

濾紙・フィルター

1 はじめに

濾過は、試料の前処理法として様々な分野で汎用される方法の一つである。濾過とは、一般には液体と固体が混合している懸濁液を、粒子の大きさの違いを利用して分離する方法であり、大別して濾紙を使う方法とメンブレンフィルターを使う方法がある。これらは気体から固体を分離する場合にも使われるが、本稿で取扱う内容は液体と固体の分離を対象とする。

2 濾過の種類と機構

濾過の種類には、重力による自然濾過、圧力を加える加圧濾過、負圧にする減圧濾過、遠心力を利用する遠心濾過がある。また、濾過の機構には次の三つがある。懸濁物質をフィルター表面で捕捉する表面濾過、フィルター表面だけでなく内部でも捕捉する深層濾過、フィルター表面に堆積したケーキ自身がフィルターとして作用するケーキ濾過である(図1)。

3 濾紙を用いた濾過

3.1 濾紙について

濾紙は比較的粗い沈殿の分離に用いられ、材質は主にセルロースである。一般に番号が小さいほど目が粗く、大きいほど細かい。表裏があり、表側(一次側:液体を注ぐ側)の方が目が粗く、裏側(二次側:液体が流出する側)になるほど細かい。一般に市販されている箱入りの製品では蓋・ラベル側上面が表側であり、表側を上にとすると濾過が速くなる。また、濾紙には定性分析用と定量分析用の区別がある。定量分析用は、重量分析の際に濾過後の沈殿を濾紙ごと焼却して質量を正確に量る必要があるため、焼却後に残る灰分が極めて少なくなるように製造されている。

次に、濾紙を用いた最も基本的な操作である自然濾

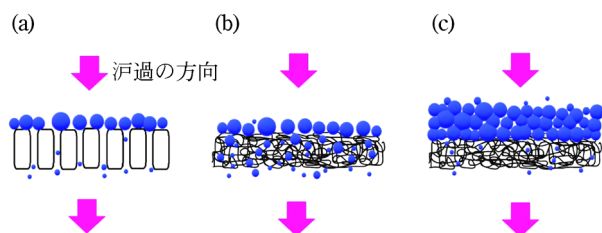


図1 濾過の機構 (a) 表面濾過 (b) 深層濾過 (c) ケーキ濾過

過¹⁾²⁾と、有機合成などに頻用されるブフナー漏斗を用いた減圧濾過²⁾について述べる。

3.2 自然濾過における濾紙の折り方

(a) 四つ折り

図2(a)のように、濾紙を半分に折りたたみ、さらにもう一度半分に折って四つ折りにする。二つできた袋状の部分の一方を押し広げ、片側が一重で他方が三重に濾紙が重なるように円錐状に広げて使用する。漏斗によって角度の大小がありうまく沿わない場合は、折り目を少しずらして広い方と狭い方を使い分ける。また、漏斗への密着をよくするために、濾紙が三重の部分の外側の一部を切り取るとよい。濾紙を溶媒で潤し、濾紙と漏斗をよく密着させる。密着していないと、漏斗の足に空気が入って濾過速度が遅くなる。溶液は攪拌棒に沿わせて静かに濾紙上に注ぐ。

(b) ひだ折り濾紙

図2(b)のように濾紙をひだ折りにして用いると、濾過面積が増えて濾過速度を大きくできる。この時、折り目が集まる濾紙の中央部分は軽めに折る。強く折り目を付け過ぎると、溶媒で濡れた時に弱くなり破れるおそれがある。

3.3 減圧濾過(吸引濾過)

沈殿が軽くて細かい場合には、自然濾過では時間がかかる。このような場合、ブフナー漏斗を接続した濾過鐘内を水流ポンプで吸引し、濾過速度を大きくする減圧濾過が有効である(図2(c))。吸引濾過とも呼ばれ、平らなままで濾紙を使うことができ生成物をかき出しやすいことから、有機合成の際などに頻用される。

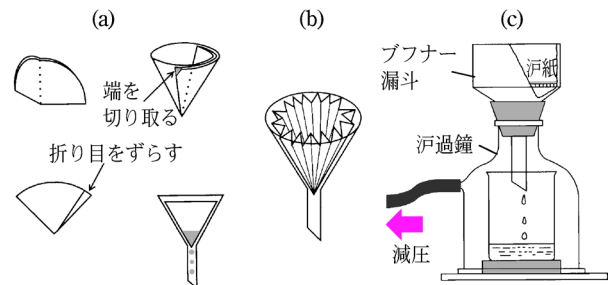


図2 (a) 四つ折り濾紙による自然濾過 (b) ひだ折り濾紙による自然濾過 (c) 減圧濾過(吸引濾過)
(文献2より引用)

3・4 効率の良いろ過を行うための留意点

ろ紙が目詰まりするとろ過速度が落ちるので、まず上澄みの大部分をろ過してから沈殿を含む溶液を流し込むと、初期の目詰まりを低減でき速やかにろ過が進む。一方、有機合成のように沈殿のみが欲しいときには、沈殿が容器の底に残らないように、まず液と沈殿をかき混ぜながら勢よくろ紙上に注ぎ込み、さらに容器に残った沈殿をろ液または溶媒で洗い出すとよい。

4 メンブレンフィルターを用いたろ過

メンブレンフィルターは、粒子を表面で捕捉する表面ろ過フィルター（図1(a)）の一種であり、孔径が小さくろ過速度が遅いため、用途に応じて減圧、加圧または遠心ろ過を利用する。メンブレンフィルターを用いたろ過には、目的とする粒子の大きさにより次の三つの方法がある。約0.05~10 μmの粒子を分離する精密ろ過、それより小さな約0.001~0.01 μm程度の粒子を分離する限外ろ過、極めて低分子量の成分を分離する逆浸透である。精密ろ過の利用例には、生物系で多用される滅菌を目的としたろ過がある。オートクレーブや薬剤を用いることができない場合の簡便な滅菌法として特に有用である³⁾。また、限外ろ過の利用例にはタンパク質の精製・濃縮などがあり、逆浸透の例には超純水の精製などが挙げられる。以下では、天然水の分析や生物分野での滅菌に利用される精密ろ過を取り上げ、留意すべき点について述べる。

4・1 精密ろ過における留意点

(a) 目詰まりの回避

前ろ過（プレフィルトレーション）を行うとよい。前ろ過により、あらかじめ大きな粒子を取り除くことでフィルターの目詰まりを防ぐことができる。前ろ過には、一般に懸濁物を内部でも捕捉する孔径1 μm以上の深層ろ過フィルター（図1(b)）が用いられ、その代表例にはナイロンネット、ポリプロピレン、ガラスファイバーフィルターなどがある。

(b) ろ過容量に適した様式・大きさのフィルターの選択

容量が多い場合には減圧ろ過が、10~数100 mL程度の場合にはシリンジを接続して加圧ろ過するディスクフィルターが、より少容量の場合には遠心式フィルター

が選択されることが多い。また、不必要に大きい膜面積のフィルターを用いると、フィルターに保持・吸着される量が増えるため、試料の損失が問題となる。

(c) 試料とフィルター素材の適合性の確認

試料に含まれる物質とフィルター素材の化学的性質の組み合わせが適切でない場合には、①溶媒によるメンブレンの溶解、②フィルターへの吸着による試料の損失、③フィルターからの溶出による試料の汚染、などの問題が生じる場合がある。

②のフィルターへの吸着の例には、素材がナイロンの場合にはタンパク質が、ガラスファイバーの場合には核酸やタンパク質が吸着されやすい。このような場合には低吸着のフィルターを選択する必要があり、試料に含まれる目的物質が低濃度の場合には、特に注意が必要である。

③のフィルターからの溶出による汚染を防止する最も簡便な方法として、使用前に用いる溶媒または試料溶液を一定量通してフィルターを洗うことも、溶出の低減に有効である。また、天然水中の懸濁物質に含まれる微量元素の分析例では、あらかじめフィルターを硝酸・塩酸・過塩素酸の混酸により加熱洗浄後、純水で洗浄してフィルター由来の汚染を防止している⁴⁾。

5 おわりに

以上、ろ紙とメンブレンフィルターの一般的な特徴や使用例について述べたが、自然ろ過、減圧(吸引)ろ過、ひだ折りろ紙の折り方などの基本的な化学実験の操作については、京都大学のウェブサイト「京都大学OCW(オープンコースウェア)」の「基礎化学実験」にて、30項目以上のより詳しい実験動画が提供されているので、参照されたい (<https://ocw.kyoto-u.ac.jp/ja/ilas/02>, 2020年5月18日, 最終確認)。

文 献

- 1) 京都大学総合人間学部編：“無機定性分析実験”，p. 17 (1994), (共立出版)。
- 2) 京都大学人間・環境学研究科化学部会編：“基礎化学実験”，第2版増補，p. 17 (2008), (共立出版)。
- 3) 中山広樹，西方敬人：“バイオ実験イラストレイテッド”，第1巻，p. 23 (1995), (秀潤社)。
- 4) 杉山雅人：分析化学，45, 667 (1996)

[京都大学国際高等教育院 高橋知子]