

液体捕集剤を用いたヨードの製造に関する研究

Iodine Extraction with Liquid Surface Active Agents

藤代 光雄・石川 博・野崎 弘

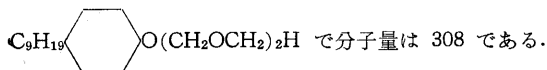
著者らは従来活性炭を用いて天然かん水よりヨードの工業的製造法について研究を行ってきたが、活性炭の表面処理に種々の界面活性剤を用いて、ヨードの吸脱着を行なわせ未処理の活性炭とのヨード吸脱着について比較実験を行なったとき非イオン型界面活性剤としての Polyoxyethylene Nonylphenyl Ether がヨードを非常によく吸着し、またこの吸着されたヨードはアルカリ処理により簡単に脱着されることを見出した。

近年活性剤を用いた溶媒抽出に関する研究は原子力関係に多くみられるが、特に A. M. Wilson¹⁾ らの興味ある論文がある。

われわれはヨードの捕集剤として、上記の Polyoxyethylene Nonylphenyl Ether について二三の実験を行なったので、その結果についてのべる。

実験に用いた試料

Polyoxyethylene Nonylphenyl Ether は日光商会製のもので酸化エチレンの付加数により 2, 5, 7, 10, 20, 等各種が市販されている。性状も酸化エチレンの付加数により多少異なるが、一般に付加数の増加により粘度を増し 10~20 のものは半固体ないし固体状で 7 以下のものは液体で粘度が少ない。色調も淡黄~白色で、トオール、アセトン等の有機溶媒に溶解し、通常用途としては化粧品、製薬関係の可溶化剤、金属洗濯剤として用いられている。本実験では酸化エチレンが 2 モル付加したものをを用い (以下これを NP-2 と書く)、分子式は



ヨード溶液は関東化学製特級のヨウ化カリを蒸留水に溶解し、ヨードとして 100 mg/l の溶液を使用した (以下これを人工かん水と書く)。このヨード濃度は天然かん水とはほぼ同濃度である。その外にヨードをヨウ化カリ溶液に溶解し、ヨード分を分析により求めた溶液を用いた。

実験方法

人工かん水 25 cc をとり、これに硫酸を加えて pH 2 とし、1N 亜硝酸ソーダ 5 cc を加えてヨードを遊離せしめる。このヨード遊離溶液に 2 cc の NP-2 を加えて、ときどき攪拌してヨードを吸着させる。ヨード吸着 NP-2 は沈降するので、分液漏斗で分離したのち、残留ヨ

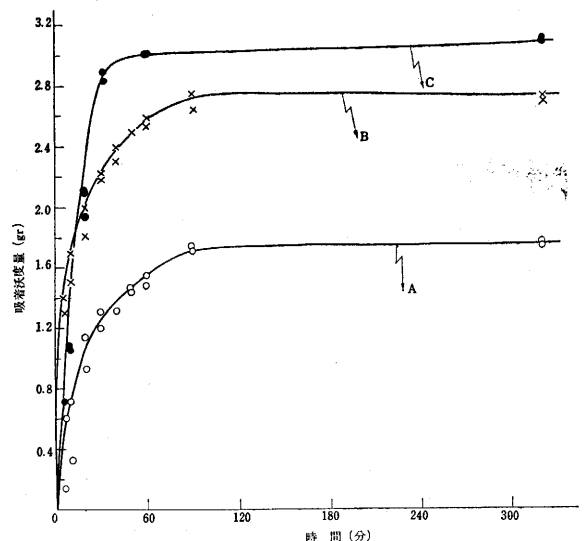
ード (吸着されなかったヨード) を 4 塩化炭素を用いて抽出し、常法²⁾ によりチオ硫酸ソーダで分析する。次にヨード吸着 NP-2 はこれを 10% の苛性ソーダを用いて脱着すると、NP-2 は上層に浮くので、これを分離し、脱着液を分析し濃度を求める。吸着量、脱着量、捕集量は、脱着終了液のヨード濃度、最初に遊離したヨード濃度、吸着されずに残った (残留ヨード) 濃度、ヨード溶液の濃度などより計算によって求めた。

実験結果

1. 飽和吸着についての実験

実験は NP-2 が遊離ヨードをどの程度吸着し、また、その吸着時間との関係をも求めたもので遊離ヨードと NP-2 のモル比を変え行なったもので第 1 図はその結果である。曲線 A は遊離ヨード: NP-2 の比が 1/2 : 1, B は 1 : 1, C は 1 : 1.5 である。

図のように、おのおの 1 時間で飽和に達し、その吸着率は約 90% であった。このときはときどき攪拌を行なった程度であるので、連続的の攪拌を行なえば、時間はさらに短縮されるものと思われる。また NP-2 1 mol に対しヨードは約 1 mol 程度吸着されることとなる。



第 1 図 吸着実験

2. 脱着についての実験

吸着ヨードは苛性ソーダにより簡単に脱着できるが、このときの苛性ソーダの量および脱着に要する時間を調べた。結果は第 1 表および第 2 図の如くである。

第 1 表

NaOH 10%aq	吸着率 %	脱着率 %
3 cc	93.40	72.10
5 cc	92.50	79.26
10 cc	94.44	80.47

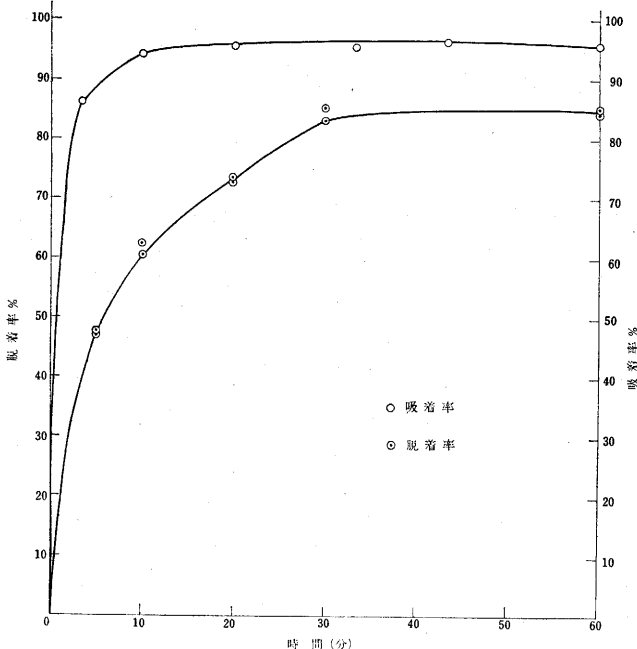
第 1 表は NP-2, 2 cc に対する苛性ソーダの量で 5 cc, 10 cc とあまり相異はないので、以後の実験は 5 cc とした。

第 2 図は脱着率と時間の関係で脱着は 30 分で十分であった。またそのときの吸着率についても測定した。このときは十分に攪拌を行なったので、飽和吸着を求めたときの吸着時間よりはるかに短縮されている。脱着についてはときどき攪拌する程度であったので、この場合も攪拌を完全に行なえば、さらに短縮されると思われる。

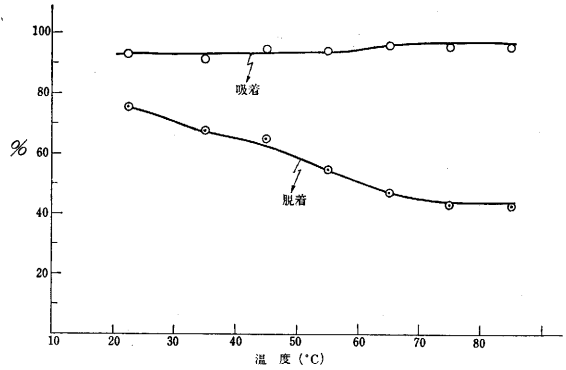
3. 吸脱着に対する温度の影響

実験は水槽を用い自動温度調節器をつけて行なった。結果は第 3 図の如くである。

温度は 75°C までについて測定したが、吸着についてはほとんど影響がなかったが、脱着は温度が高くなるとやや悪くなっている。これはおそらくヨードがカセイソーダによりヨウ化ソーダとヨウ素酸ソーダになるが、こ



第 2 図 脱着実験



第 3 図 脱吸着に対する温度の影響

これらの生成物が NP-2 と反応するためではないかと考えられるが明確ではない。

あとがき

以上の実験結果より、

1. NP-2 とヨードの吸着機構について論ずるまではゆかないが、とにかく、ヨードの吸着剤としては良いように思われるが、脱着率がよくないので、この点さらに追求する必要がある。

2. ここでは述べなかったがヨードの低濃度溶液 (たとえば 20 mg/l 以下) でも吸着率は 90% 以上である、これは現在ヨード工場の廃水中へのヨードの流出を捕集するような場合に有利に思われる。

3. 実験は人工かん水についてのみであり、天然かん水にどのような結果が得られるか、また従来使われている液体捕集剤との比較検討等多くの問題が残されているが、活性炭のように吸着工程で set する必要がなく回分方式が採用されるので、この点非常な利点と考えられる。

謝辞 本研究の一部は旭硝子 KK の受託研究で行なったものである。ここに感謝の意を表わす。
(1964 年 6 月 15 日受理)

文献

- 1) A. M. Wilson: Technical Final Report TID 17746 (1963)
- 2) 野崎・藤代, ヨードとその工業, 電機大学出版部 (1962)

表紙説明

有機過酸化物の薄層クロマトグラムの 1 例で、この場合は同一試料を 2mm 間隔にひとつの帯に 3 点着点し、帯状に展開するいわゆる path method によるものである。記号は試料の種類を表わす (本文 17 ページ参照)。展開溶媒はベンゼン-メタノール-酢酸 (10: 1: 1)、発色剤はジメチル-p-フェニレンジアミン塩酸塩溶液、展開温度 26°C。よく注意して見ると di-tert BuPh では主斑点の下に別の綫がうすく現われている。これは試料に微量含まれる過酸化物型の不純物によるものである。