

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4088076号
(P4088076)

(45) 発行日 平成20年5月21日 (2008. 5. 21)

(24) 登録日 平成20年2月29日 (2008. 2. 29)

(51) Int. Cl.

C O 1 D 3/12 (2006.01)

F I

C O 1 D 3/12

請求項の数 2 (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2002-28121 (P2002-28121)
 (22) 出願日 平成14年2月5日 (2002. 2. 5)
 (65) 公開番号 特開2003-226520 (P2003-226520A)
 (43) 公開日 平成15年8月12日 (2003. 8. 12)
 審査請求日 平成16年11月17日 (2004. 11. 17)

(73) 特許権者 591236437
 株式会社 東邦アーステック
 新潟県新潟市中央区東中通一番町8 6 番地
 5 1
 (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
 新潟県新潟市医学町通二番町1 1 番地 株
 式会社東邦アーステック内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ヨウ素アルカリ塩の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ヨウ化ナトリウム NaI と、

アンモニウム塩およびリチウムのいずれかであるアルカリ B と塩素および臭素のいずれかである X とにて示され、アンモニウム塩の塩化物、アンモニウム塩の臭化物および塩化リチウムのいずれかであるアルカリ塩 BX とを、

反応式： $\text{NaI} + \text{BX} \rightarrow \text{BI} + \text{NaX}$ により、

反応生成物である BI および NaX のいずれか一方のみが溶解する水、アルコールおよびニトリル類のいずれかの溶媒中で反応させるヨウ素アルカリ塩の製造方法であって、

前記溶媒中での前記ヨウ化ナトリウム NaI およびアルカリ塩 BX の濃度を 5 重量% ~ 30 重量% とした状態で、これらヨウ化ナトリウム NaI とアルカリ塩 BX とを反応させる

ことを特徴とするヨウ素アルカリ塩の製造方法。

【請求項 2】

アルカリ塩 BX は、塩化テトラアルキルアンモニウム、塩化リチウム、臭化テトラアルキルアンモニウム、塩化ベンジルトリエチルアンモニウム、および塩化コリンのいずれかである

ことを特徴とする請求項 1 記載のヨウ素アルカリ塩の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

10

20

【発明の属する技術分野】

本発明は、ヨウ素アルカリ塩を製造する方法に関する。

【0002】

ヨウ素アルカリ塩は、化学原料、あるいは医薬品の製造原料として重要な物質である。

【0003】**【従来の技術】**

ヨウ素のアルカリ塩の製造方法としては、従来、例えば特公平5-80410号公報に記載の構成が知られており、この特公平5-80410号公報には、ヨウ素をアルカリ存在下、ぎ酸などの還元剤を用いて還元している。

【0004】

また、原料ヨウ素の製造法としては、ヨウ素イオンを溶解する水溶液へ塩素などの酸化剤を導入し、ヨウ素イオンを遊離のヨウ素とした後、空気で追い出し亜硫酸水素ナトリウムなどの還元性溶液に吸収させるブローイングアウト法、遊離したヨウ素を活性炭に吸着固定させる活性炭法、またはヨウ素イオンおよび遊離ヨウ素をイオン交換樹脂に吸着させるイオン交換樹脂法などが知られている。

【0005】

すなわち、従来の方法は、ヨウ素イオンを溶解する水溶液へ酸化剤を導入して一旦遊離ヨウ素として単離・精製した後に還元し、ヨウ素のアルカリ塩を得る方法である。

【0006】

従来のヨウ素のアルカリ塩類の製造方法は、工程が多く、副原料を必要とし、かつ副生成物の処理を必要とするなど、工業的に多くの問題を有している。

【0007】

本発明の目的は、経済的にヨウ素アルカリ塩を製造する方法を提供することである。

【0008】**【課題を解決するための手段】**

本発明は、ヨウ化ナトリウム NaI と、アンモニウム塩およびリチウムのいずれかであるアルカリ B と塩素および臭素のいずれかである X とにて示され、アンモニウム塩の塩化物、アンモニウム塩の臭化物および塩化リチウムのいずれかであるアルカリ塩 BX とを、反応式： $\text{NaI} + \text{BX} \rightarrow \text{BI} + \text{NaX}$ により、反応生成物である BI および NaX のいずれか一方のみが溶解する水、アルコールおよびニトリル類のいずれかの溶媒中で反応させるヨウ素アルカリ塩の製造方法であって、前記溶媒中での前記ヨウ化ナトリウム NaI およびアルカリ塩 BX の濃度を5重量%～30重量%とした状態で、これらヨウ化ナトリウム NaI とアルカリ塩 BX とを反応させるヨウ素アルカリ塩を製造する方法である。

【0009】**【発明の実施の形態】**

以下、本発明のヨウ素アルカリ塩の製造方法の一実施の形態を説明する。

【0010】

原料の一方を溶解した溶液へ攪拌下、他の一方をそのまま、あるいは溶媒に溶解した溶液として添加する。

【0011】

原料のヨウ化ナトリウム NaI は、通常ブローイングアウト法により製造したヨウ素吸収液あるいは有機ヨウ素化合物を、酸あるいはアルカリで加水分解して得たヨウ素吸収液より、電気透析で分離したヨウ素のアルカリ塩水溶液をそのまま、あるいは精製後に用いられる。

【0012】

もう一方の原料であるヨウ素以外のハロゲンの異なるアルカリ塩 BX は、アンモニウム塩およびリチウムのいずれかであるアルカリ B と塩素および臭素のいずれかである X とにて示され、アンモニウム塩の塩化物、アンモニウム塩の臭化物および塩化リチウムのいずれかである。ヨウ素以外のハロゲンとしては、通常塩素あるいは臭素である。

【0013】

溶媒は、反応生成物の一方が溶解し、他の一方が溶解しない溶媒であればよい。通常、水、アルコール類あるいはニトリル類であり、例えばメタノール、エタノール、イソプロパノール、n-プロパノール、n-ブタノール、iso-ブタノール、tert-ブタノール、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、アセトニトリル、プロピオニトリルあるいはブチロニトリルなどがあげられる。

【0014】

原料であるヨウ化ナトリウム NaI とアルカリ塩 BX との仕込モル比は、通常 1 である。また、反応系内での濃度は、希薄であると装置効率が低下することから、通常は 5 ~ 30 重量% の範囲である。

【0015】

10

ヨウ化ナトリウム NaI とアルカリ塩 BX との反応温度は、通常は常圧下であるから、室温から使用する溶媒の沸点の間である。

【0016】

ヨウ化ナトリウム NaI とアルカリ塩 BX との反応時間は、通常 0.5 ~ 24 時間の範囲である。

【0017】

反応生成物は、BI および NaX と示され、反応生成液を濾過することにより、これら BI および NaX の一方を結晶として、これら BI および NaX の他の一方を溶液として、容易に分離できる。

【0018】

20

【実施例】

次に、本発明の実施例をそれぞれ説明する。

【0019】

実施例 1

温度計および攪拌機を付した 300 ml 三口フラスコへ、ヨウ化ナトリウム 60 g および水 90 g を秤取し、室温にて攪拌溶解後、塩化テトラアルキルアンモニウムである塩化テトラメチルアンモニウム 43.8 g を添加した。

【0020】

この状態で、室温にて 2 時間熟成反応させた後、反応生成物を濾過し、20 g の水で洗浄した後、真空乾燥にて白色結晶 80.5 g を得た。

30

【0021】

得られた結晶を、イオンクロマトグラフィーにて分析したところ、ヨウ化テトラメチルアンモニウムの純度 98.2% であり、仕込塩化テトラメチルアンモニウムに対する収率は 98.3% であった。

【0022】

実施例 2

温度計および攪拌機を付した 300 ml 三口フラスコへ、塩化リチウム 17 g およびイソプロパノール 200 g を秤取し、80 ℃ へ昇温して攪拌溶解後、ヨウ化ナトリウム 60 g を添加した。

【0023】

40

この状態で、80 ℃ で 3 時間熟成反応させた後、反応生成物を濾過し、50 g のイソプロパノールで洗浄した後、濾液と洗液とを合わせて減圧濃縮後、乾燥させて白色結晶 53.1 g を得た。

【0024】

得られた結晶を、イオンクロマトグラフィーにて分析したところ、ヨウ化リチウムの純度 97.8% であり、仕込塩化リチウムに対する収率は 97.1% であった。

【0025】

実施例 3

温度計および攪拌機を付した 300 ml 三口フラスコへ、臭化テトラアルキルアンモニウムである臭化テトラ-n-プロピルアンモニウム 53.5 g および n-プロパノール

50

200 gを秤取して95 ℃へ昇温して攪拌溶解後、ヨウ化ナトリウム30 gを添加した。

【0026】

この状態で、95 ℃にて8時間熟成反応させた後、反応生成物を濾過し、50 gのn-プロパノールで洗浄した後、濾液と洗液とを合わせて減圧濃縮後、乾燥させて白色結晶63.5 gを得た。

【0027】

得られた結晶を、イオンクロマトグラフィーにて分析したところ、ヨウ化テトラ-n-プロピルアンモニウムの純度96.4%であり、仕込臭化テトラ-n-プロピルアンモニウムに対する収率は97.7%であった。

【0028】

10

実施例4

温度計および攪拌機を付した300 ml三口フラスコへ、塩化ベンジルトリエチルアンモニウム22.8 gおよびアセトン140 gを秤取して室温で攪拌溶解後、ヨウ化ナトリウム15 gを添加した。

【0029】

この状態で、昇温させて55 ℃にて2時間熟成反応させた後、反応生成物を濾過し、50 gのアセトンで洗浄した後、濾液と洗液とを合わせて減圧濃縮後、乾燥させて白色結晶31.4 gを得た。

【0030】

得られた結晶を、イオンクロマトグラフィーにて分析したところ、ヨウ化ベンジルトリエチルアンモニウムの純度97.4%であり、仕込塩化ベンジルトリエチルアンモニウムに対する収率は95.8%であった。

20

【0031】

実施例5

温度計および攪拌機を付した500 ml三口フラスコへ、塩化コリン28.0 gおよびエタノール300 gを秤取して攪拌溶解後、ヨウ化ナトリウム30 gを添加した。

【0032】

この状態で、昇温させて75 ℃にて5時間熟成反応させた後、反応生成物を濾過し、50 gのエタノールで洗浄した後、濾液と洗液とを合わせて減圧濃縮後、乾燥させて白色結晶46.4 gを得た。

30

【0033】

得られた結晶を、イオンクロマトグラフィーにて分析したところ、ヨウ化コリンの純度93.8%であり、仕込塩化コリンに対する収率は94.1%であった。

【0034】

【発明の効果】

本発明によれば、ヨウ化ナトリウムNaIと、アルカリ塩BXとから、簡単な方法でヨウ素アルカリ塩を製造でき、固体ヨウ素を経ないで効率的かつ経済的にヨウ素のアルカリ塩を得ることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 倉井 広子

新潟県新潟市医学町通二番町 1 1 番地 株式会社東邦アーステック内

審査官 横山 敏志

(56)参考文献 国際公開第 0 3 / 0 1 4 0 2 8 (W O , A 1)

特開平 0 7 - 2 4 2 4 1 4 (J P , A)

特開平 0 1 - 2 6 1 2 2 4 (J P , A)

特開平 0 1 - 1 4 8 7 0 8 (J P , A)

特開昭 6 1 - 0 4 8 4 0 3 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C01D 1/00-17/00

C01B 7/00-11/24

WPI

CAplus(STN)