

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-67944

(P2005-67944A)

(43) 公開日 平成17年3月17日(2005.3.17)

(51) Int.Cl.⁷

C 01 B 11/22

F I

C O 1 B 11/22

テーマコード (参考)

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願2003-299215 (P2003-299215)	(71) 出願人	591236437 株式会社 東邦アーステック 新潟県新潟市東中通一番町 8 6 番地 5 1
(22) 出願日	平成15年8月22日 (2003.8.22)	(74) 代理人	100062764 弁理士 樺澤 襄
		(74) 代理人	100092565 弁理士 樺澤 聡
		(74) 代理人	100112449 弁理士 山田 哲也
		(72) 発明者	銅谷 正晴 新潟県新潟市東中通一番町 8 6 番地 5 1 株式会社東邦アーステック内
		(72) 発明者	藤島 正典 新潟県新潟市東中通一番町 8 6 番地 5 1 株式会社東邦アーステック内

(54) 【発明の名称】 ヨウ素酸の製造方法

(57) 【要約】

【課題】速い反応速度で高純度のヨウ素酸を高収率で得ることのできるヨウ素酸の製造方法を提供する。

【解決手段】ヨウ化水素酸をヨウ素源とし、過酸化水素との反応によりヨウ素酸を得ることができる。ヨウ化水素酸と過酸化水素との反応で中間に生成するヨウ素は、希薄系での反応であることから極めて微細結晶であり、直ぐに溶解し、ヨウ素酸まで酸化するから反応速度が速い。少量のヨウ素を溶解したヨウ素酸水溶液中へヨウ化水素酸と過酸化水素とを同時添加することにより初期の反応速度も速く、高い反応速度で高純度ヨウ素酸を得ることができる。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ヨウ化水素酸と過酸化水素とを反応させてヨウ素酸を製造することを特徴とするヨウ素酸の製造方法。

【請求項 2】

ヨウ化水素酸と過酸化水素とを反応系に同時に添加することを特徴とする請求項 1 記載のヨウ素酸の製造方法。

【請求項 3】

ヨウ素酸水溶液中へヨウ化水素酸と過酸化水素とを添加することを特徴とする請求項 1 または 2 記載のヨウ素酸の製造方法。

10

【請求項 4】

ヨウ素を含有したヨウ素酸水溶液中へヨウ化水素酸と過酸化水素とを添加することを特徴とする請求項 1 ないし 3 いずれか記載のヨウ素酸の製造方法。

【請求項 5】

40 以上 80 以下の温度で反応させることを特徴とする請求項 1 ないし 4 いずれか記載のヨウ素酸の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ヨウ化水素酸からヨウ素酸を製造するヨウ素酸の製造方法に関する。

20

【背景技術】

【0002】

従来、ヨウ素酸を製造する方法としては、種々の方法が知られている。例えば、ヨウ素と発煙硝酸を反応させる方法や、ヨウ素と塩素酸を反応させる方法、硝酸存在下にヨウ素と過酸化水素を反応させる方法、ヨウ素酸の存在下でヨウ素と過酸化水素とを反応させる方法などが知られている(例えば、特許文献 1 参照。)。

【特許文献 1】特開昭 53 - 108096 号公報 (第 1 - 2 頁)

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

30

しかしながら、上述した従来のヨウ素酸の製造方法には各種の問題が認められる。すなわち、上記ヨウ素と発煙硝酸を反応させる方法、ヨウ素と塩素酸を反応させる方法、および硝酸存在下にヨウ素と過酸化水素を反応させる方法では、一般的に反応速度が遅く、高収率で目的のヨウ素酸を得るには長時間を要する。また、ヨウ素酸以外の副生成物が生成するため、未反応原料および副生成物を除去する必要がある。

【0004】

したがって、純粋なヨウ素酸を得ることを目的とする場合には、さらに精製工程が必要となり、反応速度が遅いことと合わさり、工業的に円滑かつ迅速にヨウ素酸を製造することが容易ではない。

【0005】

40

そこで、このような問題を解決する方法として、ヨウ素酸の存在下でヨウ素と過酸化水素とを反応させる方法が提案されているが、この方法では、ヨウ素が溶液に溶解する時間が律速となり、反応完結に長時間が必要であり、かつ、ヨウ素の昇華によりヨウ素酸収率も低いという問題を有している。

【0006】

本発明は、このような点に鑑みなされたもので、速い反応速度で高純度のヨウ素酸を高収率で得ることのできるヨウ素酸の製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

請求項 1 記載のヨウ素酸の製造方法は、ヨウ化水素酸と過酸化水素とを反応させてヨウ 50

素酸を製造するものである。

【0008】

そして、ヨウ化水素酸をヨウ素源とし、このヨウ化水素酸と過酸化水素との反応によりヨウ素酸を得ることにより、これらヨウ化水素酸と過酸化水素との反応で中間に生成するヨウ素が、希薄系での反応であることから極めて微細結晶であり、直ぐに溶解し、ヨウ素酸まで酸化されるので、反応速度が速い。この結果、速い反応速度で高純度ヨウ素酸を高収率で得ることができる。

【0009】

請求項2記載のヨウ素酸の製造方法は、請求項1記載のヨウ素酸の製造方法において、ヨウ化水素酸と過酸化水素とを反応系に同時に添加するものである。

10

【0010】

そして、ヨウ化水素酸と過酸化水素とを反応系に同時に添加することにより、反応速度が速くなり、かつヨウ素の逸散や過酸化水素の分解による収率の低下が少なくなるから、より速い反応速度および高収率で高純度ヨウ素酸を得ることができる。

【0011】

請求項3記載のヨウ素酸の製造方法は、請求項1または2記載のヨウ素酸の製造方法において、ヨウ素酸水溶液中へヨウ化水素酸と過酸化水素とを添加するものである。

【0012】

そして、ヨウ素酸水溶液中へヨウ化水素酸と過酸化水素とを添加することにより、反応速度が速くなり、かつヨウ素の逸散や過酸化水素の分解による収率の低下が少なくなるから、より速い反応速度および高収率で高純度ヨウ素酸を得ることができる。

20

【0013】

請求項4記載のヨウ素酸の製造方法は、請求項1ないし3いずれか記載のヨウ素酸の製造方法において、ヨウ素を含有したヨウ素酸水溶液中へヨウ化水素酸と過酸化水素とを添加するものである。

【0014】

そして、ヨウ素を含有したヨウ素酸水溶液中へヨウ化水素酸と過酸化水素とを添加することにより、初期の反応速度がより速くなるから、より速い反応速度で高純度ヨウ素酸を得ることができる。

【0015】

請求項5記載のヨウ素酸の製造方法は、請求項1ないし4いずれか記載のヨウ素酸の製造方法において、40 以上80 以下の温度で反応させるものである。

30

【0016】

そして、40 以上80 以下の温度で反応させることにより、ヨウ素の逸散や過酸化水素の分解による収率の低下が少なくなるから、より高収率で高純度ヨウ素酸を得ることができる。

【発明の効果】

【0017】

本発明によれば、ヨウ化水素酸と過酸化水素との反応によりヨウ素酸を得ることにより、これらヨウ化水素酸と過酸化水素との反応で中間に生成するヨウ素が、希薄系での反応であることから極めて微細結晶であり、直ぐに溶解し、ヨウ素酸まで酸化するので、反応速度が速い。この結果、速い反応速度で高純度のヨウ素酸を高収率で得ることができる。

40

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

以下、本発明のヨウ素酸の製造方法の一実施の形態を説明する。

【0019】

反応原料として使用するヨウ化水素酸は、工業的に入手可能なものであればよく、最終製品を得るにあたり濃縮工程の煩雑さを減らすためには、30質量%以上57質量%以下の濃度のヨウ化水素酸を用いることが望ましい。また、過酸化水素についても2質量%以上70質量%以下の濃度のものを用いることが望ましい。

50

【0020】

そして、原料のヨウ化水素酸に対する過酸化水素の必要量は、ヨウ化水素酸 1 モルに対して理論量 3 モルである。したがって、ヨウ化水素酸 1 モルに対して 3 モル以上の過酸化水素を用いるが、多く用いても反応効率に差がないことから、通常は、ヨウ化水素酸 1 モルに対して 3 モル以上 5 モル以下の範囲である。

【0021】

反応初期に添加するヨウ素酸の添加量は、水中でのヨウ素酸濃度が 2 質量% 以上 3.5 質量% 以下となるような量である。初期のヨウ素酸の添加量は、少ないと反応速度が遅く、多くするには高価な高濃度ヨウ素酸が必要となることから経済的ではない。

【0022】

反応温度は、室温以上 100℃ 以下で、望ましくは 40℃ 以上 80℃ 以下が好適である。反応温度が低いと反応速度が著しく低下し、この反応温度が高いとヨウ素の昇華により反応収率が低下する。

【0023】

反応に用いるヨウ化水素酸、あるいは過酸化水素は、どちらか一方を予め図示しない反応系である反応器に加えておくことも可能であるが、ヨウ化水素酸の添加は、反応器中でヨウ素の結晶の析出を生じ、また、過酸化水素の添加は、分解により過酸化水素の消費が生じるため好ましくない。通常は、ヨウ素酸水溶液中へ反応温度で溶解する量のヨウ素を添加し、このヨウ素酸水溶液中へ、攪拌下、ヨウ化水素酸と過酸化水素とを同時添加して反応させる。なお、これらヨウ化水素酸および過酸化水素の添加方法は分割しても連続しても良い。

【0024】

また、従来の方法(特開昭 53 - 108096 号)では、高温反応時にヨウ素の逸散防止措置を講じないと反応収率が低下するが、上述のようにヨウ化水素酸を順次加える方法を採用したことによって、高温反応を実施しても、特にヨウ素の逸散を防ぐ措置を講じなくても反応収率が低下しない。

【0025】

以上のように、上記一実施の形態によれば、反応で生成するヨウ素酸の他は、副生成物として水が生成するのみであり、ヨウ素酸水溶液を不純物の混入、および、副生成物を伴うことなく、高成績で合成ができるので、優れたヨウ素酸の製造方法である。さらに、何ら精製工程を経ることなく濃縮乾固するだけで、高純度のヨウ素酸の結晶を高収率で得ることができる。

【0026】

なお、上記一実施の形態において、反応生成液の一部を順次、次の反応出発仕込液として用いることも可能である。また、上記一実施の形態のヨウ素酸の製造方法は、回分法でも連続法でもできる。

【実施例】

【0027】

次に、本発明のヨウ素酸の製造方法の実施例を説明する。

【0028】

(実施例 1)

100 ml フラスコに水を 50 g を入れ、34.7% 過酸化水素水および 53.3% ヨウ化水素酸溶液を同時に滴下した。34.7% 過酸化水素水は、6.4 g/h で 9 時間 30 分かけて滴下した。53.3% ヨウ化水素酸溶液は、4.8 g/h で 7 時間 30 分かけて滴下した。100 ml フラスコの内部温度を 60℃ 以上 62℃ 以下に管理した。過酸化水素の滴下を終了した後、30 分間熟成反応をした。

【0029】

100 ml フラスコ壁上部へのヨウ素の昇華による付着がわずかに認められたが、反応生成液は無色透明の液であった。反応生成液を分析したところ、ヨウ素酸(HIO_3)の収率はヨウ素(I_2)基準で 90%、過酸化水素(H_2O_2)基準で 65% という結果であった

10

20

30

40

50

。

【0030】

(実施例2)

100mlフラスコに30質量%のヨウ素酸溶液50gを入れ、34.7%過酸化水素水および53.3%ヨウ化水素酸溶液を同時に滴下した。34.7%過酸化水素水は、12.9g/hで4時間45分かけて滴下した。53.3%ヨウ化水素酸溶液は、9.6g/hで3時間45分かけて滴下した。100mlフラスコの内部温度を60以上62以下に管理した。過酸化水素の滴下を終了した後、30分間熟成反応をした。

【0031】

100mlフラスコ壁上部へのヨウ素の昇華による付着はほとんどなく、反応生成液は無色透明の液であった。反応生成液を分析したところ、ヨウ素酸(HIO_3)の収率はヨウ素(I_2)基準で100%、過酸化水素(H_2O_2)基準で72%という結果であった。 10

【0032】

(実施例3)

100mlフラスコに30質量%のヨウ素酸溶液50gおよびヨウ素0.5gを入れ、34.7%過酸化水素水および53.3%ヨウ化水素酸溶液を同時に滴下した。34.7%過酸化水素水は、25.8g/hで2時間25分かけて滴下した。53.3%ヨウ化水素酸溶液は、19.2g/hで1時間55分かけて滴下した。100mlフラスコの内部温度を80以上83以下に管理した。過酸化水素の滴下を終了した後、30分間熟成反応をした。 20

【0033】

100mlフラスコ壁上部へのヨウ素の昇華による付着が見とめられるが、反応生成液は無色透明の液であった。反応生成液を分析したところ、ヨウ素酸(HIO_3)の収率はヨウ素(I_2)基準で95%、過酸化水素(H_2O_2)基準で70%という結果であった。

【0034】

(実施例4)

100mlフラスコに30質量%のヨウ素酸溶液50gおよびヨウ素0.5gを入れ、34.7%過酸化水素水および53.3%ヨウ化水素酸溶液を同時に滴下した。34.7%過酸化水素水は、12.9g/hで4時間45分かけて滴下した。53.3%ヨウ化水素酸溶液は、9.6g/hで3時間45分かけて滴下した。100mlフラスコの内部温度を60以上62以下に管理した。過酸化水素の滴下を終了した後、30分間熟成反応をした。 30

【0035】

100mlフラスコ壁上部へのヨウ素の昇華による付着はほとんどなく、反応生成液は無色透明の液であった。反応生成液を分析したところ、ヨウ素酸(HIO_3)の収率はヨウ素(I_2)基準で100%、過酸化水素(H_2O_2)基準で73.6%という結果であった。

【0036】

(比較例1)

100mlフラスコに30質量%ヨウ素酸溶液50gおよびヨウ素25.4gを入れ、34.7%過酸化水素水を14.7g/hで5時間かけて滴下した。100mlフラスコの内部温度を60以上63以下に管理した。過酸化水素の滴下を終了した後に熟成反応をした。 40

【0037】

反応生成液は無色透明の液であったが、100mlフラスコ壁上部へのヨウ素の付着が見とめられた。反応生成液を分析したところ、ヨウ素酸(HIO_3)の収率はヨウ素(I_2)基準で81.5%、過酸化水素(H_2O_2)基準で54.3%という結果であった。

【0038】

したがって、この比較例1では、上記実施例1ないし4に比べ、ヨウ素酸の収率がヨウ素基準および過酸化水素基準のそれぞれにおいて低いことが判った。

【0039】

(比較例 2)

100 ml フラスコに 30 質量 % ヨウ素酸溶液 50 g およびヨウ素 0.5 g を入れ、34.7 % 過酸化水素水および 53.3 % ヨウ化水素酸溶液を同時に滴下した。34.7 % 過酸化水素水は、12.9 g/h で 4 時間 45 分かけて滴下した。53.3 % ヨウ化水素酸溶液は、9.6 g/h で 3 時間 45 分かけて滴下した。100 ml フラスコの内部温度を 30 以上 32 以下に管理した。過酸化水素の滴下を終了した後に熟成反応をした。

【0040】

100 ml フラスコ壁上部へのヨウ素の昇華による付着が多少見うけられ、反応生成液はヨウ素特有の黒紫色の懸濁液であった。反応生成液を分析したところ、ヨウ素酸 (HIO_3) の収率はヨウ素 (I_2) 基準で 0 % という結果であった。

10

【0041】

したがって、この比較例 2 では、上記実施例 1 ないし 4 に比べ、ヨウ素酸の収率がヨウ素基準および過酸化水素基準のそれぞれにおいて低く、それぞれが 0 % であることが判った。