記不活性ガスの温度が、０～６０℃であることを特徴とする（２）の非水液状物質の精製方法を提供するものである。
【００１５】
また、本発明（４）は、前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されている前記カートリッジ容器内を減圧して、前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂を減圧乾燥することにより、前記含水率低減工程を行うことを特徴とする（１）の非水液状物質の精製方法を提供するものである。
【００１６】
また、本発明（５）は、前記減圧乾燥の温度が、０～６０℃であることを特徴とする（４）の非水液状物質の精製方法を提供するものである。
【００１７】

また、本発明（６）は、前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジを、不活性ガス雰囲気の加熱装置内で加熱することにより、前記含水率低減工程を行うことを特徴とする（１）の非水液状物質の精製方法を提供するものである。

【００１８】

また、本発明（７）は、カートリッジ容器と、

前記カートリッジ容器内に非水液状物質を供給するための供給口と、

前記カートリッジ容器内から非水液状物質を排出するための排出口と、

前記カートリッジ容器内に充填され、含水率（Ｄ）が、飽和平衡状態の含水率（Ｅ）の９０．０～９７．０％であるマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂と、

を有するイオン交換樹脂充填カートリッジと、

前記カートリッジ内と外気との通気を遮断するため外気遮断部材と、

からなること、

を特徴とする外気遮断部材付きイオン交換樹脂充填カートリッジを提供するものである。

【発明の効果】

【００１９】

本発明によれば、イオン交換樹脂に非水液状物質を接触させて、非水液状物質から不純物を除去する非水液状物質の精製方法において、初期ブローに用いられる非水液状物質の量を少なくすることができ且つイオン交換樹脂充填カートリッジ内のイオン交換樹脂が汚染されない非水液状物質の精製方法を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【００２０】

【図１】本発明のイオン交換樹脂充填カートリッジの形態例を示す端面図である。

【図２】図１中のイオン交換樹脂充填カートリッジ２０ａを構成する各部材を示す斜視図である。

【図３】含水率低減工程を行っている様子を示す模式的な端面図である。

【図４】初期ブロー工程を行っている様子を示す模式的な端面図である。

【図５】精製工程を行っている様子を示す模式的な端面図である。

【図６】イオン交換樹脂充填カートリッジの形態例を示す模式的な端面図である。

【図７】本発明の外気遮断部材付きイオン交換樹脂充填カートリッジの形態例を示す模式的な端面図である。

【図８】実施例１及び比較例１の結果を示すグラフである。

【図９】実施例１及び参考例１の結果を示すグラフである。

【図１０】実施例２及び比較例１の結果を示すグラフである。

【発明を実施するための形態】

【００２１】

図１～図５を参照して、本発明の非水液状物質の精製方法について説明する。図１は、本発明の非水液状物質の精製方法に用いられるイオン交換樹脂充填カートリッジの形態例を示す模式的な端面図であり、イオン交換樹脂充填工程を行った後のイオン交換樹脂充填カートリッジの様子を示す図である。図２は、図１中のイオン交換樹脂充填カートリッジ２０ａを構成する部材を示す斜視図である。図３は、含水率低減工程を行っている様子を示す模式的な端面図である。図４は、初期ブロー工程を行っている様子を示す模式的な端面図である。図５は、精製工程を行っている様子を示す模式的な端面図である。

【００２２】

図１に示すイオン交換樹脂充填カートリッジ２０ａは、非水液状物質中の金属をイオン交換樹脂により除去するための金属除去カラムに、交換可能に取り付けられるカートリッジである。イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ａは、水湿潤状態の粒状のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ａが充填されている筒部２と、被処理液（未精製の非水液状物質）の通過孔７が形成されており、筒部２の上端に設けられる上蓋３と、処理液（精製後の非水液状物質）の通過孔８が形成されており、筒部２の下端に設けられる下

蓋４と、下蓋に繋がり、金属除去カラムの収納容器の底部に設けられている処理液排出管の内側に挿通するための挿通管５と、筒部２の内部に充填されている粒状のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ａと、有する。金属除去カラムの処理液排出管の内壁とイオン交換樹脂充填カートリッジ２０ａの挿通管５の外側との間を密閉するために、挿通管５の外側には、Ｏリング付設用溝５１が形成されている。Ｏリング６は、そのＯリング付設用溝５１に嵌め込まれて、付設されている。なお、図１に示す形態例では、下蓋４と挿通管５とは、一体成形されている。また、図１に示す形態例では、筒部２、上蓋３及び挿通管５が付設されている下蓋４が、カートリッジ容器である。また、筒部２の内側の上端側には、上端側管径縮小部１１が形成されており、且つ、筒部２の内側の下端側には、下端側管径縮小部１２が形成されている。そして、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ａが筒部２から外に流出するのを防ぐために、イオン交換樹脂の充填領域の上端には、メッシュ９が、上端側管径縮小部１１と上蓋３との間に、外縁部が挟み込まれることにより付設され、且つ、イオン交換樹脂の充填領域の下端には、メッシュ１０が、下端側管径縮小部１２と下蓋４との間に、外縁部が挟み込まれることにより付設されている。なお、メッシュ９及びメッシュ１０は、被処理液を透過し且つ粒状のイオン交換樹脂１ａを透過させない程度の大きさの隙間を有する。

【００２３】

図２に示すように、イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ａの組み立てでは、先ず、メッシュ１０を筒部２の下端内側に配置させた状態で、挿通管５と共に一体成形された下蓋４を、筒部２の下端側にねじ込み、嵌め込む。このとき、メッシュ１０は、その外縁部が、下端側管径縮小部１２と下蓋４との間に挟み込まれて、固定される。次いで、筒部２内に水湿潤状態の粒状のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ａ（図示しない。）を充填する。次いで、メッシュ９を筒部２の上端内側に配置させた状態で、上蓋３を、筒部２の上端側にねじ込み、嵌め込む。このとき、メッシュ９は、その外縁部が、上端側管径縮小部１１と上蓋３との間に挟み込まれて、固定される。次いで、Ｏリング６を、挿通管５に形成されているＯリング付設用溝５１に付設する。

【００２４】

そして、イオン交換樹脂充填工程を行うことにより、カートリッジ容器に、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されているイオン交換樹脂充填カートリッジを作製する。

【００２５】

次いで、イオン交換樹脂充填工程を行い得られたイオン交換樹脂充填カートリッジ２０ａ、すなわち、カートリッジ容器に、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ａが充填されているイオン交換樹脂充填カートリッジ２０ａを用いて、含水率低減工程を行う。図３に示すように、先ず、イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ａの上蓋３側に、不活性ガスの供給口３５１が形成されている不活性ガス導入用治具３５を取り付ける。次いで、不活性ガスの供給口３５１から、不活性ガス２９（接触前）を供給して、被処理液の通過孔７を経て、カートリッジ容器内に、不活性ガス２９を供給し、カートリッジ容器内を、不活性ガス２９（接触中）を通過させ、カートリッジ容器内から、不活性ガス２９（接触後）を、処理液の通過孔８を経て、挿通管５から排出することにより、不活性ガス２９を、カートリッジ容器内を通過させて、不活性ガス２９を、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ａに接触させる。このとき、不活性ガス２９が、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ａに接触することにより、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ａの表面及びその近傍に存在している水分が蒸発して、不活性ガス２９に移行し、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ａの表面及びその近傍の水分が除去されて、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ａの含水率が低減する。そして、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ａの含水率が、所定の含水率となるまで、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ａへの不活性ガス２９の接触を続け、所定の含水率である含水率低減後のマクロポ

ーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ｂに変換する。このようにして、含水率低減工程を行うことにより、カートリッジ容器に、含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ｂが充填されているイオン交換樹脂充填カートリッジ２０ｂにする。

【００２６】

次いで、図４に示すように、含水率低減工程を行い得られたイオン交換樹脂充填カートリッジ２０ｂを、金属除去カラム３０の収納容器２１内に設置し、金属除去カラム３０を組み立てる。金属除去カラム３０は、収納容器２１と、収納容器２１に形成され、収納容器の内側に被処理液（未精製の非水液状物質）を供給するための被処理液供給口２２と、収納容器２１の底側に付設され、収納容器２１の内側と連通し、処理液（精製後の非水液状物質）を排出するための処理液排出管２３と、収納容器２１内に収納されているイオン交換樹脂充填カートリッジ２０ｂと、を有する。そして、処理液排出管２３の内側に、イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ｂの挿通管５が挿通され、挿通管５の外側に付設されているＯリング６が、処理液排出管２３の内壁２４とイオン交換樹脂充填カートリッジ２０の挿通管５の外側とに密着することにより、処理液排出管２３の内壁と挿通管５の外側との間が密閉されている。また、被処理液供給口２２には、連結管２８が付設されている。そして、連結管２８には、被処理液（未精製の非水液状物質）３１の輸液管２６の管端がねじ込まれて、被処理液（精製後の非水液状物質）３１の輸液管２６が繋がれる。また、処理液排出管２３には、処理液の輸液管２５の管端がねじ込まれて、処理液の輸液管２５が繋がれる。また、処理液の輸液管２５には、初期ブロー廃液３１１を外に排出するために、処理液の輸液管２５から分岐する初期ブロー廃液３１１の排出管（図示しない。）が付設されている。

【００２７】

次いで、被処理液（未精製の非水液状物質）３１を、被処理液３１の貯蔵タンク等から、金属除去カラム３０に繋がれている被処理液の輸液管２６を通して、金属除去カラム３０まで運び、被処理液供給口２２を経て、金属除去カラム３０の収納容器２１内に供給する。次いで、収納容器２１内に供給した被処理液３１で、先ず、イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ｂの筒部２と金属除去カラム３０の収納容器２１との間の空間２７を充填させ、その後、イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ｂの上蓋３に形成されている被処理液の通過孔７を通って、イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ｂのカートリッジ容器内に流入させる。次いで、イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ｂのカートリッジ容器内に流入させた被処理液３１を、カートリッジ容器内に充填されているイオン交換樹脂１ｂと接触させながら、イオン交換樹脂の充填領域を通過させ、そして、筒部２の下蓋４に形成されている処理液の通過孔（図１中、符号８）を通して、イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ｂのカートリッジ容器の外に排出する。イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ｂのカートリッジ容器の外に排出した初期ブロー廃液３１１を、金属除去カラム３０に繋がれている処理液の輸液管２５から分岐する初期ブロー廃液排出管より排出する。このとき、初期ブロー廃液が、ユースポイント又は処理液の貯蔵タンクに流れ込まないように、処理液の輸液管２５に付設されている切り替えバルブを操作して、初期ブロー廃液３１１の輸送経路を、初期ブロー廃液排出管側に切り替えておく。そして、初期ブロー廃液３１１中の水分濃度（ｍｇH_2O／ｇ非水液状物質）が所定の濃度となるまで、あるいは、予め定めた初期ブロー量となるまで、含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ｂと被処理液（未精製の非水液状物質）３１の接触を続ける。非水液状物質中の水分濃度については、カールフィッシャー電量滴定方式で分析することが望ましい。

【００２８】

このようにして、初期ブロー工程を行うことにより、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂を、初期ブロー後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ｃに変換する。

【００２９】

次いで、処理液の輸液管２５に付設されている切り替えバルブを操作して、処理液の輸

送経路を、ユースポイント又は処理液の貯蔵タンク側に切り替えてから、図５に示すように、被処理液（未精製の非水液状物質）３１を、被処理液３１の貯蔵タンク等から、金属除去カラム３０に繋がれている被処理液の輸液管２６を通して、金属除去カラム３０まで運び、被処理液供給口２２を経て、金属除去カラム３０の収納容器２１内に供給する。次いで、収納容器２１内に供給した被処理液３１で、先ず、イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ｃの筒部２と金属除去カラム３０の収納容器２１との間の空間２７を通過させ、その後、イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ｃの上蓋３に形成されている被処理液の通過孔７を通って、イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ｃのカートリッジ容器内に流入させる。次いで、イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ｃのカートリッジ容器内に流入させた被処理液３１を、カートリッジ容器内に充填されているマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂１ｃと接触させながら、イオン交換樹脂の充填領域を通過させ、そして、筒部２の下蓋４に形成されている処理液の通過孔（図１中、符号８）を通して、イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ｃのカートリッジ容器の外に排出する。イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ｃのカートリッジ容器の外に排出した処理液（精製後の非水液状物質）３２を、金属除去カラム３０に繋がれている処理液の輸液管２５を介してユースポイント又は処理液の貯蔵タンクまで運ぶ。このようにして、精製工程を行うことにより、精製後の非水液状物質を得る。

【００３０】

本発明の非水液状物質の精製方法は、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に非水液状物質を接触させて、該非水液状物質から不純物を除去する非水液状物質の精製方法であって、

水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂をカートリッジ容器に充填し、含水率低減前の該マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジを得るイオン交換樹脂充填工程と、

含水率低減後の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９０．０～９７．０％となるまで、前記カートリッジ容器内の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率を低減させる含水率低減工程と、

含水率低減後の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されている前記カートリッジ容器内に、未精製の前記非水液状物質を通液し、前記カートリッジ容器内から初期ブロー廃液を排出する初期ブロー工程と、

前記カートリッジ容器内に、未精製の前記非水液状物質を通液することにより、前記カートリッジ容器内の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に未精製の前記非水液状物質を接触させて、前記非水液状物質の精製を行い、精製された前記非水液状物質を得る精製工程と、

を有することを特徴とする非水液状物質の精製方法である。

【００３１】

本発明の非水液状物質の精製方法は、イオン交換樹脂に、被処理液である未精製の非水液状物質を接触させて、未精製の非水液状物質から不純物を除去する非水液状物質の精製方法である。本発明の非水液状物質の精製方法において、精製対象は、未精製の非水液状物質である。未精製の非水液状物質、すなわち、被処理液としては、ＩＰＡ（イソプロパノール）、ＰＧＭＥＡ（プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート）、ＰＧＭＥ（プロピレングリコールモノメチルエーテル）、ＰＧＥＥ（プロピレングリコールモノエチルエーテル）、ＮＭＰ（Ｎ－メチル－２－ピロリドン）等の有機溶媒が挙げられる。未精製の非水液状物質中の不純物として、Ｌｉ、Ｎａ、Ｍｇ、Ａｌ、Ｋ、Ｃａ、Ｔｉ、Ｃｒ、Ｍｎ、Ｆｅ、Ｃｏ、Ｎｉ、Ｃｕ、Ｚｎ、Ａｓ、Ｃｄ、Ｐｂ等の金属イオン、Ｃｌ、SO_4、NO_3、PO_4、CO_3、HCO_3等のアニオン、ギ酸、酢酸、マレイン酸、プロプオン酸等の有機酸、プラスないしマイナスの荷電を持つ高分子化合物が挙げられる。

【００３２】

本発明の非水液状物質の精製方法において、非水液状物質を精製するために用いられる

イオン交換樹脂は、粒状のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂である。なお、ゲル型構造と、マクロポーラス型構造およびポーラス型構造とは、下記の方法によって判別される。

（１）光が照射されているイオン交換樹脂が、光学顕微鏡で観察された時に、光を透過するものが「ゲル型構造」、光を透過しないものが「ポーラス型構造」又は「マクロポーラス型構造」と判別される。

（２）窒素ガス等を用いる吸着法（ＢＥＴ法）により測定されるイオン交換樹脂の比表面積又は細孔容積の値から、「ゲル型構造」と、「ポーラス型構造」又は「マクロポーラス型構造」とが、判別される。一般的には、ゲル型構造を有するイオン交換樹脂は、比表面積が極めて小さく、また、細孔容積が極めて小さく、ゲル型構造を有するイオン交換樹脂の比表面積は０．１m^2／ｇ（乾燥樹脂）未満、ゲル型構造を有するイオン交換樹脂の細孔容積は０．００１～０．００８ｍｌ／ｍｌ（乾燥樹脂）である。また、ポーラス型構造又はマクロポーラス型構造を有するイオン交換樹脂は、比表面積が比較的大きく、また、細孔容積が比較的大きく、ポーラス型構造又はマクロポーラス型構造を有するイオン交換樹脂の比表面積は２～１２５m^2／ｇ（乾燥樹脂）、ポーラス型構造又はマクロポーラス型構造を有するイオン交換樹脂の細孔容積は０．１７～０．５０ｍｌ／ｍｌ（乾燥樹脂）である。

【００３３】

マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂としては、マクロポーラス型又はポーラス型カチオン交換樹脂、マクロポーラス型又はポーラス型アニオン交換樹脂、マクロポーラス型又はポーラス型カチオン交換樹脂とマクロポーラス型又はポーラス型アニオン交換樹脂の組み合わせが挙げられる。マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が、マクロポーラス型又はポーラス型カチオン交換樹脂とマクロポーラス型又はポーラス型アニオン交換樹脂の組み合わせの場合、マクロポーラス型又はポーラス型カチオン交換樹脂とマクロポーラス型又はポーラス型アニオン交換樹脂が均一に混合されている混床として用いる場合と、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の充填領域の上流側に、マクロポーラス型又はポーラス型カチオン交換樹脂が充填され、且つ、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の充填領域の下流側に、マクロポーラス型又はポーラス型アニオン交換樹脂が充填されているか、又はマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の充填領域の上流側に、マクロポーラス型又はポーラス型アニオン交換樹脂が充填され、且つ、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の充填領域の下流側に、マクロポーラス型又はポーラス型カチオン交換樹脂が充填されている複床として用いる場合がある。

【００３４】

マクロポーラス型又はポーラス型カチオン交換樹脂は、マクロポーラス型又はポーラス型の強酸性カチオン交換樹脂であっても、マクロポーラス型又はポーラス型の弱酸性カチオン交換樹脂であっても、それらの併用であってもよい。マクロポーラス型又はポーラス型の強酸性カチオン交換樹脂としては、オルライトＤＳ－４等が挙げられる。また、マクロポーラス型又はポーラス型の弱酸性カチオン交換樹脂としては、アンバーライトＩＲＣ７６、アンバーライトＩＲＣ７４７ＵＰＳ、アンバーライトＩＲＣ７４８、アンバーライトＩＲＣ７４３等が挙げられる。

【００３５】

マクロポーラス型又はポーラス型アニオン交換樹脂は、マクロポーラス型又はポーラス型の強塩基性アニオン交換樹脂であっても、マクロポーラス型又はポーラス型の弱塩基性アニオン交換樹脂であっても、それらの併用であってもよい。マクロポーラス型又はポーラス型の強塩基性アニオン交換樹脂としては、オルライトＤＳ－５等が挙げられる。また、マクロポーラス型又はポーラス型の弱塩基性アニオン交換樹脂としては、オルライトＤＳ－６等が挙げられる。マクロポーラス型又はポーラス型の強酸性カチオン交換樹脂とマクロポーラス型又はポーラス型の強塩基性アニオン交換樹脂の混合品としては、オルライトＤＳ－７が挙げられる。

【００３６】
乾燥状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の平均粒径は、特に制限されないが、好ましくは２００～１０００μｍ、特に好ましくは２００～５００μｍである。なお、乾燥状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の平均粒径は、レーザ回折式粒度分布測定装置により測定される値である。
【００３７】
マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂は、通常、水を含んだ状態で製造され、また、販売、流通、使用場所でのイオン交換樹脂の充填時等でも、水を含んだ状態で存在している。そして、本発明においては、水を含んだ状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂を、「水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂」と呼び、水湿潤状態のうち、２５℃における相対湿度１００％の状態において樹脂細孔中の水分が飽和平衡状態に調節された状態を「飽和平衡状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂」と呼ぶ。適宜の乾燥方法により、乾燥され、含水率が０質量％のときの状態を「乾燥状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂」と呼ぶ。
【００３８】
飽和平衡状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂は、２５℃で相対湿度１００％の大気に、３０分以上接触させて、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂を飽和状態にさせて得られる。乾燥状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂は水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂を恒温乾燥器で１０５℃、１６時間乾燥させることで得られる。飽和平衡状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（％）（Ｂ）は、「（（乾燥前の飽和平衡状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の重量－乾燥状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の重量）／乾燥前の飽和平衡状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の重量）×１００」の式により求められる。なお、乾燥前の飽和平衡状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の採取量は、測定の正確さを高めるため、５ｇ以上であることが好ましい。
含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（％）（Ａ）も同様に、測定対象となる樹脂を５ｇ以上量り取り、量り取った樹脂を恒温乾燥器で１０５℃、１６時間乾燥させ、「（（含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の重量－乾燥状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の重量）／含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の重量）×１００」の式により求められる。
また、含水率低減前のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（％）（Ｃ）も同様に、測定対象となる樹脂を５ｇ以上量り取り、量り取った樹脂を恒温乾燥器で１０５℃、１６時間乾燥させ、「（（含水率低減前のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の重量－乾燥状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の重量）／含水率低減前のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の重量）×１００」の式により求められる。
【００３９】
本発明の非水液状物質の精製方法に係るイオン交換樹脂充填工程は、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂をカートリッジ容器に充填し、含水率低減前のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジを得る工程である。
【００４０】
イオン交換樹脂充填工程に係るカートリッジ容器は、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が内部に充填されるイオン交換樹脂の充填容器である。カートリッジ容器としては、特に制限されず、例えば、イオン交換樹脂充填カートリッジが設置される金属除去カラムの形状等により、適宜選択されるが、通常、円筒状の部材と、円筒状の部材の両端を塞ぐ蓋部材と、からなる。カートリッジ容器の一方の端部には、未精製の非水液状物質（被処理液）をカートリッジ容器内に供給するための被処理液供給口が

形成され、また、カートリッジ容器の他方の端部には、精製後の非水液状物質（処理液）をカートリッジ容器内から排出するための被処理液排出口が形成されている。

【００４１】

カートリッジ容器の材質としては、特に制限されず、例えば、ポリテトラフルオロエチレン（ＰＴＦＥ）、テトラフルオロエチレンパーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体（ＰＦＡ）テトラフルオロエチレン・エチレン共重合体（ＥＴＦＥ）、低密度ポリエチレン、高密度ポリエチレン等が挙げられる。カートリッジ容器の材質は、被処理液の種類、溶解物質の種類等により、適宜選択される。

【００４２】

イオン交換樹脂充填工程において、カートリッジ容器内に充填されるイオン交換樹脂は、水湿潤状態のイオン交換樹脂である。イオン交換樹脂充填工程において、カートリッジ容器内に充填される水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂、すなわち、含水率低減前のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ｃ）は、好ましくはマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９５～１００％、特に好ましくは９８～１００％である。通常、工業的に製造されるマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率は、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９５～１００％であり、また、市販されているマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率は、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９５～１００％である。そのため、イオン交換樹脂充填工程では、工業的に製造された水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂や、市販されている水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が、好適に用いられる。なお、「水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ｃ）が、好ましくはマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９５～１００％、特に好ましくは９８～１００％である」とは、（「イオン交換樹脂充填工程において実際に充填される水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂、すなわち、含水率低減前のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ｃ）」／「マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）」）×１００で計算される百分率が、好ましくは９５～１００％、特に好ましくは９８～１００％であることを指す。

【００４３】

イオン交換樹脂充填工程において、カートリッジ容器内に、水湿潤状態のイオン交換樹脂を充填する方法は、特に制限されず、充填時に異物が混入しない方法が適宜選択される。

【００４４】

イオン交換樹脂充填工程を行うことにより得られるイオン交換樹脂充填カートリッジは、カートリッジ容器に水湿潤状態のイオン交換樹脂が充填されているイオン交換樹脂充填カートリッジである。イオン交換樹脂充填工程を行うことにより得られるイオン交換樹脂充填カートリッジは、含水率低減工程を行う前のイオン交換樹脂充填カートリッジであるので、イオン交換樹脂充填工程を行うことにより得られるイオン交換樹脂充填カートリッジは、言い換えると、カートリッジ容器に含水率低減前のイオン交換樹脂が充填されているイオン交換樹脂充填カートリッジである。

【００４５】

本発明の非水液状物質の精製方法に係る含水率低減工程は、含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９０．０～９７．０％、好ましくは９０～９５％となるまで、カートリッジ容器内のイオン交換樹脂の含水率を低減させる工程である。なお、「含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９０．０～９７．０％、好ましくは９０～９５％となるまで」とは、（「含水率低

減工程において含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）」／「マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）」）×１００で計算される百分率が、９０．０～９７．０％、好ましくは９０～９５％となるまでということを指す。

【００４６】

本発明の非水液状物質の精製方法では、カートリッジ容器内を、不活性ガスを通過させて、カートリッジ容器内のイオン交換樹脂に不活性ガスを接触させることより、含水率低減工程（以下、このような形態を、含水率低減工程（１）とも記載する。）を行うことができる。

【００４７】

含水率低減工程（１）に係る不活性ガスとしては、窒素ガス、ヘリウムガス、アルゴンガス等が挙げられる。不活性ガスの純度は、高いほど好ましいが、９９．９体積％以上であればよい。不活性ガスの露点は、好ましくは－５０℃以下、特に好ましくは－６０℃以下である。

【００４８】

含水率低減工程（１）において、カートリッジ容器内に不活性ガスを供給するときの不活性ガスの温度は、好ましくは０～６０℃、特に好ましくは１０～３０℃である。

【００４９】

含水率低減工程（１）では、不活性ガスが、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に接触することにより、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の表面及びその近傍に存在している水分が蒸発して、不活性ガスに移行し、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の表面及びその近傍の水分が除去されて、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率が低減する。

【００５０】

そして、含水率低減工程（１）では、含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９０．０～９７．０％、好ましくは９０～９５％となるまで、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂への不活性ガスの接触を続け、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂を、所定の含水率である含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に変換させる。

【００５１】

含水率低減工程（１）において、カートリッジ容器内に、不活性ガスを通過させて、カートリッジ容器内のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に不活性ガスを接触させる方法としては、特に制限されず、カートリッジ容器の一端側から、不活性ガスが、カートリッジ容器内に供給されつつ、カートリッジ容器の他端側より、不活性ガスがカートリッジ容器内から排出される方法であればよい。

【００５２】

含水率低減工程（１）に用いて、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂中の水分を含んだ不活性ガスを、不活性ガスの脱水装置で処理して、不活性ガス中の含水量を低減させ、再び、含水率低減工程（１）で、カートリッジ容器内に供給する不活性ガスとして使用することもできる。

【００５３】

また、本発明の非水液状物質の精製方法では、カートリッジ容器内を減圧して、イオン交換樹脂を減圧乾燥することにより、含水率低減工程（以下、このような形態を、含水率低減工程（２）とも記載する。）を行うことができる。

【００５４】

含水率低減工程（２）において、減圧乾燥するときの絶対圧力は、－０．０５ＭＰａ以下が好ましい。また、減圧乾燥するときの温度は、好ましくは０～６０℃、特に好ましくは３０～５０℃である。被処理樹脂を上記加熱減圧乾燥条件におくには、公知の真空乾燥

機を用いればよい。

【００５５】

含水率低減工程（２）では、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂を減圧乾燥することにより、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の表面及びその近傍に存在している水分が蒸発し、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の表面及びその近傍の水分が除去されて、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率が低減する。

【００５６】

そして、含水率低減工程（２）では、含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９０．０～９７．０％、好ましくは９０～９５％となるまで、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の減圧乾燥を行い、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂を、所定の含水率である含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に変換させる。

【００５７】

含水率低減工程（２）において、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂を減圧乾燥する方法としては、特に制限されず、例えば、イオン交換樹脂充填カートリッジを、減圧乾燥装置に静置し、減圧乾燥装置内を減圧し、あるいは、減圧乾燥装置内を減圧すると共に加熱して、減圧乾燥を行う方法が挙げられる。なお、減圧乾燥後、減圧乾燥装置内を常圧に戻すときには、大気中の不純物が混入しないように、高純度の不活性ガスを減圧装置内に導入することによって、常圧にすることが好ましい。

【００５８】

また、本発明の非水液状物質の精製方法では、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジを、不活性ガス雰囲気の加熱装置内で加熱することにより、含水率低減工程（以下、このような形態を、含水率低減工程（３）とも記載する。）を行うことができる。

【００５９】

含水率低減工程（３）において、イオン交換樹脂充填カートリッジを加熱するときの加熱温度は、好ましくは０～６０℃、特に好ましくは３０～５０℃である。

【００６０】

含水率低減工程（３）では、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂を加熱することにより、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の表面及びその近傍に存在している水分が蒸発し、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の表面及びその近傍の水分が除去されて、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率が低減する。

【００６１】

そして、含水率低減工程（３）では、含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９０．０～９７．０％、好ましくは９０～９５％となるまで、水湿潤状態のイオン交換樹脂の加熱を行い、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂を、所定の含水率である含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に変換させる。

【００６２】

含水率低減工程（３）において、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂を加熱する方法としては、特に制限されず、イオン交換樹脂充填カートリッジを、不活性ガス雰囲気の加熱装置内で加熱することができる方法であればよい。

【００６３】

このようにして、含水率低減工程を行うことにより、水湿潤状態のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂（含水率低減前のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂）が、含水率が所定の値であるマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂（

含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂）へと変換し、カートリッジ容器に、含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されているイオン交換樹脂充填カートリッジが得られる。そして、含水率低減工程において、含水率の低減の度合いを、含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９０．０～９７．０％、好ましくは９０～９５％となるまでとすることにより、含水率低減工程（１）、含水率低減工程（２）、含水率低減工程（３）等の簡便な方法で含水率の低減が行え且つその低減負荷を少なくしても、初期ブロー廃液の量を少なくすることができる。一方、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）に対する含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、上記範囲を超えると、初期ブロー廃液の量が多くなってしまう。また、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）に対する含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、上記範囲未満だと、初期ブロー廃液の量は減少するものの、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率を低減にかかる時間が長くなり場合によってはコストが高くなる。

【００６４】

本発明の非水液状物質の精製方法に係る初期ブロー工程は、含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されているカートリッジ容器内に、未精製の非水液状物質を通液し、カートリッジ容器内から初期ブロー廃液を排出する工程である。

【００６５】

初期ブロー工程は、非水液状物質を精製する前に行う前処理工程であり、主に、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が含有する水分を非水液状物質に置換することで含水率を低減し、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂から非水液状物質に溶出する水分を低減することで正常な精製が行える状態にすることを目的として行われる。

【００６６】

そして、初期ブロー工程では、イオン交換充填カートリッジが所定の状態となるまで、含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されているカートリッジ容器内への未精製の非水液状物質の通液を続ける。このとき、初期ブロー廃液が生じる。

【００６７】

本発明の非水液状物質の精製方法に係る精製工程は、初期ブロー工程が施されたイオン交換樹脂充填カートリッジのカートリッジ容器内に、未精製の非水液状物質を通液することにより、カートリッジ容器内のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に未精製の非水液状物質を接触させて、非水液状物質の精製を行い、精製された非水液状物質を得る工程である。

【００６８】

そして、精製工程を行うことにより、不純物が除去された高純度の非水液状物質が得られる。

【００６９】

本発明者らは、（１）初期ブローの際に、非水液状物質と接触することにより、イオン交換樹脂から流出する水分の多くは、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の表面及び内部の細孔でイオン交換基と水和状態にない自由な水分子として存在する水分であり、イオン交換樹脂の細孔内でイオン交換基と水和状態にある水分子は、非水液状物質と接触しても、殆どイオン交換樹脂から流出しないこと、（２）イオン交換樹脂に不活性ガスを連続して接触させること、イオン交換樹脂を減圧乾燥させること、イオン交換樹脂を加熱すること等により、水湿潤状態のイオン交換樹脂の含水率を低減させる場合、含水率低減後のイオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９０．０～９７．０％、好ましくは９０～９５％となるまで、含水率を低減させる

ことにより、初期ブローの際にイオン交換樹脂から流出し易い表面及び内部の細孔でイオン交換基と水和状態にない自由な水分子を、少なくすることができるので、初期ブロー廃液への水分の流出量が少なくなること、（３）これらのことにより、初期ブロー廃液の量を少なくすることができることを見出した。

【００７０】

一方、初期ブローの際のイオン交換樹脂中の水分の影響をなくすために、カートリッジ容器に充填する前のイオン交換樹脂を乾燥することが考えられるが、乾燥工程及び乾燥した後のイオン交換樹脂をカートリッジへ移し入れる工程で、金属に接触したり金属や微粒子を含む大気に接触することがイオン交換樹脂への不純物の混入の原因となってしまう。

【００７１】

本発明の非水液状物質の精製方法では、図１～図５に示す形態例のように、イオン交換樹脂充填工程及び含水率低減工程を行った後、イオン交換樹脂充填カートリッジを、金属除去カラム内に設置し、金属除去カラム内に未精製の非水液状物質を供給し、金属除去カラムの収納容器内を経て、イオン交換樹脂充填カートリッジのカートリッジ容器内に、未精製の非水液状物質を通液して、初期ブロー工程及び精製工程を行っているが、本発明はこれに限定されるものではない。本発明の非水液状物質の精製方法の形態としては、イオン交換樹脂充填工程及び含水率低減工程を行った後、イオン交換樹脂充填カートリッジを、金属除去カラム内に設置し、金属除去カラム内に未精製の非水液状物質を供給し、金属除去カラムの収納容器内を経て、イオン交換樹脂充填カートリッジのカートリッジ容器内に、未精製の非水液状物質を通液して、初期ブロー工程及び精製工程を行う形態が挙げられる。また、本発明の非水液状物質の精製方法の他の形態としては、イオン交換樹脂充填工程及び含水率低減工程を行った後、イオン交換樹脂充填カートリッジのカートリッジ容器内に、直接、未精製の非水液状物質を通液して、初期ブロー工程及び精製工程を行う形態が挙げられる。つまり、この本発明の非水液状物質の精製方法の他の形態は、金属除去カラムを用いずに、直接、イオン交換樹脂充填カートリッジのカートリッジ容器内に、未精製の非水液状物質を供給する形態である。

【００７２】

本発明の非水液状物質の精製方法のうち、イオン交換樹脂充填工程及び含水率低減工程を行った後、イオン交換樹脂充填カートリッジのカートリッジ容器内に、直接、未精製の非水液状物質を通液して、初期ブロー工程及び精製工程を行う形態に用いられるイオン交換樹脂充填カートリッジとしては、例えば、図６に示すイオン交換樹脂充填カートリッジ１２０が挙げられる。イオン交換樹脂充填カートリッジ１２０は、水湿潤状態の粒状のイオン交換樹脂１ａが充填されている筒部２と、被処理液（未精製の非水液状物質）の通過孔７が形成されており、且つ、被処理液（未精製の非水液状物質）の輸液管の管端にねじ込まれる連結部１０２が付設されている筒部２の上端に設けられる上蓋１０３と、処理液（精製後の非水液状物質）の通過孔８が形成されており、筒部２の下端に設けられる下蓋４と、下蓋に繋がり、処理液（精製後の非水液状物質）の輸液管の管端にねじ込まれる処理液排出管１０５と、筒部２の内部に充填されている粒状のイオン交換樹脂１ａと、を有する。なお、図６に示す形態例では、下蓋４と処理液排出管１０５とは、一体成形されている。また、図６に示す形態例では、筒部２、上蓋３及び処理液排出管１０５が付設されている下蓋４が、カートリッジ容器である。また、筒部２の内側の上端側には、上端側管径縮小部１１が形成されており、且つ、筒部２の内側の下端側には、下端側管径縮小部１２が形成されている。そして、イオン交換樹脂１が筒部２から外に流出するのを防ぐために、イオン交換樹脂の充填領域の上端には、メッシュ９が、上端側管径縮小部１１と上蓋３との間に、外縁部が挟み込まれることにより付設され、且つ、イオン交換樹脂の充填領域の下端には、メッシュ１０が、下端側管径縮小部１２と上蓋４との間に、外縁部が挟み込まれることにより付設されている。なお、メッシュ９及びメッシュ１０は、被処理液を透過し且つ粒状のイオン交換樹脂１ａを透過させない程度の大きさの隙間を有する。

【００７３】

また、本発明の非水液状物質の精製方法では、図１～図５に示す形態例のように、イオ

ン交換樹脂充填工程及び含水率低減工程を行った後に、イオン交換樹脂充填カートリッジを、金属除去カラムに設置してから、初期ブロー工程及び精製工程を行っているが、含水率低減工程として、含水率低減工程（１）を採用する場合は、これに限定されるものではない。本発明の非水液状物質の精製方法のうち、含水率低減工程として、含水率低減工程（１）を採用する形態としては、イオン交換樹脂充填工程及び含水率低減工程を行った後に、イオン交換樹脂充填カートリッジを、金属除去カラムに設置してから、初期ブロー工程及び精製工程を行う形態が挙げられる。本発明の非水液状物質の精製方法のうち、含水率低減工程として、含水率低減工程（１）を採用する他の形態としては、イオン交換樹脂充填工程を行った後、イオン交換樹脂充填カートリッジを、金属除去カラムに設置し、金属除去カラム、被処理液の輸液管等の適宜の位置に設けられている不活性ガスの導入管から、不活性ガスを導入し、且つ、金属除去カラム、処理液の輸液管等の適宜の位置に設けられている不活性ガスの排出管より、不活性ガスを排出することにより、含水率低減工程（１）を行い、次いで、初期ブロー工程及び精製工程を行う形態が挙げられる。

【００７４】

本発明の外気遮断部材付きイオン交換樹脂充填カートリッジは、カートリッジ容器と、
前記カートリッジ容器内に非水液状物質を供給するための供給口と、
前記カートリッジ容器内から非水液状物質を排出するための排出口と、
前記カートリッジ容器内に充填され、含水率（Ｄ）が、飽和平衡状態の含水率（Ｅ）の９０．０～９７．０％であるマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂と、
を有するイオン交換樹脂充填カートリッジと、
前記カートリッジ内と外気との通気を遮断するため外気遮断部材と、
からなること、
を特徴とする外気遮断部材付きイオン交換樹脂充填カートリッジである。

【００７５】

本発明の外気遮断部材付きイオン交換樹脂充填カートリッジに係るカートリッジ容器は、本発明の非水液状物質の精製方法に係るカートリッジ容器と、同様である。

【００７６】

本発明の外気遮断部材付きイオン交換樹脂充填カートリッジにおいて、カートリッジ容器内に充填されているマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂は、含水率（Ｄ）が、飽和平衡状態の含水率（Ｅ）の９０．０～９７．０％、好ましくは９０～９５％であるマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂である。なお、「カートリッジ容器内に充填されているマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ｄ）が、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｅ）の９０．０～９７．０％、好ましくは９０～９５％」とは、（「カートリッジ容器内に充填されているマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ｄ）」／「マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｅ）」）×１００で計算される百分率が、９０．０～９７．０％、好ましくは９０～９５％であることを指す。

【００７７】

本発明の外気遮断部材付きイオン交換樹脂充填カートリッジに係る外気遮断部材は、カートリッジ内と外気との通気を遮断するため部材である。

【００７８】

外気遮断部材としては、例えば、図７に示す形態例が挙げられる。図７中、外気遮断部材付きイオン交換樹脂充填カートリッジ４０では、イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ａの筒部の上端側に、筒部の上蓋に形成されている被処理液の通過孔を完全に覆うように、上側キャップ部材３３ａが取り付けられており、且つ、イオン交換樹脂充填カートリッジ２０ａの筒部の下端側に、筒部の下蓋に形成されている処理液の通過孔及び挿通管の口を完全に覆うように、下側キャップ部材３３ｂが取り付けられている。そして、上側キャップ部材３３ａと筒部との間及び下側キャップ部材３３ｂと筒部との間は、外気がカートリッジ容器内に入り込まない程度に、密閉されている。

【００７９】

キャップ部材の材質としては、特に制限されず、例えば、ポリテトラフルオロエチレン（ＰＴＦＥ）、テトラフルオロエチレンパーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体（ＰＦＡ）テトラフルオロエチレン・エチレン共重合体（ＥＴＦＥ）、低密度ポリエチレン、高密度ポリエチレン等が挙げられる。

【００８０】

上側キャップ部材３３ａ及び下側キャップ部材３３ｂの内側には、Ｏリング、シールテープ等の密閉性を高めるため部材が付設されていてもよい。

【００８１】

外気遮断部材の他の形態例としては、例えば、イオン交換樹脂充填カートリッジの全体を包み込み、内側と外気との通気が遮断されている包囲袋が挙げられる。包囲袋の材質は、空気を透過しない材質である。

【００８２】

本発明の外気遮断部材付きイオン交換樹脂充填カートリッジは、カートリッジ容器内に充填されているマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ｄ）が、飽和平衡状態の含水率（Ｅ）の９０．０～９７．０％、好ましくは９０～９５％であるので、言い換えると、初期ブローの際にイオン交換樹脂からの流出し易い表面及びその近傍の水分が、少なくなっているマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が、カートリッジ容器内に充填されているので、本発明の外気遮断部材付きイオン交換樹脂充填カートリッジを用いて、初期ブロー工程及び精製工程を行えば、初期ブロー廃液を少なくすることができる。

【実施例】

【００８３】

以下、本発明を実施例に基づき詳細に説明する。ただし、本発明は、以下の実施例に制限されるものではない。

【００８４】

（実施例１）

・含水率の低減試験

＜イオン交換樹脂充填工程＞

下記のイオン交換樹脂Ａを、２５℃で相対湿度１００％の大気に、３０分以上接触させて、飽和平衡状態のイオン交換樹脂Ａ（含水率６０．８％）を得た。

次いで、イオン交換樹脂として、飽和平衡状態のカチオン交換樹脂Ａを、カートリッジ容器に充填して、図１に示すイオン交換樹脂充填カートリッジＢを作製した。充填されているイオン交換樹脂及びＯリングの詳細を以下に、カートリッジ容器の詳細を表１に示す。

＜含水率低減工程＞

次いで、イオン交換樹脂充填カートリッジＢに、２５℃の窒素ガス（純度９９．９９％以上）を、６０Ｌ／時間の流量で、７５分間供給して、イオン交換樹脂充填カートリッジＢ内を、窒素ガスを通過させて、イオン交換樹脂の含水率を低減させ、含水率低減後のイオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジＣを得た。

＜含水率の低減割合の算出＞

次いで、窒素ガスの供給を止め、イオン交換樹脂充填カートリッジＣ内のイオン交換樹脂を取り出し、含水率を測定した。その結果、含水率は５８．０％であった。これらから、含水率低減後のイオン交換樹脂の含水率（Ａ）は、イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９５％と算出された。

【００８５】

・初期ブロー試験

上記と同様にして、イオン交換樹脂充填工程及び含水率低減工程を行い、イオン交換樹脂充填カートリッジＣを作製した。

＜初期ブロー工程＞

ポール社製脱メタルフィルター用ＰＦＡハウジングに、イオン交換樹脂充填カートリッ

ジＣを設置して、金属除去カラムを組み立てた。
次いで、金属除去カラムに、被処理液として、イソプロピルアルコール（ＳＥグレード、含水率５０質量ｐｐｍ以下）を、ＳＶ＝４ｈ$^{-1}$で供給し、ベットボリューム（ＢＶ）が３０となるまで、被処理液のイソプロピルアルコールの供給を続け、初期ブロー工程を行った。初期ブロー工程中に生じた初期ブロー廃液中の水分量の変化を測定した。その結果、ＢＶ＝１０．５の時の含水率は８００質量ｐｐｍであり、ＢＶ＝１４の時の含水率は４００質量ｐｐｍであった。また、初期ブロー廃液中の水分量の変化を図８に示す。
＜精製工程＞
金属除去カラムへの被処理液のイソプロピルアルコールの供給を続け、ベットボリューム（ＢＶ）が１８の時点での処理液のイソプロピルアルコールを採取し、含水率を測定した。その結果、処理液のイソプロピルアルコールの含水率は２００ｐｐｍであった。
【００８６】
＜イオン交換樹脂＞
・イオン交換樹脂Ａ：マクロポーラス型の強酸性カチオン交換樹脂とマクロポーラス型の強塩基性陰イオン交換樹脂の混合品、オルガノ株式会社製（オルライト　ＤＳ－７）、樹脂の材質：スチレン－ジビニルベンゼン共重合体、イオン交換基の種類：スルホン酸基、トリメチルアンモニウム基、イオン交換当量：カチオン交換基１．７ｍｇ当量／ｍｌ湿潤樹脂以上、アニオン交換基０．８ｍｇ当量／ｍｌ湿潤樹脂以上、乾燥状態の平均粒径：４００～８０μｍ、飽和平衡状態の含水率６１質量％。
＜Ｏリング＞
フロン工業社製、商品名：ＰＦＡ被覆Ｏリング、材質：バイトンをＰＦＡで被覆、線径：３．５３±０．１０ｍｍ、内径：３７．６９±０．３８ｍｍ、外径：４４．７５ｍｍ
【００８７】

【表１】

筒部	
材質	ＰＴＦＥ
内径(mm)	７５
外径(mm)	８５
長さ(mm)	２２５
上蓋	
材質	ＰＴＦＥ
厚み(mm)	１０
通過孔の径(mm)	５
通過孔の数(個)	３７
下蓋	
材質	ＰＴＦＥ
厚み(mm)	１０
通過孔の径(mm)	５
通過孔の数(個)	１９
挿通管	
材質	ＰＴＦＥ
内径(mm)	３３
外径(mm)	４４

【００８８】

＜含水率の測定＞

・イオン交換樹脂を、２５℃で相対湿度１００％の大気に、３０分以上接触させて、イオン交換樹脂を飽和状態にさせることにより、飽和平衡状態のイオン交換樹脂を得た。また、飽和平衡状態のイオン交換樹脂を、恒温乾燥器で１０５℃、１６時間乾燥させることで

乾燥状態のイオン交換樹脂を得た。そして、飽和平衡状態のマクロポーラス型イオン交換樹脂の含水率（％）（Ｂ）を、「（（乾燥前の飽和平衡状態のマクロポーラス型イオン交換樹脂の重量－乾燥状態のマクロポーラス型交換樹脂の重量）／乾燥前の飽和平衡状態のマクロポーラス型イオン交換樹脂の重量）×１００」の式により求めた。なお、測定の正確さを高めるため、乾燥前の飽和平衡状態のイオン交換樹脂を、５ｇ以上採取して行った。

【００８９】

（比較例１）

実施例１と同様にして、イオン交換樹脂充填工程を行い、イオン交換樹脂充填カートリッジＢを作製した。

次いで、ポール社製脱メタルフィルター用ＰＦＡハウジングに、イオン交換樹脂充填カートリッジＢを設置して、金属除去カラムを組み立てた。

次いで、金属除去カラムに、被処理液として、イソプロピルアルコール（ＳＥグレード、含水率５０質量ｐｐｍ以下）を、ＳＶ＝４ｈ$^{-1}$で供給し、ベットボリューム（ＢＶ）が３０となるまで、被処理液のイソプロピルアルコールの供給を続け、初期ブロー工程を行った。初期ブロー工程中に生じた初期ブロー廃液中の水分量の変化を測定した。その結果、ＢＶ＝１２．５の時の含水率は８００質量ｐｐｍであり、ＢＶ＝１６の時の含水率は４００質量ｐｐｍであった。また、初期ブロー廃液中の水分量の変化を図８に示す。

つまり、比較例１では、含水率低減工程を行っていないイオン交換樹脂を用いて、初期ブロー試験を行った。

【００９０】

（参考例１）

実施例１と同様にして、イオン交換樹脂充填工程を行い、イオン交換樹脂充填カートリッジＢを作製した。

＜イオン交換樹脂の乾燥＞

次いで、イオン交換樹脂充填カートリッジＢを、減圧乾燥機内に入れ、５０℃、ゲージ圧－０．１ＭＰａの条件で、２１時間減圧乾燥を行い、減圧乾燥後のイオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジＤを得た。

＜含水率の算出＞

次いで、窒素ガスの供給を止め、イオン交換樹脂充填カートリッジＤ内のイオン交換樹脂を取り出し、含水率を測定した。その結果、含水率は６％であった。これらから、減圧乾燥後のイオン交換樹脂の含水率は、イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の１０％と算出された。

【００９１】

＜初期ブロー試験＞

上記と同様にして、イオン交換樹脂充填工程及び含水率低減工程を行い、イオン交換樹脂充填カートリッジＤを作製した。

次いで、ポール社製脱メタルフィルター用ＰＦＡハウジングに、イオン交換樹脂充填カートリッジＤを設置して、金属除去カラムを組み立てた。

次いで、金属除去カラムに、被処理液として、イソプロピルアルコール（ＳＥグレード、含水率５０質量ｐｐｍ以下）を、ＳＶ＝４ｈ$^{-1}$で供給し、ベットボリューム（ＢＶ）が３０となるまで、被処理液のイソプロピルアルコールの供給を続け、初期ブロー工程を行った。初期ブロー工程中に生じた初期ブロー廃液中の水分量の変化を測定した。その結果、ＢＶ＝１０．５の時の含水率は８００質量ｐｐｍであり、ＢＶ＝１３の時の含水率は４００質量ｐｐｍであった。また、初期ブロー廃液中の水分量の変化を図９に示す。

【００９２】

（実施例２）

実施例１と同様にして、イオン交換樹脂充填工程を行い、イオン交換樹脂充填カートリッジＢを作製した。

＜含水率低減工程＞

次いで、イオン交換樹脂充填カートリッジＢに、５０℃の窒素ガス（純度９９．９９％以上）を、１０Ｌ／時間の流量で、１２０分間供給して、イオン交換樹脂充填カートリッジＢ内を、窒素ガスを通過させて、イオン交換樹脂の含水率を低減させ、含水率低減後のイオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジＥを得た。

＜含水率の低減割合の算出＞

次いで、窒素ガスの供給を止め、イオン交換樹脂充填カートリッジＥ内のイオン交換樹脂を取り出し、含水率を測定した。その結果、含水率は５６％であった。これらから、含水率低減後のイオン交換樹脂の含水率（Ａ）は、イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９２％と算出された。

【００９３】

・初期ブロー試験

上記と同様にして、イオン交換樹脂充填工程及び含水率低減工程を行い、イオン交換樹脂充填カートリッジＥを作製した。

＜初期ブロー工程＞

ポール社製脱メタルフィルター用ＰＦＡハウジングに、イオン交換樹脂充填カートリッジＥを設置して、金属除去カラムを組み立てた。

次いで、金属除去カラムに、被処理液として、イソプロピルアルコール（ＳＥグレード、含水率５０質量ｐｐｍ以下）を、ＳＶ＝４h^{-1}で供給し、ベットボリューム（ＢＶ）が３０となるまで、被処理液のイソプロピルアルコールの供給を続け、初期ブロー工程を行った。初期ブロー工程中に生じた初期ブロー廃液中の水分量の変化を測定した。その結果、ＢＶ＝１０．５の時の含水率は８００質量ｐｐｍであり、ＢＶ＝１３．５の時の含水率は４００質量ｐｐｍであった。また、初期ブロー廃液中の水分量の変化を図１０に示す。

＜精製工程＞

金属除去カラムへの被処理液のイソプロピルアルコールの供給を続け、ベットボリューム（ＢＶ）が１８の時点での処理液のイソプロピルアルコールを採取し、含水率を測定した。その結果、処理液のイソプロピルアルコールの含水率は１９０ｐｐｍであった。

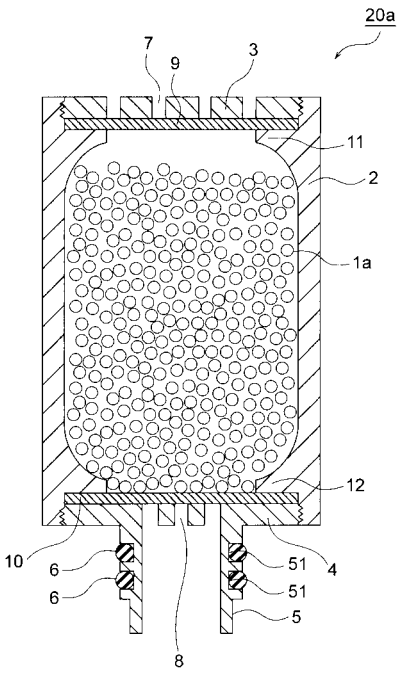
【符号の説明】

【００９４】

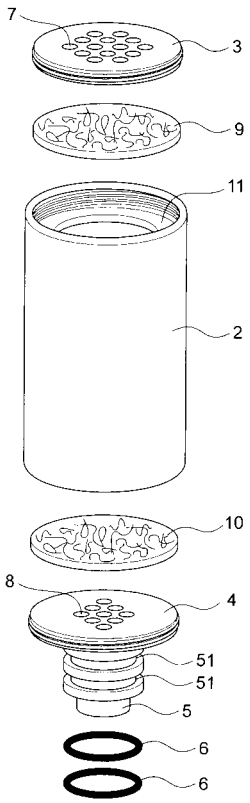
１ａ　水湿潤状態の粒状のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂
１ｂ　含水率低減後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂
１ｃ　初期ブロー後のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂
２　筒部
３、１０３　上蓋
４　下蓋
５　挿通管
６　Ｏリング
７　被処理液の通過孔
８　処理液の通過孔
９　メッシュ
１０　メッシュ
１１　上端側管径縮小部
１２　下端側管径縮小部
２０ａ、２０ｂ、２０ｃ、１２０　イオン交換樹脂充填カートリッジ
２１　収納容器
２２　被処理液供給口
２３　処理液排出管
２４　処理液排出管の内壁
２５　処理液の輸液管
２６　被処理液の輸液管

２７　筒部と収納容器の間の空間
２８　連結管
２９　不活性ガス
３０　金属除去カラム
３１　被処理液
３２　処理液
３３ａ　上側キャップ部材
３３ｂ　下側キャップ部材
３５　不活性ガス導入用治具
４０　外気遮断部材付きイオン交換樹脂充填カートリッジ
５１　Ｏリング付設用溝
１０２　連結部
１０５　処理液排出管
３１１　初期ブロー廃液
３５１　不活性ガスの供給口

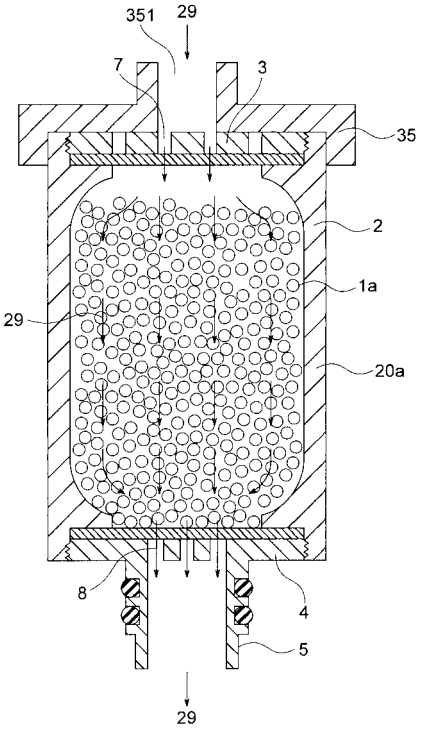
【図１】



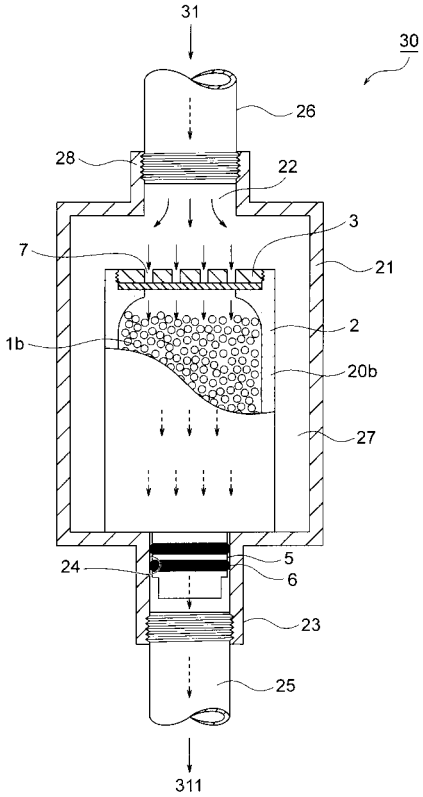
【図２】



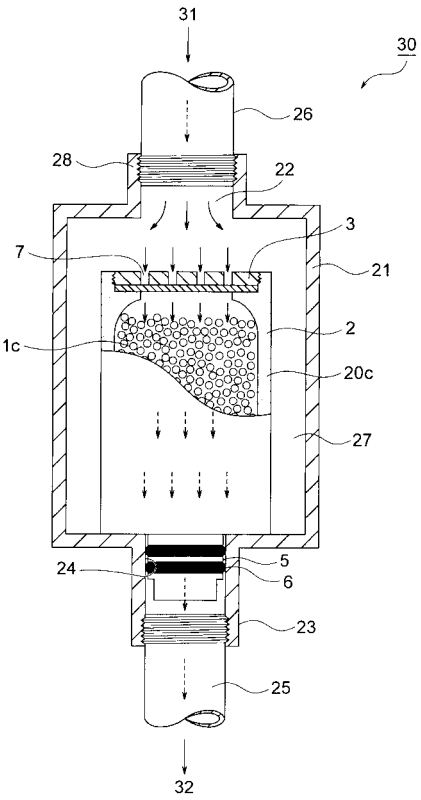
【図３】


351
29
7
3
35
2
1a
29
20a
8
4
5
29

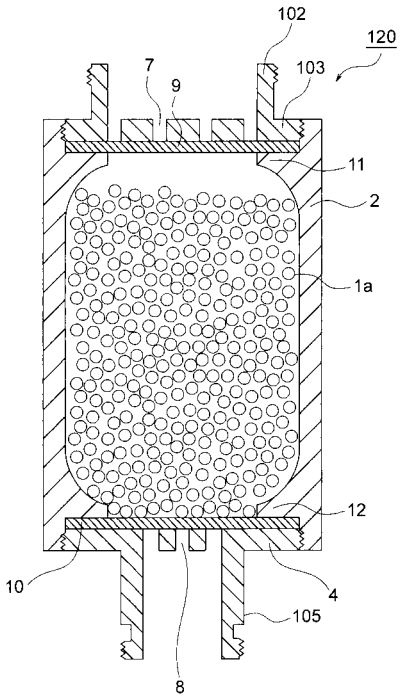
【図４】


31
30
26
28
22
3
7
21
2
1b
20b
27
5
24
6
23
25
311

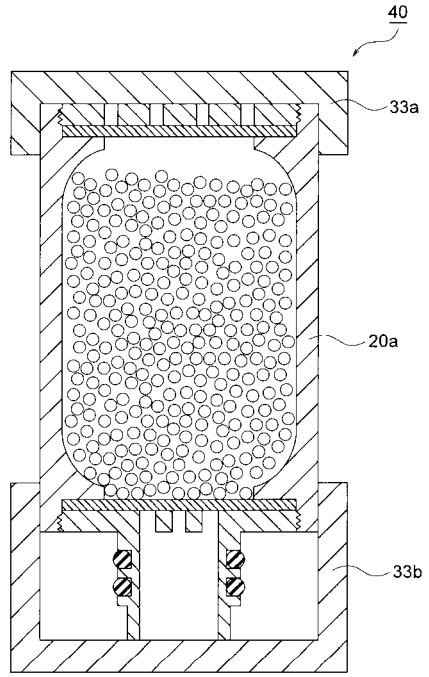
【図５】


31
30
26
28
22
3
7
21
2
1c
20c
27
5
24
6
23
25
32

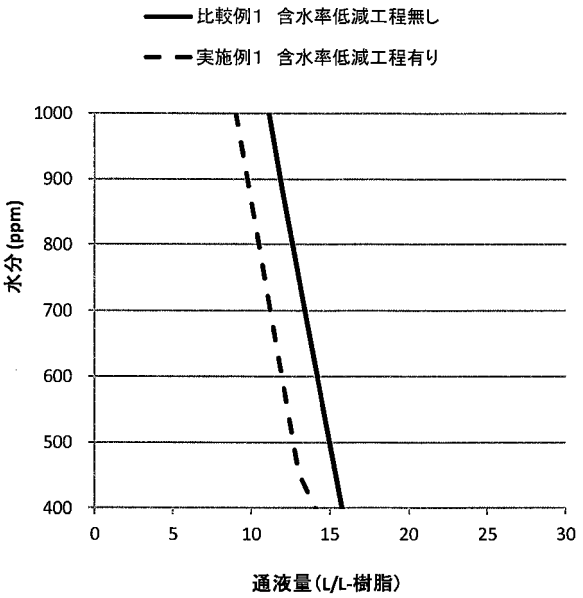
【図６】


102
120
7
9
103
11
2
1a
12
10
4
105
8

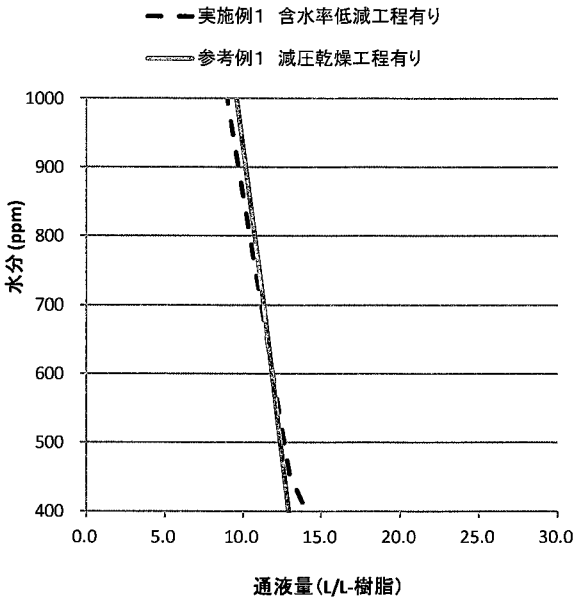
【図７】


40
33a
20a
33b

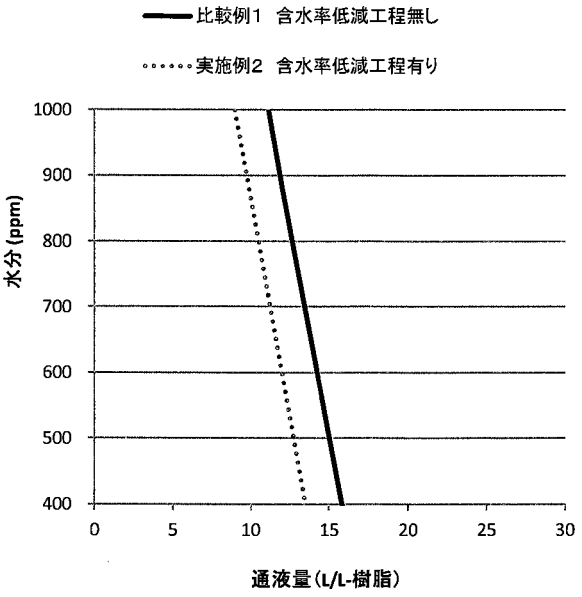
【図８】


比較例1 含水率低減工程無し
実施例1 含水率低減工程有り
水分(ppm)
1000
900
800
700
600
500
400
0
5
10
15
20
25
30
通液量(L/L-樹脂)

【図９】


実施例1 含水率低減工程有り
参考例1 減圧乾燥工程有り
水分(ppm)
1000
900
800
700
600
500
400
0.0
5.0
10.0
15.0
20.0
25.0
30.0
通液量(L/L-樹脂)

【図１０】


比較例1 含水率低減工程無し
実施例2 含水率低減工程有り
水分(ppm)
1000
900
800
700
600
500
400
0
5
10
15
20
25
30
通液量(L/L-樹脂)

【手続補正書】
【提出日】令和2年1月30日(2020.1.30)
【手続補正１】
【補正対象書類名】特許請求の範囲
【補正対象項目名】全文
【補正方法】変更
【補正の内容】
【特許請求の範囲】
【請求項１】
マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に非水液状物質を接触させて、該非水液状物質から不純物を除去する非水液状物質の精製方法であって、
含水率低減前のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂をカートリッジ容器に充填し、該マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジを得るイオン交換樹脂充填工程と、
含水率低減後の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９０．０～９７．０％となるまで、前記カートリッジ容器内の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率を低減させる含水率低減工程と、
含水率低減後の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されている前記カートリッジ容器内に、未精製の前記非水液状物質を通液し、前記カートリッジ容器内から初期ブロー廃液を排出する初期ブロー工程と、
前記カートリッジ容器内に、未精製の前記非水液状物質を通液することにより、前記カートリッジ容器内の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に未精製の前記非水液状物質を接触させて、前記非水液状物質の精製を行い、精製された前記非水液状物質を得る精製工程と、
を有することを特徴とする非水液状物質の精製方法。
【請求項２】
前記カートリッジ容器内に、不活性ガスを通過させて、前記カートリッジ容器内の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に該不活性ガスを接触させることにより、前記含水率低減工程を行うことを特徴とする請求項１記載の非水液状物質の精製方法。
【請求項３】
前記不活性ガスの温度が、０～６０℃であることを特徴とする請求項２記載の非水液状物質の精製方法。
【請求項４】
前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されている前記カートリッジ容器内を減圧して、前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂を減圧乾燥することにより、前記含水率低減工程を行うことを特徴とする請求項１記載の非水液状物質の精製方法。
【請求項５】
前記減圧乾燥の温度が、０～６０℃であることを特徴とする請求項４記載の非水液状物質の精製方法。
【請求項６】
前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジを、不活性ガス雰囲気の加熱装置内で加熱することにより、前記含水率低減工程を行うことを特徴とする請求項１記載の非水液状物質の精製方法。
【請求項７】
含水率低減前のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂をカートリッジ容器に充填し、該マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジを得るイオン交換樹脂充填工程と、
含水率低減後の該マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、

該マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９０．０～９７．０％となるまで、該イオン交換樹脂充填カートリッジ内の該マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率を低減させる含水率低減工程と、
を有することを特徴とするイオン交換樹脂充填カートリッジの作製方法。
【請求項８】
前記カートリッジ容器内に、不活性ガスを通過させて、前記カートリッジ容器内の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に該不活性ガスを接触させることにより、前記含水率低減工程を行うことを特徴とする請求項７記載のイオン交換樹脂充填カートリッジの作製方法。
【請求項９】
前記不活性ガスの温度が、０～６０℃であることを特徴とする請求項８記載のイオン交換樹脂充填カートリッジの作製方法。
【請求項１０】
前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されている前記カートリッジ容器内を減圧して、前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂を減圧乾燥することにより、前記含水率低減工程を行うことを特徴とする請求項７記載のイオン交換樹脂充填カートリッジの作製方法。
【請求項１１】
前記減圧乾燥の温度が、０～６０℃であることを特徴とする請求項１０記載のイオン交換樹脂充填カートリッジの作製方法。
【請求項１２】
前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジを、不活性ガス雰囲気の加熱装置内で加熱することにより、前記含水率低減工程を行うことを特徴とする請求項７記載のイオン交換樹脂充填カートリッジの作製方法。
【請求項１３】
カートリッジ容器と、
前記カートリッジ容器内に非水液状物質を供給するための供給口と、
前記カートリッジ容器内から非水液状物質を排出するための排出口と、
前記カートリッジ容器内に充填され、含水率（Ｄ）が、飽和平衡状態の含水率（Ｅ）の９０．０～９７．０％であるマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂と、
を有するイオン交換樹脂充填カートリッジと、
前記カートリッジ内と外気との通気を遮断するため外気遮断部材と、
からなること、
を特徴とする外気遮断部材付きイオン交換樹脂充填カートリッジ。
【手続補正２】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００１２
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００１２】
このような上記課題は、以下の本発明によって解決される。
すなわち、本発明（１）は、マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に非水液状物質を接触させて、該非水液状物質から不純物を除去する非水液状物質の精製方法であって、
含水率低減前のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂をカートリッジ容器に充填し、該マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジを得るイオン交換樹脂充填工程と、
含水率低減後の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の

９０．０～９７．０％となるまで、前記カートリッジ容器内の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率を低減させる含水率低減工程と、

含水率低減後の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されている前記カートリッジ容器内に、未精製の前記非水液状物質を通液し、前記カートリッジ容器内から初期ブロー廃液を排出する初期ブロー工程と、

前記カートリッジ容器内に、未精製の前記非水液状物質を通液することにより、前記カートリッジ容器内の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に未精製の前記非水液状物質を接触させて、前記非水液状物質の精製を行い、精製された前記非水液状物質を得る精製工程と、

を有することを特徴とする非水液状物質の精製方法を提供するものである。

【手続補正３】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】００１７

【補正方法】変更

【補正の内容】

【００１７】

また、本発明（６）は、前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジを、不活性ガス雰囲気の加熱装置内で加熱することにより、前記含水率低減工程を行うことを特徴とする（１）記載の非水液状物質の精製方法を提供するものである。

また、本発明（７）は、含水率低減前のマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂をカートリッジ容器に充填し、該マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジを得るイオン交換樹脂充填工程と、

含水率低減後の該マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率（Ａ）が、該マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率（Ｂ）の９０．０～９７．０％となるまで、該イオン交換樹脂充填カートリッジ内の該マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂の含水率を低減させる含水率低減工程と、

を有することを特徴とするイオン交換樹脂充填カートリッジの作製方法。

また、本発明（８）は、前記カートリッジ容器内に、不活性ガスを通過させて、前記カートリッジ容器内の前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂に該不活性ガスを接触させることにより、前記含水率低減工程を行うことを特徴とする（７）のイオン交換樹脂充填カートリッジの作製方法を提供するものである。

また、本発明（９）は、前記不活性ガスの温度が、０～６０℃であることを特徴とする（８）のイオン交換樹脂充填カートリッジの作製方法を提供するものである。

また、本発明（１０）は、前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されている前記カートリッジ容器内を減圧して、前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂を減圧乾燥することにより、前記含水率低減工程を行うことを特徴とする（７）のイオン交換樹脂充填カートリッジの作製方法を提供するものである。

また、本発明（１１）は、前記減圧乾燥の温度が、０～６０℃であることを特徴とする（１０）のイオン交換樹脂充填カートリッジの作製方法を提供するものである。

また、本発明（１２）は、前記マクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂が充填されたイオン交換樹脂充填カートリッジを、不活性ガス雰囲気の加熱装置内で加熱することにより、前記含水率低減工程を行うことを特徴とする（７）のイオン交換樹脂充填カートリッジの作製方法を提供するものである。

【手続補正４】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】００１８

【補正方法】変更

【補正の内容】

【００１８】

また、本発明（１３）は、カートリッジ容器と、
前記カートリッジ容器内に非水液状物質を供給するための供給口と、
前記カートリッジ容器内から非水液状物質を排出するための排出口と、
前記カートリッジ容器内に充填され、含水率（Ｄ）が、飽和平衡状態の含水率（Ｅ）の９０．０～９７．０％であるマクロポーラス型又はポーラス型イオン交換樹脂と、
を有するイオン交換樹脂充填カートリッジと、
前記カートリッジ内と外気との通気を遮断するため外気遮断部材と、
からなること、
を特徴とする外気遮断部材付きイオン交換樹脂充填カートリッジを提供するものである。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2018/031301

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl. B01J47/024(2017.01)i, B01J39/04(2017.01)i, B01J39/20(2006.01)i, B01J41/04(2017.01)i, B01J41/14(2006.01)i, B01J47/14(2017.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl. B01J39/00-49/90

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2018
Registered utility model specifications of Japan 1996-2018
Published registered utility model applications of Japan 1994-2018

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 7-232089 A (ROHM AND HAAS CO.) 05 September 1995, claims, paragraphs [0014], [0022] & US 5350714 A, column 3, line 56 to column 4, line 9, column 5, lines 19-36, claims	7 1-6
Y A	JP 2004-181351 A (JAPAN ORGANO CO., LTD.) 02 July 2004, paragraph [0004] (Family: none)	7 1-6

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
09.11.2018	20.11.2018
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2015)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2018/031301

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 8-053162 A (KURITA SEIZOSHO KK) 27 February 1996, paragraphs [0008]-[0013] (Family: none)	7 1-6
Y A	JP 2002-104539 A (KAWASUMI LABORATORIES, INC.) 10 April 2002, claims, paragraph [0015] (Family: none)	7 1-6
A	JP 2015-188829 A (JAPAN ORGANO CO., LTD.) 02 November 2015 (Family: none)	1-7
A	US 5518628 A (CAREY, R. J.) 21 May 1996 (Family: none)	1-7

国際調査報告	国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１８／０３１３０１

A.　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　B01J47/024(2017.01)i, B01J39/04(2017.01)i, B01J39/20(2006.01)i, B01J41/04(2017.01)i, B01J41/14(2006.01)i, B01J47/14(2017.01)i

B.　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　B01J39/00-49/90

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１８年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１８年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１８年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C.　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
Y A	JP 7-232089 A (ローム　アンド　ハース　カムパニー) 1995.09.05, 特許請求の範囲, 段落 0014, 段落 0022 & US 5350714 A, 3 欄 56 行-4 欄 9 行, 5 欄 19-36 行, クレーム	7 1-6
Y A	JP 2004-181351 A (オルガノ株式会社) 2004.07.02, 段落 0004 (ファミリーなし)	7 1-6

☒ Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。　☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
０９．１１．２０１８	２０．１１．２０１８

国際調査機関の名称及びあて先	特許庁審査官（権限のある職員）		
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ） 郵便番号１００－８９１５ 東京都千代田区霞が関三丁目４番３号	目代　博茂	４Ｑ	９６３０
	電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４６８		

様式ＰＣＴ／ＩＳＡ／２１０（第２ページ）（２０１５年１月）

国際調査報告 国際出願番号 PCT／JP2018／031301

C（続き）. 関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
Y A	JP 8-053162 A (株式会社栗田製造所) 1996.02.27, 段落 0008-0013 (ファミリーなし)	7 1-6
Y A	JP 2002-104539 A (川澄化学工業株式会社) 2002.04.10, 特許請求の範囲,段落 0015 (ファミリーなし)	7 1-6
A	JP 2015-188829 A (オルガノ株式会社) 2015.11.02 (ファミリーなし)	1-7
A	US 5518628 A (CAREY, Richard J.) 1996.05.21 (ファミリーなし)	1-7

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード（参考）
Ｂ０１Ｊ　39/05	*(2017.01)*	Ｂ０１Ｊ	39/05	
Ｂ０１Ｊ　39/07	*(2017.01)*	Ｂ０１Ｊ	39/07	
Ｂ０１Ｊ　41/05	*(2017.01)*	Ｂ０１Ｊ	41/05	
Ｂ０１Ｊ　41/07	*(2017.01)*	Ｂ０１Ｊ	41/07	
Ｂ０１Ｊ　39/20	*(2006.01)*	Ｂ０１Ｊ	39/20	
Ｂ０１Ｊ　41/14	*(2006.01)*	Ｂ０１Ｊ	41/14	
Ｃ０７Ｃ　31/10	*(2006.01)*	Ｃ０７Ｃ	31/10	
Ｃ０７Ｃ　29/88	*(2006.01)*	Ｃ０７Ｃ	29/88	

(81)指定国・地域　AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IR,IS,JO,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT

（注）この公表は、国際事務局（ＷＩＰＯ）により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願（日本語実用新案登録出願）の国際公開の効果は、特許法第１８４条の１０第１項(実用新案法第４８条の１３第２項）により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。