# Drying Agents

# メルクミリポアの乾燥剤

Merck Millipore is a division of MERCK

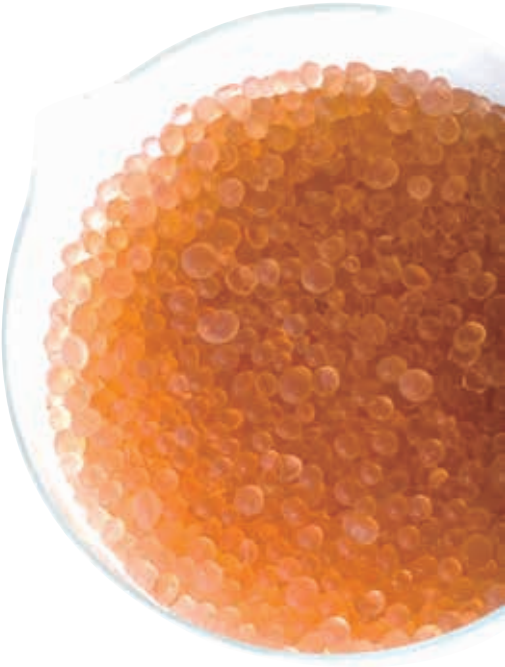
# Drying Agents
# メルクミリポアの乾燥剤


| トピックス | ページ |
|---|---|
| 乾燥剤について | 1～3 |
| 乾燥剤セレクションガイド | |
| • 水分吸収量が高い溶媒の乾燥 | 4 |
| • 水分吸収量が低い溶媒の乾燥 | 7 |

| 各種乾燥剤リスト | ページ |
|---|---|
| カルシウム | 8 |
| 塩化カルシウム | 8 |
| 水素化カルシウム | 9 |
| 硫酸カルシウム | 9 |
| 酸化カルシウム | 9 |
| 硫酸銅 | 10 |
| 乾燥剤小袋 | 10 |
| 水素化リチウムアルミニウム | 11 |
| 酸化マグネシウム | 11 |
| 過塩素酸マグネシウム | 11 |
| 硫酸マグネシウム | 11 |
| モレキュラーシーブ | 12 |
| 五酸化リンおよびシカペント | 14 |
| 炭酸カリウム | 15 |
| 水酸化カリウム | 15 |
| 水酸化ナトリウム | 15 |
| シリカゲル | 16 |
| 硫酸ナトリウム | 17 |
| 硫酸およびシカサイド | 17 |


## 環境と安全

メルクミリポアでは乾燥剤に限らず、地球環境に優しい安全な製品を提供しております。例えば、指示薬付シリカゲルであるオレンジゲル、ブラウンゲルは、発がん性のあるブルーゲルの代替え品として提供しております。



## アプリケーション

メルクミリポアの乾燥剤は、ガス、液体、固体などの幅広い製品の乾燥に適しています。その広範囲な製品ラインナップで、古典的な乾燥法はもとより、動的な乾燥法にも適しております。

## 安全と信頼

メルクミリポアの乾燥剤は、例えば保存過程において腐食しやすい製品など様々な価値ある製品を保護する役割を果たすことが出来、余分なコストを削減する事が出来ます。湿度等の影響を避ける事で、従来の状態を持続し、製品を使用する際、湿度からの悪影響を防ぐことが出来ます。実験室でのアプリケーションとして容易に使用する事が出来るよう、メルクミリポアでは、多種多様な大きさの粒子やパッケージの乾燥剤をご用意しております。従来の静的乾燥から、動的乾燥まで様々な使用用途に適しています。

例えば水素化カルシウム、過塩素酸マグネシウム、酸化アルミニウム、シリカゲルやモレキュラーシーブのような製品は凝集する傾向のない製品で、動的乾燥に適しています。

# 乾燥剤について

## 乾燥速度

乾燥強度は唯一、論理的に達成可能な残存水分量を示します。そして、平衡が達成するには長い時間がかかります。そのため、高い乾燥の効果を得たければ、水の迅速な取り込みが重要です。（水の取り込み速度は効果的な乾燥に重要です。）取り込み速度は以下の段階で決定されます。

- **$H_2O$ 分子が乾燥しようとする物質から脱離する。**
- **$H_2O$ 分子が乾燥剤に到達する。**
- **$H_2O$ 分子が乾燥剤内の活性中心へ拡散する。**

実験者は最初の二つを実験装置によって操作することができますが、三つ目を最適化するには、乾燥剤のメーカーが以下のパラメーターを考慮する必要があります

- **粒子径**
- **細孔径および細孔分布**
- **乾燥中における乾燥剤表面の不活性化の防止**

理想的な乾燥剤の場合、これらのパラメーターは水の吸着中に大きく変化しません。このような乾燥剤には、シカペント（Sicapent）、シカサイド（Sicacide）、過塩素酸マグネシウム、モレキュラーシーブ、シリカゲル、酸化アルミニウムおよび水素化カルシウムなどが挙げられます。しかし、乾燥剤の多くは水の吸着過程で凝集や分解を起こしやすく、また、未使用の製品ではシロップ状の層を形成する傾向にあります。これは乾燥塔内で気体を扱う作業をする場合に問題となります。そのため、乾燥塔は詰まりやすくなり、不完全乾燥の気体が流れるためチャンネルが形成されることがあります。

## 乾燥容量

乾燥剤の乾燥容量は、無水の乾燥剤 100g あたりに吸収される水の重量で定義されます。例えば、容量 20% の乾燥剤 1kg は 200g の水を吸収します。乾燥剤に残存する水の含有量が高いほど、乾燥剤の負荷は高くなります。一方、気体あるいは液体の水分量が多いほど、乾燥剤の負荷が高くなります。例外として、一定の水和物を形成する $CuSO_4$ 等の乾燥剤は、次の段階の水和物が形成されるまで一定の水蒸気分圧を維持し、吸着した水の量とは無関係です。

## 再生

乾燥剤の中には以下の様に再生することができるものもあります。

- **熱を加え、式の平衡を左へシフトさせます。**
  **水 + 乾燥剤 ↔ 乾燥剤 / 水複合体**
- **平衡状態から遊離水蒸気を取り除く、すなわち乾燥剤から遊離水蒸気を除去します。これは真空状態にするか、あるいは乾燥剤を乾燥した気体流に晒すことにより達成されます。**

再生した乾燥剤は急速に水を取り込みます。容器に詰め、保存する場合は湿気を避けてください。

## 安全上の注意

乾燥剤を使用する場合、その固有の危険性に注意してください。酸性または塩基性乾燥剤の両方とも腐食性があります。過酸化マグネシウムは爆発することがあります。また同様に、ナトリウムやカリウムはある有機物質、例えば水や塩化炭化水素と接触すると爆発します。乾燥過程中に水素を発生する乾燥剤の場合は、換気効率の良いドラフト内で実施します。インジケーター付シリカゲルのブルーゲルタイプ（1.01908, 1.01925, 1.01981）は塩化コバルトの存在により発ガン性があります（R- フレーズ 49、吸引によりガンを引き起こす可能性）。充填や中味を出す場合はドラフト内で行ってください。

## 乾燥法

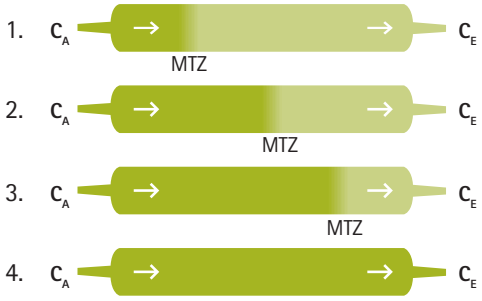
安定な固体は乾燥器内で高温にて乾燥することができます。しかし、デシケーターでの室温における乾燥あるいは乾燥ピストルを用いた高温での乾燥のほうがより穏やかです。真空を用いると、水分子の固体から乾燥剤への拡散が促進されます。そのため、乾燥速度が幾分増加します。

## 静置乾燥

液体乾燥の古典的な手順は、乾燥剤を加え、得られた混合物を静置し、次いで攪拌し（例えばマグネティックスターラーなどを用いて）、振とうするか、あるいは環流させながら煮沸します（詳細は有機化学教科書を参照）。液体の全てが乾燥剤と確実に接触するよう液体をかき混ぜることが重要です。液体は、濾過あるいは移しかえることで乾燥剤から分離します。水が乾燥剤と反応して溶媒に溶ける化合物を生成する場合は、それに引き続き必ず蒸留を行ってください。頻繁に使用される塩化カルシウム、炭酸カリウム、硫酸ナトリウムまたは硫酸カルシウムといった乾燥剤による静置乾燥の効果は中程度です。ナトリウムまたはアルカリ土類酸化物等の乾燥剤は通常考えられているほど有効ではありません。理由は、それらの反応表面積が比較的小さく、加えて水分子の取り込みを妨害する層で覆われるためです。さらに、これらの物質による実験室での事故が比較的頻繁に起きているため、使用しないことをお薦めします。

## 動的乾燥

乾燥速度を上げ、乾燥剤の効率を促進するため、乾燥剤を充填した乾燥塔またはチューブに液体または気体を流します。拡散や流速が妨げられないよう、乾燥剤は凝集や潮解しないようにしなければなりません。この理由から、水素化カルシウム、過塩素酸マグネシウム、酸化アルミニウム、シリカゲルまたはモレキュラーシーブ等の乾燥剤が特に適しています。未処理の五酸化リンは水と接触すると凝集する傾向があり、通常は動的乾燥に適しません。シカペント（Sicapent）は $P_2O_5$ が不活性担体に付着した乾燥剤のため、その顆粒は100% 水分負荷しても流動性を有し、気流を妨害しません。乾燥過程は小さな粒子径の乾燥剤を用いると最も効果的です。この方法で、表面積は著しく増加し、カラム長と充填剤は減少します。しかし、流速はカラム内流圧が高くなるにつれて遅くなることに注意してください。乾燥カラムに充填剤としてシリカゲルを用いた気体の乾燥過程を以下の図に示します。水を負荷すると、オレンジゲル中の水分指示薬が、無色になります。水分量 $C_A$ の湿った気体が左側からカラムに入り、水分量 $C_E$ の乾燥気体がカラムから放出します。しかし、この時点では、問題の水分量 $C_E$ は乾燥剤が達成し得る最少残存水分量より多くなります。カラムの左側の乾燥剤は完全に水が負荷され、水分を含む気体流と平衡状態にあります。実際の乾燥プロセス、すなわち気体からシリカゲルへの水の移動は、“物質移動ゾーン（MTZ）”として知られるセグメントで行われます。MTZ は次第に右側へ移動し（下記図 2、3、4）、これがカラムの端に達すると水分を含む気体が放出します。このような気体が放出するのを避けるため、気体流を適当な時間で止めます。これにより、カラムの一部分が未使用の状態になります。殆どの場合、動的乾燥は静置乾燥より優れています。これは以下に示す一般的な計算で示されます。




## 大気の相対湿度

大気の湿気に対する吸収性は、飽和するまで温度と共に上昇します。1m$^3$ の空気は 11℃で、10.0g の水で飽和され、20℃では 17.3g、30℃では 30.4g、40℃では 51.2g で飽和されます。

## 必要な乾燥剤の量の計算

$H_2O$ 含有量が 10mg/L の 1000L の気体を 25℃で乾燥して残存水分量が 1mg $H_2O$/L になるとすると、吸着される水の量は次のように与えられます。

（1,000 L）×（10 mg $H_2O$/L）
−（1,000 L）×（1 mg $H_2O$/L）
= 9g $H_2O$（吸着される水分量）

## 静置乾燥で必要となる乾燥剤の量の計算

乾燥が終了すると、気体の残存水分量は乾燥剤と平衡状態になります。目的とする残存水分量に達成するために必要なシリカゲルの負荷量は、掲載のシリカゲルの製品リストから得られます。残存水分量が 1mg $H_2O$/L の場合、シリカゲル 100g は $H_2O$ を 5.2g 負荷します。従って、9g の $H_2O$ を吸収するためには 9/5.2 × 100g ≙ 200g のシリカゲルが必要となります。

**1mg $H_2O$ / L（残存水分量）**
**≙ 5.2（$H_2O$ 負荷）/ 100 g（シリカゲル）**

**9 g（$H_2O$ 吸着）：**
**9/5.2 × 100 g ≒ 200 g（必要となるシリカゲル）**

## 動的乾燥で必要となる乾燥剤の量の計算

この場合はほとんどの乾燥剤がカラム内気流中の 1L あたり 10mg の $H_2O$ と平衡しています。そのため、全乾燥剤が低い残存水分量で平衡している静置乾燥と比べ、シリカゲル 100g あたり $H_2O$ 約 20g のより高い負荷が可能です。たとえ、動的乾燥でシリカゲルの半分が未使用であっても、静置乾燥の 200g と比べて 100g あれば充分です。動的乾燥法では気流が静置乾燥法に比べてはるかに短い時間しか乾燥剤と接触しないため、文献に述べられているような静置乾燥に対する低い残存水分量を完全に達成するとはいえません。極めて低い残存水分量を得るには、より効果のある乾燥剤を充填したカラムを接続して用いる必要があります。密室で気体が乾燥カラム内を循環するならば、たとえ動的乾燥でも、静的乾燥の容量のみは達成することが可能です。

## カラム寸法

乾燥剤を十分に使用するためには、物質移動ゾーン [MTZ] と未使用のカラム長を最小限に保つ必要があります。この場合、幅の狭いカラムがより効果的であることが証明されています。

- **気体の場合、長さと直径の比を 5 以上にすることをお薦めします。シリカゲルビーズ（直径 2 ～ 5mm）あるいは顆粒シリカゲルを充填したカラムは少なくとも 1m の長さが必要です。**
- **液体の場合は、長さ 60cm、直径 2 ～ 3cm のカラムから、長さ 2m、直径 6cm までのカラムをそれぞれお薦めします（詳細は “ 溶媒の乾燥 ”p.7 参照）。カラム容積は必要とする乾燥剤の量をかさ密度で割ることで得られます。例えば、かさ密度 70g/100mL のシリカゲル 100g の容積は 143mL となります。**

## 流速

カラム長と断面積の比率を大きくしないようにします。これは、その結果で生じる高い線流速が MTZ の長さを顕著に増加させるためです。気体の場合は 5 ～ 15m/ 分、液体の場合は 2.5 ～ 30cm/ 分の線流速（カラムの自由断面積を基に得られたもの）をお薦めします。これらの最適値は実験的に決められています。線流速（cm/ 単位時間）により、乾燥体積流量率（体積 / 単位時間）はカラムの断面積の位置に関係なく与えられます。つまり、体積流量率（体積 / 単位時間）は線流速（cm/ 単位時間）に断面積を乗じて得られます。

## カラムの直径の計算

カラムの最小許容断面積は、線流速と与えられた体積流量率（量 / 時間）から計算できます。例：1 時間あたり 3.6L の 2-プロパノールを乾燥します（3600mL/60 分）。この時、線流速が 10cm/ 分であれば、最小断面積は 6$cm^2$ で、対応するカラム直径は約 30mm になります。

## 気体の乾燥

気体の乾燥には動的乾燥法を用います（“動的乾燥 ”p.2 参照）。非常に水分の多い気体は最初に高容量乾燥剤で乾燥する必要があります。例えば、$CaH_2$、$CaSO_4$、$Mg(ClO_4)_2$、モレキュラーシーブ、$H_2SO_4$、シカサイド（Sicacide）あるいはシリカゲルなどです。また、五酸化リン、シカペント（Sicapent）、$CaH_2$、$Mg(ClO_4)_2$、あるいはモレキュラーシーブにより優れた乾燥が行えます。詳細な説明は関連する乾燥剤の章で行います。

# 乾燥剤セレクションガイド

## 水分吸収量が高い溶媒の乾燥

| 溶媒 | 水の吸着 【g $H_2O$ / 100g 溶媒】 | 乾燥剤 | Ca | $CaCl_2$ | $CaH_2$ | CaO | $CuSO_4$ | 蒸留 | $K_2CO_3$ | KOH | Mg | MgO | $MgSO_4$ | モレキュラーシーブ 0.3 | モレキュラーシーブ 0.4 | モレキュラーシーブ 0.5 | Na | $Na_2SO_4$ | $P_2O_5$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| アセチルアセトン | ∞ | | | | | | | | ● | | | | | | ● | | | | |
| アセトニトリル | ∞ | | | ● | | | | | ● | | | | | ● | | | | | ● |
| アセトン | ∞ | | | | | | | | ● | | | | | ● | | | | | |
| tert- アミルアルコール | 14 | | | | | ● | | | | | | | | | | ● | | | |
| イソブタノール | 15 | | ● | | | ● | | | ● | | ● | | | | ● | | | | |
| エタノール | ∞ | | | | | ● | | | | | ● | ● | | ● | | | | | |
| エタノールアミン | ∞ | | | | | | | | | ● | | | | ● | | | | | |
| エチレングリコール | ∞ | | | | | | | ● | | | | | | | ● | | | ● | |
| エチレングリコールジメチルエーテル | ∞ | | | | ● | | | ● | | | | | | | ● | | | | |
| エチレングリコールモノエチルエーテル | ∞ | | | | | | | ● | | | | | | | | | | | |
| エチレングリコールモノブチルエーテル | ∞ | | | | | | | ● | | | | | | | | | | | |
| エチレングリコールモノメチルエーテル | ∞ | | | | | | | ● | | | | | | | | | | | |
| ギ酸エチル | ∞ | | | | | | | | | | | | ● | | ● | | | ● | |
| ギ酸メチル | 24 | | | | | | | | ● | | | | | | ● | | | ● | ● |
| グリセロール | ∞ | | | | | | | ● | | | | | | | | | | | |
| 酢酸 | ∞ | | | | | | ● | | | | | | | | | | | | |
| 酢酸エチル | 9.8 | | | | | | | | ● | | | | | | ● | | | ● | ● |
| 酢酸 2- エトキシエチル | 6.5 | | | | | | | | ● | | | | | | ● | | | ● | ● |
| 酢酸 n- ブチル | 2.9 | | | | | | | | | | | | ● | | ● | | | | |
| 酢酸メチル | 8 | | | | | ● | | | ● | | | | | | ● | | | | |
| シクロヘキサノール | 11 | | | | | ● | | | | | | | | | | ● | | | |
| シクロヘキサノン | 8.7 | | | | | | | | ● | | | | | | | ● | | | |
| N,N- ジエチルホルムアミド | ∞ | | | | ● | | | ● | | | | | | | | ● | | | |
| ジエチレングリコール | ∞ | | | | | | | ● | | | | | | | ● | | | ● | |
| ジエチレングリコールジエチルエーテル | ∞ | | | ● | ● | | | | | | | | | | | ● | ● | | |
| ジエチレングリコールジメチルエーテル | ∞ | | | ● | ● | | | | | | | | | | | ● | ● | | |
| ジエチレングリコールモノエチルエーテル | ∞ | | | ● | ● | | | | | | | | | | | ● | ● | | |
| ジエチレングリコールモノブチルエーテル | ∞ | | | ● | ● | | | | | | | | | | | ● | ● | | |
| ジエチレングリコールモノメチルエーテル | ∞ | | | ● | ● | | | | | | | | | | | ● | ● | | |
| 1,4 ジオキサン | ∞ | | | ● | ● | | | | | | | | | | ● | | ● | | |
| ジメチルスルホキシド | ∞ | | | | ● | | | ● | | | | | | ● | | | | | |
| N,N- ジメチルホルムアミド | ∞ | | | | ● | | | ● | | | | | | | ● | | | | |
| テトラエチレングリコール | ∞ | | | | | | | | | ● | | | | | ● | | | | |
| テトラヒドロフラン | ∞ | | | | ● | | | | | ● | | | | | ● | | | | |
| トリエタノールアミン | ∞ | | | | | | | | | ● | | | | | | ● | | | |
| トリエチレングリコール | ∞ | | | | | | | ● | | | | | | | ● | | | ● | |
| トリエチレングリコールジメチルエーテル | ∞ | | | | | | | ● | | | | | | | | | | | |
| ピリジン | ∞ | | | | | ● | | | | | ● | ● | | ● | | | | | |
| 1- ブタノール | 20 | | | | | | | ● | ● | | | | | | ● | | | | |
| 2- ブタノール | 44 | | | | | | | ● | ● | | | | | | | ● | | | |
| tert- ブタノール | ∞ | | | | | ● | | | | | | | | | | ● | | | |
| 1- プロパノール | ∞ | | | | | ● | | | | | ● | ● | | | ● | | | | |
| 2- プロパノール | ∞ | | | | | ● | | | | | ● | | | ● | | | | | |
| 1,2- プロパンジオール | ∞ | | | | | ● | | | | | ● | ● | | | ● | | | | |
| 1,3- プロパンジオール | ∞ | | | | | ● | | | | | ● | ● | | | ● | | | | |
| 1,1,1,3,3,3- ヘキサフルオロ -2- プロパノール | ∞ | | | | | | | | | | | | | | ● | | | | |
| ホルムアミド | ∞ | | | | | ● | | | | | | | | ● | | | | ● | |
| メタノール | ∞ | | | | | ● | | | | | ● | ● | | ● | | | | | |
| メチルピリジン | ∞ | | | | | | | | | ● | | | | | ● | | | | |
| メチルプロピルケトン | 3.6 | | | | | | | | ● | | | | | | ● | | | | |

## 中程度からより高い水分量を吸収する溶媒

水＋乾燥剤 ↔ 水 / 乾燥剤複合体　（1）
水＋溶媒 ↔ 水 / 溶媒和物　（2）
溶媒＋乾燥剤 ↔ 溶媒 / 乾燥剤複合体　（3）

溶媒で得られる残存水分量は、競合反応（2）および（3）により、空気中の水分より約 1000 倍多くなります。しかし、これは水素化カルシウムのように、乾燥反応中の生成物の一つ（この場合は $H_2$）が脱離するため平衡状態にならない乾燥剤には当てはまりません。一般に、残存水分量が重量の約 $10^{-3}$% あれば十分です。乾燥した溶媒を大気下で容器詰めする場合、さらに乾燥する必要は特にありません。たとえすばやく注いだとしても、$H_2O$ 量は $1 \cdot 10^{-3}$ から $2\text{-}4 \cdot 10^{-3}$% 増加するだけです。グリースを塗らないすりガラスジョイントやデシケータ内は、さらなる水汚染源となります。それは、相当量の水蒸気を溶媒中に拡散する可能性があるからです。適切な乾燥剤を以下の表に記します。化学試薬を用いる従来の乾燥法は実験有機化学の教科書に詳細に説明されているため、ここではモレキュラーシーブ（MS）による水混和性溶媒の動的乾燥のみを取り扱います。モレキュラーシーブを使用した場合、以下の値が得られます。

- **残存水分量：溶媒中 0.001 ～ 0.005%　　重量 $H_2O$**
- **乾燥容量：最大で約 0.001% の残存水分量が必要な場合、モレキュラーシーブの負荷は以下を超えないようにします。**

| | |
|---|---|
| ジエチルエーテル | 14g $H_2O$ / 100g MS |
| 酢酸エチル | 6g $H_2O$ / 100g MS |
| ジオキサン | 4g $H_2O$ / 100g MS |
| ピリジン | 2g $H_2O$ / 100g MS |

負荷量は溶媒の反応式（2）に従います。

## 乾燥される溶媒の量

容易に水と混和する溶媒の乾燥量は、たいていは未知である溶媒の初期水分量に依存するため、正確には求められません。しかし、溶媒の $H_2O$ 含有量が予備的な静置乾燥（例：1L の溶媒に対し 100g のモレキュラーシーブ）で極めて低いレベルに減少している場合、引き続き動的乾燥法を用いて 10L の溶媒を 200g のモレキュラーシーブで乾燥し、$H_2O$ 含有量 0.001 ～ 0.002% を得ることができます。吸湿性の高いアルコールであるメタノール、エタノールおよび 2- プロパノールの 10L を、残存水分量 0.002% に乾燥するためには、0.3nm のモレキュラーシーブが約 2kg 必要となります。カラム寸法は直径 50mm、長さ 2m のものを用います。いくつかの水飽和溶媒で達成し得る乾燥効果を下記の表にまとめます。

### モレキュラーシーブによる溶媒の動的乾燥

25 × 600mm（250g モレキュラーシーブ）、
あるいは 50 × 2,000mm（2kg モレキュラーシーブ）のカラムを使用

| 溶媒 | 初期水分量 (% /g) | 残留水分量 (% /g) | 乾燥した溶媒量 (L) | 型 (nm) |
|---|---|---|---|---|
| アセトニトリル | 0.05-0.2 | 0.003 | 3 ～ 4 | 0.3 |
| エタノール | 0.04 | 0.003 | 10 | 0.3 |
| キシレン | 0.045 | 0.002 | >10 | 0.4 |
| クロロホルム | 0.09 | 0.002 | >10 | 0.4 |
| 酢酸エチル | 0.015-0.2 | 0.004 | 8 ～ 10 | 0.4 |
| 四塩化炭素 | 0.01 | 0.002 | >10 | 0.4 |
| シクロヘキサン | 0.009 | 0.002 | >10 | 0.4 |
| ジイソプロピルエーテル | 0.03 | 0.003 | 10 | 0.4 |
| ジエチルエーテル | 0.12 | 0.001 | 10 | 0.4 |
| 1,4- ジオキサン | 0.08-0.3 | 0.002 | 3 ～ 10 | 0.5 |
| ジクロロメタン | 0.17 | 0.002 | >10 | 0.4 |
| ジメチルホルムアミド | 0.06-0.3 | 0.006 | 4 ～ 5 | 0.4 |
| テトラヒドロフラン | 0.04-0.2 | 0.002 | 7 ～ 10 | 0.5 |
| トルエン | 0.05 | 0.003 | >10 | 0.4 |
| ピリジン | 0.03-0.3 | 0.004 | 2 ～ 10 | 0.4 |
| 2- プロパノール | 0.07 | 0.006 | 7 | 0.3 |
| ベンゼン | 0.07 | 0.003 | >10 | 0.4 |
| メタノール | 0.04 | 0.005 | 10 | 0.3 |

## 流速

水混和性溶媒に対する線流速は 10cm/ 分未満になるようにします。これは以下の最大流速に相当します：

直径 25 mm のカラムに対し 50 mL/ 分
直径 30 mm のカラムに対し 70 mL/ 分
直径 50 mm のカラムに対し 200 mL/ 分

## 実験手順

乾燥する溶媒がモレキュラーシーブに吸着するかどうかの確認は、水を加えることによっておこないます。具体的には、試験管に 10 ～ 20 個のモレキュラーシーブのビーズを数 mL の溶媒とともに入れます。温度がかなり上昇する場合は（ある場合は溶媒が沸騰する）、式（3）に従う共吸着を起こしている事を示します。この場合、共吸着が起こらない小さい細孔径のモレキュラーシーブを使用するか、線流速を最大 2.5cm/ 分に下げるかします。共吸着がこれ以上生じない細孔径を表に示します。始めに溶媒をカラムにゆっくり加え、15 ～ 30 分間でカラム内全体を湿らせます。通常、最初の溶出分画は水分量が高くなります。これは、廃棄するかカラムに再度加えます。新しいモレキュラーシーブを使用すると、最初の分画は多少のパーティクルを含み、濁ることがあります。この場合は得られた分画を濾過するか廃棄する必要があります。水分指示薬入りのモレキュラーシーブは 12g$H_2O$/100g MS を負荷した時点で変色します。このため、極めて高い残存水分量が許容されるならば、水と容易に混合し得る溶媒の乾燥にのみ使用できます。極性溶媒も指示薬を溶出することがあります。例えば、青色の無水硫酸銅（II）の層をカラムの底に詰めることができますが、これは、水の先端が現れると暗青色に変色します。硫酸銅はピリジンおよびジメチルスルホキシド等の溶媒に対して適切な指示薬ではありません。カラムが飽和する前に水分を含んだ分画がすぐに収集ビンに入るのを防止するため、乾燥剤の約 10% を指示薬の下に詰めておくことをお薦めします。

# 水分吸収量が低い溶媒の乾燥

| 溶媒 | 乾燥剤 | $CaCl_2$ | $CaH_2$ | CaO | 蒸留 | $K_2CO_3$ | KOH | $LiAlH_4$ | モレキュラーシーブ 0.4 | モレキュラーシーブ 0.5 | Na | $Na_2SO_4$ | $P_2O_5$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| アニソール | | ● | ● | | ● | | | | | ● | ● | | |
| アニリン | | | | | | | ● | | | ● | | | |
| n- アミルアルコール | | | | | | | | | ● | | | | |
| イソアミルアルコール | | | | ● | | ● | | | | ● | | | |
| イソオクタン | | | ● | | | | | ● | | ● | ● | | |
| イソプチルメチルケトン | | ● | | | | ● | | | | ● | | | |
| エチルメチルケトン | | | | | | ● | | | ● | | | | |
| キシレン | | ● | ● | | ● | | | | ● | | ● | | |
| クロロベンゼン | | ● | | | ● | | | | | ● | | | |
| クロロホルム | | ● | | | | | | | ● | | | | ● |
| 酢酸 n- アミル | | | | | | ● | | | | ● | | | |
| 四塩化炭素 | | ● | | | ● | | | | ● | | | | ● |
| シクロヘキサン | | | ● | | | | | ● | | ● | ● | | |
| シクロペンタン | | | ● | | | | | ● | | ● | ● | | |
| ジイソアミルエーテル | | | ● | | | | | ● | ● | | ● | | |
| ジイソプロピルエーテル | | ● | ● | | | | | | ● | | ● | | |
| ジエチルエーテル | | ● | ● | | | | | ● | ● | | ● | | |
| ジエチルケトン | | | | | | ● | | | ● | | | | |
| ジエチレングリコールジブチルエーテル | | ● | ● | | | | | | ● | | ● | | |
| ジクロロエタン | | ● | | | ● | | | | | ● | | | |
| 1,2- ジクロロベンゼン | | ● | | | ● | | | | | ● | | | |
| ジクロロメタン | | ● | | | | | | | ● | | | | |
| ジプロピルエーテル | | | ● | | | | | ● | ● | | ● | | |
| 石油エーテル、石油、石油ベンゼン | | ● | | | | | ● | ● | | ● | | | |
| テトラクロロエチレン | | | | | ● | ● | | | | ● | | ● | |
| n- デカン | | | ● | | | | | ● | ● | | | | |
| 1,1,1- トリクロロエタン | | ● | | | ● | | | | | ● | | | |
| トリクロロエチレン | | | | | ● | ● | | | | ● | | ● | |
| 1,1,2- トリクロロトリフルオロエタン | | | ● | | | | | | ● | | | | |
| トルエン | | ● | ● | | ● | | | | ● | | ● | | |
| ニトロプロパン | | ● | | | ● | | | | | ● | | | ● |
| ニトロベンゼン | | ● | | | ● | | | | | ● | | | ● |
| 二硫化炭素 | | ● | | | | | | | | | | | ● |
| tert- ブチルメチルエーテル | | | ● | | | | | ● | | ● | ● | | |
| ブロモベンゼン | | ● | | | ● | | | | | ● | | | |
| ブロモホルム | | ● | | | | | | | | ● | | | ● |
| n- ヘキサン | | | ● | | | | | ● | ● | | ● | | |
| n- ヘプタン | | | ● | | | | | ● | ● | | ● | | |
| ベンジルアルコール | | | | | ● | | | | | ● | | | |
| ベンゼン | | ● | ● | | ● | | | | | ● | ● | | |
| n- ペンタン | | | ● | | | | | ● | ● | | ● | | |

## 溶媒の乾燥

水の吸収量が低い溶媒は一般に静置方法で乾燥します（p.2“ 静置乾燥 ” 参照）。溶媒をリザーバーに入れ、適切な乾燥剤（例えば溶媒 1L あたり 100 ～ 200g のモレキュラーシーブ（MS））が接触するよう時々振とうしながら数日間静置します。特別に乾燥したセッコソルブ溶媒は多くのアプリケーションに適します。ご注文は溶媒用のカタログをご請求ください。モレキュラーシーブ（MS）で得られる残存水分量は、溶媒 1L あたり 1ppm $H_2O$ = $H_2O$ 1mg ～ 0.05mmol に相当する重量の $10^{-4}$% 以下となります。250g のモレキュラーシーブ（MS）は 10L 以上の疎水性溶媒を乾燥し、14 ～ 18% の $H_2O$ を吸収します。テキスト中に書かれている動的乾燥も用いることができます。疎水性溶媒を酸化アルミニウム、シリカゲルあるいはモレキュラーシーブで動的に乾燥する場合、線流速は 30cm/ 分までとします。この方法で、6L/ 時間までの量を、直径 2.5cm、断面積 5$cm^2$ のカラムに通過させる事ができます。この場合、約 200g のモレキュラーシーブを充填した直径 2.5cm、長さ 60cm のカラムが適切であることが知られています。

# 各種乾燥剤リスト

## カルシウム【Ca】

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| カルシウム（顆粒状）粒径 約 2 ～ 6 mm | 100 g | 1.02053.0100 |
| | 500 g | 1.02053.0500 |

**乾燥対象：**アルコール

**用途：**乾燥過程中、不溶性の金属水酸化物、次いでアルコール可溶の金属アルコラートが生成します。そのため、乾燥後にアルコールを蒸留する必要があります。

## 塩化カルシウム【$CaCl_2$】

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| 塩化カルシウム（無水），粉末状，Reag Ph Eur | 500 g | 1.02378.0500 |
| | 2.5 kg | 1.02378.2500 |
| 塩化カルシウム（無水），約 1 ～ 2 mm，顆粒状 | 1 kg | 1.02379.1000 |
| | 5 kg | 1.02379.5000 |
| 塩化カルシウム（無水），約 2 ～ 6 mm，顆粒状 | 1 kg | 1.02391.1000 |
| | 5 kg | 1.02391.5000 |
| | 25 kg | 1.02391.9025 |
| 塩化カルシウム（無水），約 6 ～ 14 mm，顆粒状 | 1 kg | 1.02392.1000 |
| | 5 kg | 1.02392.5000 |
| | 25 kg | 1.02392.9025 |

**乾燥対象：**アセトン、エーテル、多くのエステル、脂肪族、オレフィン、芳香族およびハロゲン化炭化水素、天燃ガス

**不適当：**アルコール、アンモニア、アミン、アルデヒド、フェノール、一部のエステルおよびケトン。これらの化合物は全て $CaCl_2$ と結合します。

**用途：**液体乾燥用、乾燥チューブ充填用。水を取り込んで潮解し、細孔拡散を妨害するため、流速の速い気体の乾燥には不適。

**空気中の残存水分量:**$H_2O$ 含量 16% まで 0.14mg $H_2O$/L。$H_2O$ 含量 32% まで 0.7mg $H_2O$/L。$H_2O$ 含量 65% まで 1.4mg $H_2O$/L

**容量：**98%

**再生：**乾燥オーブン中で 250℃

## 水素化カルシウム【$CaH_2$】

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| 水素化カルシウム | 100 g | 8.02100.0100 |
| | 500 g | 8.02100.0500 |

**乾燥対象：**気体、有機溶媒、ケトンおよびエステル

**不適当：**活性水素を含む化合物、アンモニア、アルコール。注意：これらは水と爆発的に反応します。

**用途：**水素化カルシウムは極めて効果的な乾燥剤ですが、水と激しく反応します。そのため、乾燥する物質は水分量が低いものを用います。水と反応中、次式に従って水素を生成します（常にドラフト内で作業してください）。
$CaH_2 + H_2O \rightarrow 2H_2 + CaO$

多くの微細な粉末を生成し、乾燥塔を詰まらせることがあります。$CaH_2$ はその表面積が大きいため、ナトリウムより乾燥剤として優れています。生成した CaO は $CaH_2$ 表面に付着せず、さらに乾燥剤として作用します。
$CaO + H_2O \rightarrow Ca(OH)_2$

**短所：**$CaH_2$ は Na と比べて活性と反応性が高いため、正しく保存しないと不安定になります。そのため、一度開封した容器は、デシケーター中に保管してください。

**空気中残存水分：**< 0.00001mg $H_2O$/L

## 硫酸カルシウム【$CaSO_4$】

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| 硫酸カルシウム（無水），顆粒状 1 ～ 5 mm | 1 kg | 1.01987.1000 |

**乾燥対象：**ほとんど全ての液体および気体

**用途：**硫酸カルシウムは、低濃度の硫酸カルシウムに吸着されない有機化合物を含有する気体の乾燥に適しています。80℃以上ではほとんど乾燥効果がありません。

**空気中残存水分量：**6.6% の水分含量までは 0.004mg $H_2O$/L、それより高い水分含量では 0.07mg $H_2O$/L

**乾燥容量：**18%

**再生：**乾燥オーブン中で 190 ～ 230℃。300℃以上の温度では、硫酸カルシウムは加熱し過ぎとなり、乾燥効果がなくなります。

## 酸化カルシウム【CaO】

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| 酸化カルシウム（小塊状），約 3 ～ 20 mm<br>大理石由来 | 1 kg | 1.02109.1000 |
| | 25 kg | 1.02109.9025 |

**乾燥対象：**天然ガス、塩基性気体、アミン、アルコールおよびエーテル

**不適当：**酸、酸誘導体、アルデヒド、ケトン、エステル

**空気中残存水分量：**0.003mg $H_2O$/L

**再生：**特に $CO_2$ の存在でやや不透性の層で覆われるため、限界があります。

# 各種乾燥剤リスト

## 硫酸銅【$CuSO_4$】

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| 硫酸銅（II）（無水）分析用 EMSURE® | 250 g | 1.02791.0250 |
| | 1 kg | 1.02791.1000 |

**乾燥対象：**低級脂肪酸、アルコール、エステル

**不適当：**アミン、ニトリル、アンモニア

**空気中残存水分量：**1.4mg $H_2O$/L

**再生：**真空中 50℃以上

**利点:**指示薬として使用できます。無色の無水硫酸銅（II）が水を取り込んで青色の硫酸銅（II）・五水和物になります。

## 乾燥剤小袋【$SiO_2$】

| 製品名 | サイズ | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|---|
| 乾燥剤（分包タイプ）<br>3 g 指示薬付きシリカゲル（オレンジゲル） | 分包サイズ<br>4 × 7 cm | 100 袋 | 1.03803.0001 |
| | | 1000 袋 | 1.03803.0002 |
| 乾燥剤（分包タイプ）<br>10 g 指示薬付きシリカゲル（オレンジゲル） | 分包サイズ<br>7 × 9 cm | 50 袋 | 1.03804.0001 |
| 乾燥剤（分包タイプ）<br>100 g 指示薬付きシリカゲル（オレンジゲル） | 分包サイズ<br>15 × 14 cm | 10 袋 | 1.03805.0001 |
| 乾燥剤（分包タイプ）<br>250 g 指示薬付きシリカゲル（オレンジゲル） | 分包サイズ<br>15 × 20.5 cm | 10 袋 | 1.03806.0001 |

**乾燥対象：**湿気

**用途：**シリカゲルの入った小袋は、高価でデリケートな製品を湿気から保護します。精密機器部品や器具とともに梱包すると、それらが、保管中や輸送中に腐食するのを防ぎます。さらに、精密光学機器、電気・電子器具や機器の機能を保持し、医薬品、パンや農作物が腐敗するのを防ぎます。

**乾燥容量：**シリカゲルは水分に対して高い吸着容量があります。25℃、80% の相対湿度でそれ自身の重さの 20% を吸着します。

**オレンジゲルの色変化：**シリカゲル 100g で約 7 ～ 10g H2O を吸着した場合、オレンジから無色に変色します。

**再生：**シリカゲル（オレンジゲル）は乾燥オーブン中で 130 ～ 140℃であるが、分包タイプは袋が溶けてしまうため 80℃まで。

## 水素化リチウムアルミニウム【$Li(ALH_4)$】

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| 水素化リチウムアルミニウム（粉末） | 25 g | 8.18875.0025 |
| 水素化リチウムアルミニウム（錠剤） | 25 g | 8.18877.0025 |

**乾燥対象：**炭化水素、エーテル

**不適当：**酸、酸誘導体（塩化物、無水物、アミド、ニトリル）、芳香族ニトロ化合物

**用途：**$Li(ALH_4)$ は水と激しく、時には爆発的に反応して水素を発生します。したがって乾燥する溶媒は初期水分量がかなり低いものを用います。

## 酸化マグネシウム【MgO】

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| 酸化マグネシウム 分析用 EMSURE® | 100 g | 1.05865.0100 |
| | 500 g | 1.05865.0500 |

**乾燥対象：**アルコール、炭化水素、塩基性液体

**不適当：**酸性化合物

**空気中残存水分量：**0.008mg $H_2O$/L

**再生：**800℃

## 過塩素酸マグネシウム【$Mg(ClO_4)_2$】

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| 過塩素酸マグネシウム水和物 乾燥剤 1 ～ 4 mm【about 83% $Mg(ClO_4)_2$】 | 500 g | 1.05873.0500 |

**乾燥対象：**不活性ガス、空気、水と同程度の強さでアンモニアを吸着。

**不適当：**過塩素酸マグネシウムを溶解する多くの溶媒（例：アセトン、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、エタノール、メタノール、ピリジン、有機化合物）。

**用途：**乾燥塔内で流速の速い気体の乾燥用。水の負荷が増すほど過塩素酸マグネシウムの充填が緩くなります。$Mg(ClO_4)_2$ は壁に付着しないため、容易に除去できます。

**空気中残存水分量：**$H_2O$ 含量 10% までは 0.0005mg $H_2O$/L、$H_2O$ 含量 32% までは 0.002mg $H_2O$/L

**乾燥容量：**48%（結晶水 6 モルに相当）。

**安全上の注意：**特に酸、または加水分解して酸を生成する化合物の存在において、還元性雰囲気に接触すると爆発の恐れがあります。$Mg(ClO_4)_2$ は無機材質の容器中でのみ加熱可能です。

**再生：**真空中 240℃

## 硫酸マグネシウム【$MgSO_4$】

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| 硫酸マグネシウム（無水）分析用 EMSURE® | 1 kg | 1.06067.1000 |
| | 25 kg | 1.06067.9025 |

**乾燥対象：**酸、酸誘導体、アルデヒド、エステル、ニトリルおよびケトンを含むほとんど全ての化合物

**空気中残存水分量：**1.0mg $H_2O$/L

**再生：**乾燥オーブン中で 200℃。

# 各種乾燥剤リスト

## モレキュラーシーブ

モレキュラーシーブはあらゆる気体および液体の乾燥に最適です。無水溶媒の乾燥を維持するためのデシケーターや乾燥管において、あるいは気体および液体を通して乾燥させるカラム充填用、または選択的吸着用（例えばクロロホルム由来のホスゲン）に使用できます。

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| 吸収管 $H_2O$ 用<br>（モレキュラーシーブ 0.3 nm 指示薬付き）<br>長さ 15 cm、直径 2 cm、約 30g | 3 本 | 1.06107.0003 |
| モレキュラーシーブ 0.3 nm 粉末 | 250 g | 1.05706.0250 |
| モレキュラーシーブ 0.3 nm<br>ビーズ状 約 2 mm | 250 g | 1.05704.0250 |
| | 1 kg | 1.05704.1000 |
| | 10 kg | 1.05704.9010 |
| モレキュラーシーブ 0.3 nm<br>ビーズ状 約 2 mm 指示薬付き | 250 g | 1.05734.0250 |
| | 1 kg | 1.05734.1000 |
| モレキュラーシーブ 0.3 nm<br>ペレット状 約 3.2 mm (1/8″) | 1 kg | 1.05740.1000 |
| モレキュラーシーブ 0.3 nm<br>ペレット状 約 1.6 mm (1/16″) | 250 g | 1.05741.0250 |
| | 1 kg | 1.05741.1000 |
| | 10 kg | 1.05741.9010 |
| モレキュラーシーブ 0.4 nm<br>ビーズ状 約 2 mm Reag,Ph.Eur | 250 g | 1.05708.0250 |
| | 1 kg | 1.05708.1000 |
| | 10 kg | 1.05708.9010 |
| モレキュラーシーブ 0.4 nm<br>ビーズ状 約 2 mm 指示薬付き | 250 g | 1.05739.0250 |
| | 1 kg | 1.05739.1000 |
| モレキュラーシーブ 0.4 nm<br>ペレット状 約 1.6 mm (1/16″) | 1 kg | 1.05743.1000 |
| モレキュラーシーブ 0.5 nm<br>ビーズ状 約 2 mm | 250 g | 1.05705.0250 |
| | 1 kg | 1.05705.1000 |
| モレキュラーシーブ 0.5 nm<br>ペレット状 約 3.2 mm (1/8″) | 1 kg | 1.05752.1000 |
| モレキュラーシーブ 0.5 nm<br>ペレット状 約 1.6 mm (1/16″) | 250 g | 1.05753.0250 |
| | 1 kg | 1.05753.1000 |
| モレキュラーシーブ 1.0 nm<br>ビーズ状 約 2 mm | 1 kg | 1.05703.1000 |
| | 10 kg | 1.05703.9010 |

## モレキュラーシーブの利点

- **使用が簡単、実際には化学的に不活性、無毒性、廃棄の問題なし、乾燥された溶媒は移しかえるだけで使用できます。**
- **乾燥する物質の水分量が非常に低くても高い吸着容量があります。**
- **高温でも高い吸着容量があります。**
- **極性および不飽和有機分子に対する高い吸着親和性があります。$H_2O$ は常に優先的に吸着されます。**
- **選択的吸着。細孔を通過できる分子のみ吸着されます。**

## 温度

モレキュラーシーブは、酸化アルミニウムおよびシリカゲルが水を放出する温度でも、その容量を維持しながら水を吸着します。容量は 0 ～ 150℃の間で 23% から 7% へ徐々に低下し、残存水分量が 10mg $H_2O$/L となります。

## 空気中残存水分量

最小値は 25℃で 0.0001mg $H_2O$/L 以下です。モレキュラーシーブの水負荷量が低いほど、乾燥効果はより強くなります。

| モレキュラーシーブ 0.4nm の 100g あたりの $H_2O$ 負荷量 (g) | 残存水分量 (mg$H_2O$/L) |
|---|---|
| 1 | 0.0001 |
| 3 | 0.001 |
| 6 | 0.01 |
| 15 | 0.1 |
| 20 | 0.5 |

開封前のモレキュラーシーブは約 1 ～ 2% の水を含みますが、通常の乾燥過程に干渉しません。より厳密さが要求される場合は、“ 再生 ” に述べられている方法に従って活性化する必要があります。

## 乾燥容量

25℃で 15 ～ 24%。低残存水分量を得るために、乾燥容量は部分的にのみ利用できます。上記表を参照してください。残存水分量 0.01mg $H_2O$/L が必要な場合、負荷は 6g $H_2O$/100g モレキュラーシーブを超えないようにします。

乾燥容量は細孔径で増加します：

| 細孔径 | 乾燥容量 |
|---|---|
| 0.3nm | 19% |
| 0.4 及び 0.5nm | 21% |
| 1nm | 24% |
| 指示薬付き 0.4nm | 18% |

## 指示薬

取り込んだ $H_2O$ 量が 7 ～ 10g/100g モレキュラーシーブの場合、指示薬（茶色のゲル）が茶色から黄色に変化します。

## 再生

必要があればいつでも実施できます。最高再生温度は 450℃です。250℃の乾燥オーブン中でモレキュラーシーブは水分量 2 ～ 3g/100g に乾燥することができます。真空オイルポンプ（$10^{-1}$ ～ $10^{-3}$ ミリバール）を用いて 300 ～ 350℃で残留水分を除去することができます。その場合、通常、二酸化炭素冷却剤等の冷トラップを接続する必要があります。水流ポンプはその水蒸気分圧が高いため、総じてこの目的には使用できません。安全上の理由から、溶媒を乾燥するために使用したモレキュラーシーブは、再生する前に水に混和して、出来る限り溶媒を除去します。指示薬付きモレキュラーシーブは 150℃以上で加熱しないでください。

## 化学的及び物理的性質

モレキュラーシーブは結晶性の合成ゼオライトです。その結晶格子は多数の空洞のある籠状構造です。空洞は規則正しく定義されたディメンションをもつ細孔が全面にあります。モレキュラーシーブの種類により、細孔には 0.3、0.4、0.5 あるいは 1.0nm があります。空洞中の水が加熱で除去されると、極めて活性な吸着剤になります。しかし、細孔を通過できる分子のみが吸着されます（篩効果）。

| 細孔直径 (nm) | タイプ | 組成 | 構造 |
|---|---|---|---|
| 0.3 | 3A | カリウムナトリウム アルミニウムシリケート | ゼオライト |
| 0.4 | 4A | ナトリウムアルミニウム シリケート | ゼオライト |
| 0.5 | 5A | ナトリウムカルシウム アルミニウムシリケート | ゼオライト |
| 1.0 | 13A/X | ナトリウムアルミニウム シリケート | ゼオライト |

モレキュラーシーブ結晶は水熱プロセスで調製され、結合剤に 1 ～ 2% の粘土を用いてペレット状やビーズ状に成形されます。輸送中に生じる振動により粉塵が生じますが、これは動的乾燥中の第 1 分画に集まります。

| | |
|---|---|
| かさ密度 | 0.75kg/L |
| 表面積（BET） | 800 $m^2$/g |
| 形状 | 粉末、ビーズ状（～ 2mm）、ペレット状（～ 1.6mm、3.2mm） |
| タイプ別有効細孔 | 0.3、0.4、0.5 または 1.0nm |
| 空洞容積 | 0.3$cm^2$/g |
| 比熱 | >0.8 KJ/kg |
| 吸着熱 / 吸着水 kg | 4,200KJ |

# 各種乾燥剤リスト

## 五酸化二リン

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| 五酸化二リン extra pure | 1 kg | 1.00540.1000 |
| | 25 kg | 1.00540.9025 |
| 五酸化二リン分析用 ACS,ISO,Reag,Ph Eur | 100 g | 1.00570.0100 |
| | 500 g | 1.00570.0500 |

**乾燥対象：**中性および酸性気体、飽和脂肪族および芳香族炭化水素、ニトリル、ハロゲン化アルキルおよびアリール、二硫化炭素

**不適当：**アルコール、アミン、酸、ケトン、エーテル、塩化水素、フッ化水素

**空気中残存水分量：**シカペントで 25% までの水の吸着 0.00002mg $H_2O$/L、$P_2O_5$ モルあたり 2mol $H_2O$ に相当。

**乾燥容量：**$P_2O_5$：40%、Sicapent：33%

**適用：**水を取り込むと $P_2O_5$ はポリメタリン酸の層で覆われ、水分子の拡散を妨害します。シカペントを使用すると、この問題が避けられます。シカペントでは、$P_2O_5$ から生成したポリメタリン酸および水は支持体によって直ちに吸収されます。その結果、乾燥剤は凝集せず、良好な顆粒状が維持されます。

## シカペント（Sicapent）指示薬付き（デシケーター用五酸化二リン乾燥剤）不活性担体使用

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| シカペント（Sicapent）指示薬付き | 500 mL | 1.00543.0500 |
| | 2.8 L | 1.00543.2800 |

**成分：**25%不活性無機担体及び 75%五酸化リン

**流動性：**100% 水分を吸収した場合でも流動可

**担体の粒子径：**0.1-1.6mm

**指示薬の量：**0.10%

**かさ密度：**約 300g/L

**水分量 / 指示薬の色：**

| $H_2O$ 量【%】 | 指示薬の色 |
|---|---|
| 0 | 無色 |
| 20 | 緑 |
| 27 | 青緑 |
| 33 | 青 |

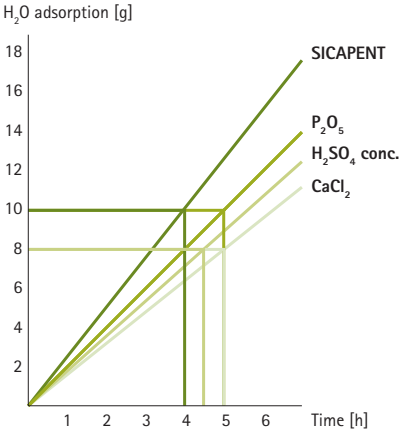
**適用：**顆粒状の乾燥剤を使用する主な利点は、取り扱いが非常に容易な点です。相当量の水（自重の約 100 %）を取り込んだ後でも、粒子形状が維持されます。そのため、乾燥終了後、乾燥剤を容器から容易に取り出すことができます。シカペントはその表面積が大きいため、単純な五酸化リンより 20 % 速く乾燥します。言い換えると、同じ時間で 20 % 多い水を吸着します。

**用途:**液体の乾燥、乾燥管の充填用。乾燥強度が高く、顆粒状であるため、流速の速い気体の乾燥に特に適しています。

**安全上の注意：**開封時、乾燥剤の微小な粒子が吹き出すことがあります。ラベルの注意書きをよくお読みください。また、安全ゴーグルを着用して、慎重に容器を開封してください。

### 乾燥剤の水取り込み速度

実験：100g の Sicapent、または他の乾燥剤それぞれ 75g を真空デシケーター内の水の入った皿の横に置きました。乾燥剤の重量増加を 1 時間置きに測定し、その結果を図に示します。



## 炭酸カリウム【$K_2CO_3$】

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| 炭酸カリウム分析用 EMSURE® ACS,ISO,Reag.Ph.Eur | 500 g | 1.04928.0500 |
| | 1 kg | 1.04928.1000 |
| | 50 kg | 1.04928.9050 |

**乾燥対象：**アンモニア、アミン、アセトン、ニトリル、塩素化炭化水素

**不適当：**酸、塩基性状態でない水と反応し易い物質

**用途：**液体乾燥用

**再生：**160℃。100℃以上で微細な粉末になります。

## 水酸化カリウム【KOH】

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| 水酸化カリウム（粒状）分析用 EMSURE® | 500 g | 1.05033.0500 |
| | 1 kg | 1.05033.1000 |
| | 5 kg | 1.05033.5000 |
| | 25 kg | 1.05033.9025 |

**乾燥対象：**塩基性液体（例：アミン、不活性および塩基性気体）

**不適当：**酸、酸誘導体（塩化物、無水物、アミド、ニトリル）

**用途：**液体乾燥用。潮解により細孔拡散が妨害されるため、流速の速い気体の乾燥には不適当です。水以外に酸性気体を吸着させたい場合の気体乾燥に使用できます。

**空気中残存水分量：**0.002mg $H_2O$/L

## 水酸化ナトリウム【NaOH】

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| 水酸化ナトリウム 粒状 分析用 EMSURE® ISO | 500 g | 1.06498.0500 |
| | 1 kg | 1.06498.1000 |
| | 5 kg | 1.06498.5000 |
| | 25 kg | 1.06498.9025 |
| | 50 kg | 1.06498.9050 |

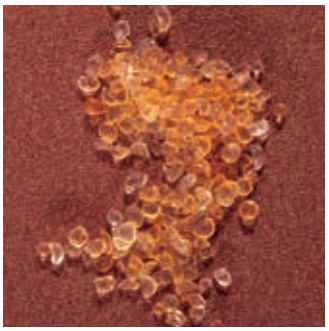
**乾燥対象：**塩基性液体（例：アミン、不活性および塩基性気体）

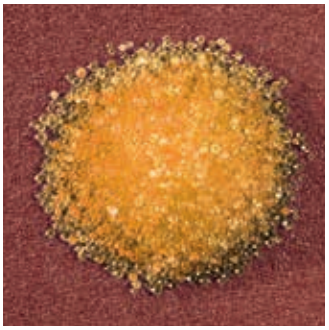
**不適当：**酸、酸誘導体（塩化物、無水物、アミド、ニトリル）

**用途：**液体乾燥用。細孔拡散が潮解で妨害されるため、流速の速い気体の乾燥には不適。水の他に酸性気体を吸着したい場合に使用できます。

**空気中残存水分量：**0.002mg $H_2O$/L

# 各種乾燥剤リスト





## シリカゲル【$SiO_2$】

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| シリカゲル 顆粒状 約 0.2 ～ 1 mm | 1 kg | 1.01905.1000 |
| シリカゲル 顆粒状 約 2 ～ 5 mm | 1 kg | 1.01907.1000 |
| | 5 kg | 1.01907.5000 |
| シリカゲルビーズ 乾燥剤 2 ～ 5 mm | 1 kg | 1.07735.1000 |
| | 25 kg | 1.07735.9020 |
| シリカゲル指示薬付き オレンジゲル 乾燥剤 約 1 ～ 3 mm | 1 kg | 1.01969.1000 |
| | 5 kg | 1.01969.5000 |
| | 25 kg | 1.01969.9025 |
| シリカゲル指示薬付き ブラウンゲル 乾燥剤 1 ～ 4 mm | 1 kg | 1.01792.1000 |
| | 5 kg | 1.01792.5000 |
| | 25 kg | 1.01792.9025 |

**乾燥対象：**ほとんどすべての気体および液体

**不適当：**アルカリ性液体（塩基およびアミン）。有機ゲル（強酸および塩基性気体、有機溶媒）。

**用途：**デシケーター中、輸送および保管中における水分に敏感な物質の保護、無水溶媒の乾燥維持、気体あるいは液体用乾燥塔の充填。

**適用温度：**65℃まで乾燥容量は実質的に温度の影響を受けない。高温で乾燥強度は著しく減少する。

**ホワイトゲルの利点：**ほぼ化学的に不活性、無毒性、廃棄の問題なし、取り扱いが容易。

**空気中残存水分量：**最小値 0.02mg $H_2O$/L、露点 -55℃に相当。シリカゲルの水負荷が低いほど乾燥効果が強く、シリカゲル上の残存水分量が低くなります。

| 負荷（$gH_2O$/100g）： | 残存水分量（$mgH_2O$/L）： |
|---|---|
| 1 | 0.003 |
| 1.5 | 0.1 |
| 3.2 | 0.5 |
| 5.2 | 1 |
| 14 | 5 |
| 23 | 10 |
| 30 | 13 |

**乾燥容量：**25℃で 20 ～ 27%（上記の表参照）。残存水分量 1mg/L が必要な場合、負荷が 5.2g $H_2O$/100g シリカゲルを超えないようにします。

**オレンジゲルの指示薬：**約 7 ～ 10g $H_2O$/100g シリカゲルの吸着の場合、指示薬はオレンジから無色に変色します。

**ブラウンゲルの指示薬：**約 7 ～ 10g $H_2O$/100g シリカゲルの吸着の場合、指示薬は茶色から黄色に変色します。

**再生：**

| | |
|---|---|
| ホワイトゲル | 約 100 ～ 180℃ / 約 3 時間 |
| オレンジゲル | 約 130 ～ 140℃ / 約 3 時間 |
| ブラウンゲル | 約 120 ～ 150℃ / 約 3 時間 |

※ 500℃以上では乾燥能力がなくなります。

**標準的な化学的、物理的データ：**

| | |
|---|---|
| 組成：98%$SiO_2$、残り $Al_2O_3$、$TiO_2$、$Fe_2O_3$ | 粒子径：0.2 ～ 1mm、1 ～ 3mm、2 ～ 5mm |
| オレンジゲル中の指示薬：鉄塩 | 細孔径：2 ～ 2.5nm |
| ブラウンゲル中の指示薬：鉄塩 | 比熱：約 1KJ/Kg℃ |
| かさ密度：約 0.7Kg/L | 吸着水 kg あたりの吸着熱：3200KJ |
| 表面積（BET）：700$m^2$/g | |

## 硫酸ナトリウム【$Na_2SO_4$】

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| 硫酸ナトリウム（無水）粗粒状<br>分析用 0.62–3.00mm EMSURE® ACS | 500 g | 1.06637.0500 |
| | 1 kg | 1.06637.1000 |
| | 25 kg | 1.06637.9025 |
| 硫酸ナトリウム（無水）粗粒状<br>有機精密分析用 EMSURE® | 500 g | 1.06639.0500 |
| 硫酸ナトリウム（無水）<br>分析用 EMSURE® ACS,ISO,Reag.Ph Eur： | 500 g | 1.06649.0500 |
| | 1 kg | 1.06649.1000 |
| | 5 kg | 1.06649.5000 |
| | 25 kg | 1.06649.9025 |

**乾燥対象：**脂肪酸、アルデヒド、ケトンハロゲン化アルキル及びアリールを含むほぼ全ての化合物

**用途：**液体乾燥用、中程度の効果

**再生：**乾燥オーブン中 150℃

## 硫酸【$H_2SO_4$】およびシカサイド（SICACIDE）

| 製品名 | 包装単位 | カタログ番号 |
|---|---|---|
| 硫酸 95–97% 分析用 EMSURE® ISO | 1 L | 1.00731.1000 |
| | 1 L | 1.00731.1011 |
| | 2.5 L | 1.00731.2500 |
| | 2.5 L | 1.00731.2511 |
| | 25 L | 1.00731.9025 |
| シカサイド 指示薬付き<br>（デシケーター用硫酸乾燥剤）不活性担体使用 | 500 mL | 1.00719.0500 |
| | 2.8 L | 1.00719.2800 |

**乾燥対象：**空気、塩化水素、塩素、一酸化炭素、二酸化硫黄、炭化水素、不活性ガス等の気体

**不適当：**硫化水素、ヨウ化水素等の酸化しやすい気体の他、不飽和その他の多くの有機化合物

**用途：**硫酸は気体乾燥用洗気瓶またはデシケーター中のオープンディッシュに用いられます。シカサイドは表面積を増大し、火傷の危険をなくすため、不活性無機担体上に硫酸をコーティングしています。シカサイドの特性はシカペントに類似しています。

**残存水分量 /$H_2SO_4$ の希釈：**

| | |
|---|---|
| 0.005mg $H_2O$/L | $H_2SO_4$ 100% |
| 0.3mg $H_2O$/L | $H_2SO_4$ 96% |
| 0.9mg $H_2O$/L | $H_2SO_4$ 70% |
| 7.0mg $H_2O$/L | $H_2SO_4$ 50% |

**シカサイドの用途：**デシケーターおよび乾燥ピストルに使用できます。乾燥塔で使用する場合、長い管では流体抵抗が比較的高くなることに注意します。

### 指示薬付きシカサイド

**組成：**25 % 不活性無機担体 75 % 硫酸

**担体粒子径：**0.1 – 1.6 mm

**かさ密度：**約 350g/L

**流動性維持上限：**100 % 吸水

**指示薬含有量：**0.10%

**水分量 / 指示薬の色：**

| $H_2O$ 量（%） | シカサイドの色： |
|---|---|
| 0 | 赤紫色 |
| 20 | 赤紫色 |
| 27 | 薄紫色 |
| 33 | 薄黄色～無色 |

メルクミリポア分析試薬関連製品の最新情報はこちらから ▸▸ www.merckmillipore.jp/LE

本紙記載の製品は試験・研究用です。ヒト、動物への治療、もしくは診断目的として使用しないようご注意ください。また化粧品や食品など他の用途には使用しないでください。
本紙記載の製品構成は諸般の事情により予告なく変更となる場合がありますのであらかじめご了承ください。
本文中のすべてのブランド名または製品名は特記なき場合、Merck KGaA の登録商標もしくは商標です。Merck Millipore and the M mark are trademarks of Merck KGaA, Darmstadt, Germany.

メルク株式会社
メルクミリポア事業本部 ラボエッセンシャルズ事業部
〒153-8927 東京都目黒区下目黒1-8-1 アルコタワー5F
製品の最新情報はこちら www.merckmillipore.jp
お問合せ▶On-Line:www.merck-chemicals.jp/jpts Tel:0120-013-828 Fax:03-5434-4706
[LEM052-1302]0.5K/M