

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6934069号  
(P6934069)

(45) 発行日 令和3年9月8日(2021.9.8)

(24) 登録日 令和3年8月24日(2021.8.24)

(51) Int.Cl.		F I
<b>BO1J 47/024 (2017.01)</b>		BO1J 47/024
<b>BO1J 47/016 (2017.01)</b>		BO1J 47/016
<b>BO1J 47/022 (2017.01)</b>		BO1J 47/022
<b>BO1J 47/028 (2017.01)</b>		BO1J 47/028
<b>BO1J 47/04 (2006.01)</b>		BO1J 47/04

請求項の数 12 (全 25 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2019-560035 (P2019-560035)  
 (86) (22) 出願日 平成30年8月24日(2018.8.24)  
 (86) 国際出願番号 PCT/JP2018/031301  
 (87) 国際公開番号 W02019/123718  
 (87) 国際公開日 令和1年6月27日(2019.6.27)  
 審査請求日 令和2年1月30日(2020.1.30)  
 (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)

(73) 特許権者 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

審査官 目代 博茂

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イオン交換樹脂充填カートリッジの作製方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

マクロポラス型又はポ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ラス型又はポラス型イオン交換樹脂をカートリッジ容器に充填し、該マクロポラス型又はポ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ラス型又はポラス型イオン交換樹脂の含水率(A)が、前記マクロポラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポ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】

前記マクロポラス型又はポ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、前記マクロポラス型又はポ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。

10

【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】

前記マクロポラス型又はポ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、不活性ガス雰囲気内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ラス型又はポラス型イオン交換樹脂をカートリッジ容器に充填し、該マクロポラス型又はポ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、

20

含水率低減後の該マクロポラス型又はポラス型イオン交換樹脂の含水率(A)が、該マクロポラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポ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。

30

【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】

前記マクロポラス型又はポ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、前記マクロポラス型又はポ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。

40

【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】

前記マクロポラス型又はポ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、不活性ガス雰囲気内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。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

50

## 【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の作製方法に関する。

## 【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。

10

## 【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】

20

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。

30

## 【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。

40

## 【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

50

【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。

10

【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、

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、

20

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、

30

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、不活性ガスを通液させて、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。

40

【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】

50

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。

#### 【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ラス型又はポ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ラス型又はポ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、リング付設用溝51が形成されている。リング6は、そのリング付設用溝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、マクロポラス型又はポ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ラス型又はポ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、リング6を、挿通管5に形成されているリング付設用溝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ラス型又はポ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ラス型又はポ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

10

20

30

40

50

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。

10

#### 【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。

20

30

#### 【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

40

50

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 ( $\text{mg H}_2\text{O} / \text{g}$  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。

10

20

30

40

50

## 【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）、PGE（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<sub>4</sub>、NO<sub>3</sub>、PO<sub>4</sub>、CO<sub>3</sub>、HCO<sub>3</sub>等のアニオン、ギ酸、酢酸、マレイン酸、プロブオン酸等の有機酸、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。

10

## 【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、粒状のマクロポラス型又はポラス型イオン交換樹脂である。なお、ゲル型構造と、マクロポラス型構造およびポラス型構造とは、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「ポラス型構造」又は「マクロポラス型構造」と判別される。

20

(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、「ポラス型構造」又は「マクロポラス型構造」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 $0.1 \text{ m}^2 / \text{g}$ （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 $0.001 \sim 0.008 \text{ ml} / \text{ml}$ （乾燥樹脂）である。また、ポラス型構造又はマクロポ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、ポラス型構造又はマクロポラス型構造を有するイオン交換樹脂の比表面積は $2 \sim 125 \text{ m}^2 / \text{g}$ （乾燥樹脂）、ポラス型構造又はマクロポラス型構造を有するイオン交換樹脂の細孔容積は $0.17 \sim 0.50 \text{ ml} / \text{ml}$ （乾燥樹脂）である。

30

## 【0033】

マクロポラス型又はポラス型イオン交換樹脂としては、マクロポラス型又はポラス型カチオン交換樹脂、マクロポラス型又はポラス型アニオン交換樹脂、マクロポラス型又はポラス型カチオン交換樹脂とマクロポラス型又はポラス型アニオン交換樹脂の組み合わせが挙げられる。マクロポラス型又はポラス型イオン交換樹脂が、マクロポラス型又はポラス型カチオン交換樹脂とマクロポラス型又はポラス型アニオン交換樹脂の組み合わせの場合、マクロポラス型又はポラス型カチオン交換樹脂とマクロポラス型又はポ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、マクロポラス型又はポラス型イオン交換樹脂の充填領域の上流側に、マクロポラス型又はポラス型カチオン交換樹脂が充填され、且つ、マクロポラス型又はポラス型イオン交換樹脂の充填領域の下流側に、マクロポラス型又はポラス型アニオン交換樹脂が充填されているか、又はマクロポラス型又はポラス型イオン交換樹脂の充填領域の上流側に、マクロポラス型又はポラス型アニオン交換樹脂が充填され、且つ、マクロポラス型又はポラス型イオン交換樹脂の充填領域の下流側に、マクロポラス型又はポ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。

40

## 【0034】

マクロポラス型又はポラス型カチオン交換樹脂は、マクロポラス型又はポラス型の強酸性カチオン交換樹脂であっても、マクロポラス型又はポラス型の弱酸性カチ

50

オン交換樹脂であっても、それらの併用であってもよい。マクロポラス型又はポ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、マクロポラス型又はポ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】**

マクロポラス型又はポラス型アニオン交換樹脂は、マクロポラス型又はポラス型の強塩基性アニオン交換樹脂であっても、マクロポラス型又はポ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。マクロポラス型又はポ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、マクロポラス型又はポ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。マクロポラス型又はポラス型の強酸性カチオン交換樹脂とマクロポラス型又はポ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。

10

**【0036】**

乾燥状態のマクロポラス型又はポ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200~1000 $\mu\text{m}$ 、特に好ましくは200~500 $\mu\text{m}$ である。なお、乾燥状態のマクロポラス型又はポ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】**

マクロポラス型又はポ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ラス型又はポラス型イオン交換樹脂を、「水湿潤状態のマクロポラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポラス型イオン交換樹脂」と呼ぶ。

20

**【0038】**

飽和平衡状態のマクロポラス型又はポ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、マクロポラス型又はポ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ラス型又はポラス型イオン交換樹脂は水湿潤状態のマクロポラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポラス型イオン交換樹脂の重量 - 乾燥状態のマクロポラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポ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。

30

含水率低減後のマクロポラス型又はポ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ラス型又はポラス型イオン交換樹脂の重量 - 乾燥状態のマクロポラス型又はポラス型イオン交換樹脂の重量) / 含水率低減後のマクロポラス型又はポラス型イオン交換樹脂の重量) × 100」の式により求められる。

40

また、含水率低減前のマクロポラス型又はポ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ラス型又はポラス型イオン交換樹脂の重量 - 乾燥状態のマクロポラス型又はポラス型イオン交換樹脂の重

50

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

10

20

30

40

50

、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ラス型又はポラス型イオン交換樹脂の含水率(A)が、マクロポラス型又はポ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ラス型又はポラス型イオン交換樹脂の含水率(A)が、マクロポラス型又はポ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ラス型又はポラス型イオン交換樹脂の含水率(A)」/「マクロポラス型又はポ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目指す。

10

【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。

20

【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。

30

【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ラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポラス型イオン交換樹脂の含水率(A)が、マクロポラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポラス型イオン交換樹脂に変換させる。

40

【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ラス型又はポ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

50

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、マクロポラス型又はポ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。

10

【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、 $-0.05\text{MPa}$ 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 $0\sim 60$ 、特に好ましくは $30\sim 50$ 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ラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポ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

20

【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ラス型又はポラス型イオン交換樹脂の含水率(A)が、マクロポラス型又はポラス型イオン交換樹脂の飽和平衡状態の含水率(B)の $90.0\sim 97.0\%$ 、好ましくは $90\sim 95\%$ となるまで、水湿潤状態のマクロポラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポ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。

30

【0058】

また、本発明の非水液状物質の精製方法では、マクロポラス型又はポ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、不活性ガス雰囲気中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。

40

【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 $0\sim 60$ 、特に好ましくは $30\sim 50$ である。

【0060】

含水率低減工程(3)では、水湿潤状態のマクロポラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポ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ラス型又はポラス型イオン交換樹脂の含水率が低減する。

【0061】

50

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、不活性ガス雰囲気内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。

10

【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ふ。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。

20

30

【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。

40

【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

50

得る工程である。

【 0 0 6 8 】

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。

【 0 0 6 9 】

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 9 0 . 0 ~ 9 7 . 0 %、好ましくは 9 0 ~ 9 5 % 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。

【 0 0 7 0 】

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。

【 0 0 7 1 】

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。

【 0 0 7 2 】

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 1 2 0 が挙げられる。イオン交換樹脂充填カートリッジ 1 2 0 は、水湿潤状態の粒状のイオン交換樹脂 1 a 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 1 0 2 が付設されている筒部 2 の上端に設けられる上蓋 1 0 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

10

20

30

40

50

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の内側の先端側には、先端側管径縮小部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先端には、メッシュ9が、先端側管径縮小部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。

10

#### 【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。

20

#### 【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。

30

#### 【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。

40

#### 【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

50

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。

10

【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。

20

【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。

30

【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。

40

<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%

50

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、 $SV = 4 \text{ h}^{-1}$ 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：マクロポラス型の強酸性カチオン交換樹脂とマクロポ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：400~800 $\mu\text{m}$ 、飽和平衡状態の含水率61質量%。

<オリング>

フロン工業社製、商品名：PFA被覆オリング、材質：バイトンをPFAで被覆、線径：3.53 $\pm$ 0.10mm、内径：37.69 $\pm$ 0.38mm、外径：44.75mm

【0087】

10

20

30

【表 1】

筒部	
材質	P T F E
内径 (mm)	7 5
外径 (mm)	8 5
長さ (mm)	2 2 5
上蓋	
材質	P T F E
厚み (mm)	1 0
通過孔の径 (mm)	5
通過孔の数 (個)	3 7
下蓋	
材質	P T F E
厚み (mm)	1 0
通過孔の径 (mm)	5
通過孔の数 (個)	1 9
挿通管	
材質	P T F E
内径 (mm)	3 3
外径 (mm)	4 4

## 【 0 0 8 8 】

< 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

10

20

30

40

50

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ラス型イオン交換樹脂の重量 - 乾燥状態のマクロポ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、測定の高確さを高めるため、乾燥前の飽和平衡状態のイオン交換樹脂を、5 g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、 $SV = 4 \text{ h}^{-1}$ 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、 $SV = 4 \text{ h}^{-1}$ 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、 $SV = 4 \text{ h}^{-1}$ 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。

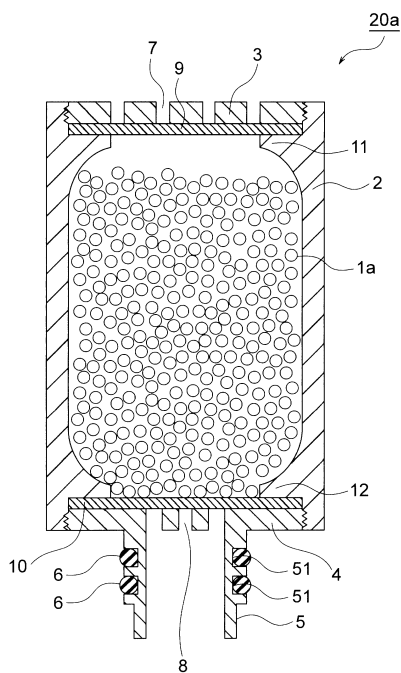
【符号の説明】

【0094】

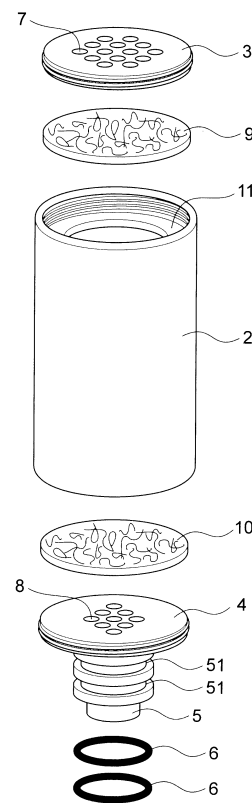
- |                    |                               |    |
|--------------------|-------------------------------|----|
| 1 a                | 水湿潤状態の粒状のマクロポラス型又はポラス型イオン交換樹脂 | 30 |
| 1 b                | 含水率低減後のマクロポラス型又はポラス型イオン交換樹脂   |    |
| 1 c                | 初期ブロー後のマクロポラス型又はポラス型イオン交換樹脂   |    |
| 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                          | 40 |
| 10                 | メッシュ                          |    |
| 11                 | 上端側管径縮小部                      |    |
| 12                 | 下端側管径縮小部                      |    |
| 20 a、20 b、20 c、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                      | 50 |

- 2 7 筒部と収納容器の間の空間
- 2 8 連結管
- 2 9 不活性ガス
- 3 0 金属除去カラム
- 3 1 被処理液
- 3 2 処理液
- 3 3 a 上側キャップ部材
- 3 3 b 下側キャップ部材
- 3 5 不活性ガス導入用治具
- 4 0 外気遮断部材付きイオン交換樹脂充填カートリッジ
- 5 1 オリング付設用溝
- 1 0 2 連結部
- 1 0 5 処理液排出管
- 3 1 1 初期ブロー廃液
- 3 5 1 不活性ガスの供給口

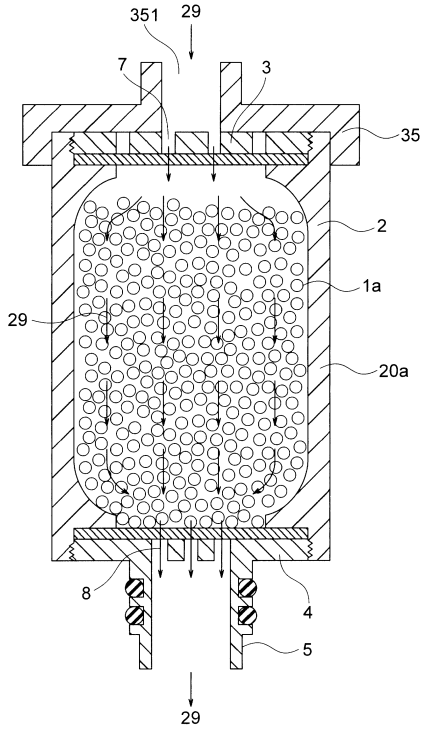
【図 1】



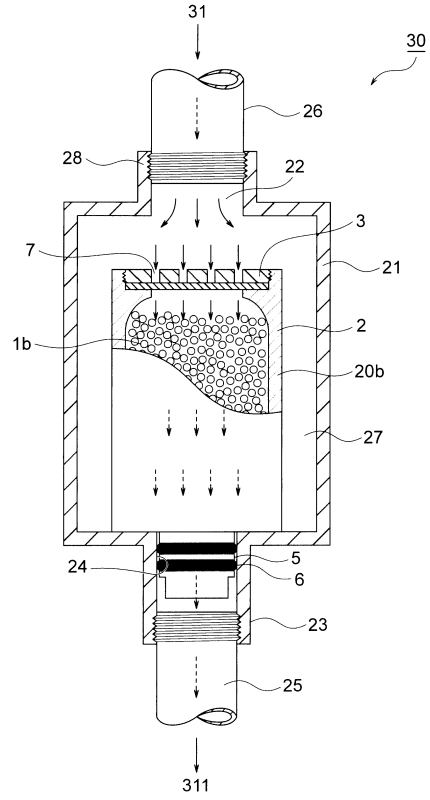
【図 2】



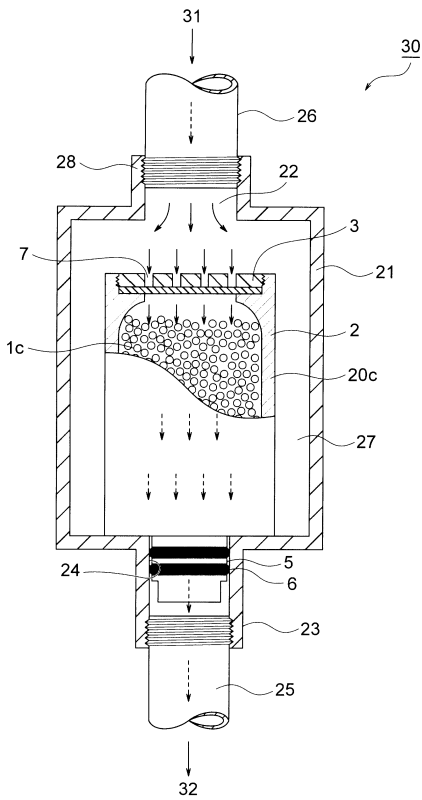
【図3】



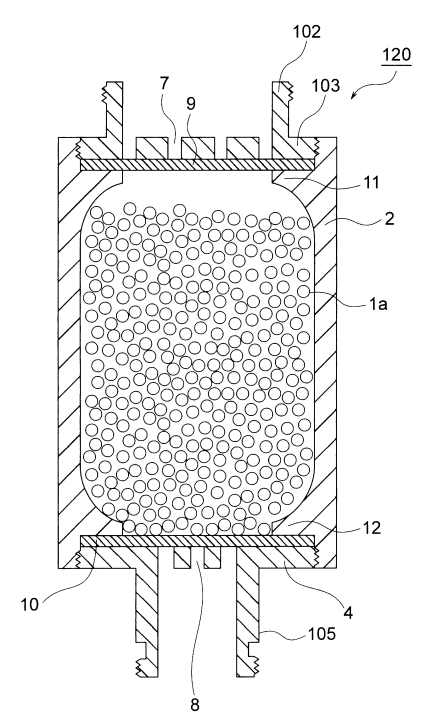
【図4】



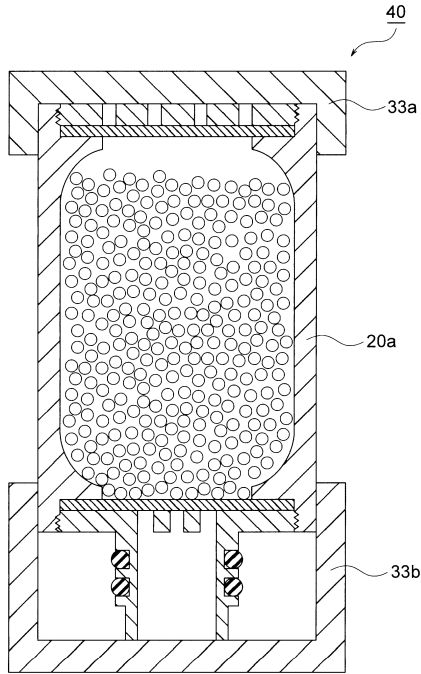
【図5】



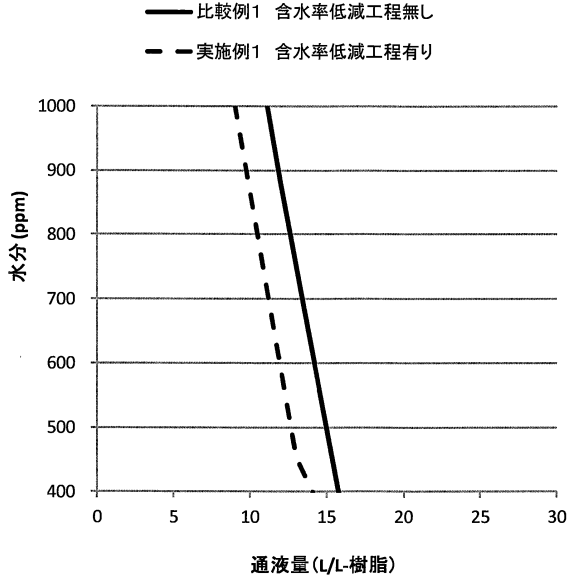
【図6】



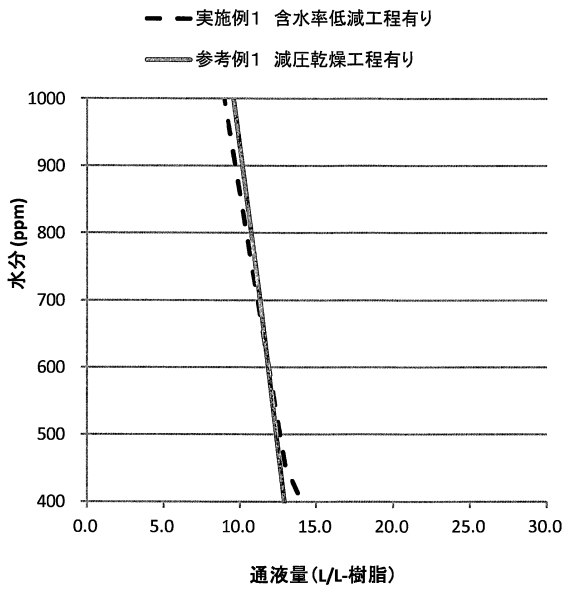
【 図 7 】



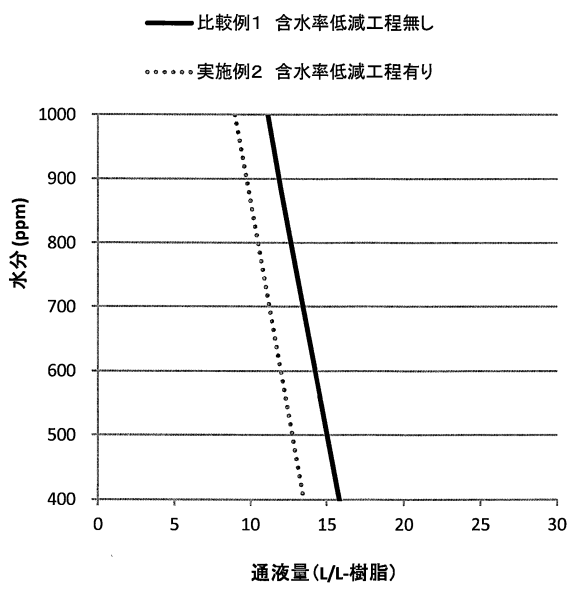
【 図 8 】



【 図 9 】



【 図 10 】



## フロントページの続き

(51) Int.Cl.			F I	
<i>B 0 1 J</i>	<i>39/05</i>	<i>(2017.01)</i>	<i>B 0 1 J</i>	<i>39/05</i>
<i>B 0 1 J</i>	<i>39/07</i>	<i>(2017.01)</i>	<i>B 0 1 J</i>	<i>39/07</i>
<i>B 0 1 J</i>	<i>41/05</i>	<i>(2017.01)</i>	<i>B 0 1 J</i>	<i>41/05</i>
<i>B 0 1 J</i>	<i>41/07</i>	<i>(2017.01)</i>	<i>B 0 1 J</i>	<i>41/07</i>
<i>B 0 1 J</i>	<i>39/20</i>	<i>(2006.01)</i>	<i>B 0 1 J</i>	<i>39/20</i>
<i>B 0 1 J</i>	<i>41/14</i>	<i>(2006.01)</i>	<i>B 0 1 J</i>	<i>41/14</i>
<i>C 0 7 C</i>	<i>31/10</i>	<i>(2006.01)</i>	<i>C 0 7 C</i>	<i>31/10</i>
<i>C 0 7 C</i>	<i>29/88</i>	<i>(2006.01)</i>	<i>C 0 7 C</i>	<i>29/88</i>

- (56) 参考文献 特開平 07 - 2 3 2 0 8 9 ( J P , A )  
特開 2 0 0 4 - 1 8 1 3 5 1 ( J P , A )  
特開平 0 8 - 0 5 3 1 6 2 ( J P , A )  
特開 2 0 0 2 - 1 0 4 5 3 9 ( J P , A )  
特開 2 0 1 5 - 1 8 8 8 2 9 ( J P , A )  
米国特許第 0 5 5 1 8 6 2 8 ( U S , A )

- (58) 調査した分野(Int.Cl. , D B 名)  
*B 0 1 J 3 9 / 0 0 - 4 9 / 9 0*  
*C 0 8 J 5 / 2 0 - 5 / 2 2*