

活性炭のヨード吸着に関する研究

Vapor Phase Iodine Adsorption on Activated Charcoal

酒井 勇・藤代 光雄・野崎 弘

緒言

天然かん水を原料としてヨードを製造する場合の工業的製法の一つに原料かん水に酸を加えて酸性にしたのち、酸化剤によりヨードを遊離させ、この遊離ヨードを活性炭に吸着させて、分離後濃縮してヨードを製造するいわゆる活性炭法がある。この活性炭の吸着工程において最適な活性炭およびその吸着条件を見出すことは、活性炭法の能率を向上させる大きな因子であることはいうまでもない。

現在、工業的には活性炭を木槽の吸着槽に充填し、これに遊離ヨード (120~90 mg/l 含有) を含むかん水を活性炭が完全にひたるまで充填し、静置してヨードのみを活性炭に吸着させている。すなわち吸着は活性炭、ヨード、溶液、の三者の系となる。

本研究ではヨードと活性炭の単純なる系を考え、溶液の介在しない気相における吸着実験を試み、活性炭のヨード吸着に対する特性を求めたものである。なおその吸着機構の解明の一手段ともしようとした。

実験方法

実験は高さ 32 cm, 径 26 cm のデシケータ中に固体ヨード (粉末にしたもの) 80 gr を三個の時計皿に等分し、ガラスでやぐらを組んで、この上に三段階に時計皿を置き、これをデシケータの真中に置き、活性炭はこの周囲に秤量びんの中に入れ、ならべた。ヨードは自然昇華させ、活性炭は一定時間ごとに取り出し、増加量を測定し吸着量とした。ヨード吸着炭はこれを 165°C の恒温乾燥器中でヨードを加熱し追い出し (以下これを脱着という)、各時間ごとにその減少量を秤り脱着量とした。



第1図 装置図

また活性炭に前処理 (化学薬剤に浸漬する) をほどこしたものについて同様の吸脱着を行ない比較した。

その他、活性炭中の有機物の相違を調べるために、灰分の測定を行ない、吸着、脱着との関係を調べてみた。

○実験に用いた活性炭の種類およびヨード

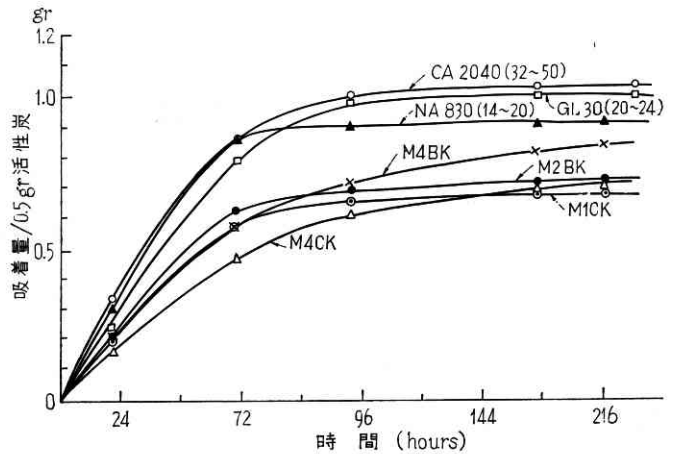
○活性炭

| 商品名 | 粒度 | 商品名 | 粒度 |
|--------|-----|---------|------------|
| M 1 CK | 1mm | GL 30 | 14~20 mesh |
| M 2 BK | 2" | CA 2040 | 32~50 " |
| M 4 BK | 4" | NA 830 | 14~20 " |
| M 4 CK | 4" | | |

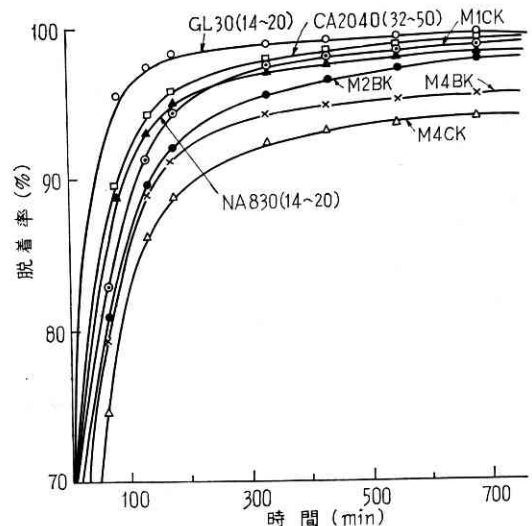
上記活性炭は使用前に 110°C で 3 時間乾燥したものをを用いた。

○ヨード

和光純薬試薬 1 級 99% のものをメノー乳鉢で粉末にしたものをを用いた。



第2図 吸着曲線



第3図 脱着曲線

実 験 結 果

1. 吸着実験

第 2 図に示すように吸着量は活性炭の種類により異なり、最高は CA 2040 で吸着量が一定になるまで 120 時間である。その他はだいたい 96 時間である。いま、吸着量の大きな順より書けば CA 2040 > GL 30 > NA 830... の順である。

2. 脱着実験

脱着はほとんどが 3 時間～5 時間で 90% 以上が脱着されている。GL 30 は 3 時間半で 98% が脱着されているがヨード吸着も比較的よかった。

3. 灰分測定の結果

| 活性炭の種類 | 灰分 | 活性炭の種類 | 灰分 |
|--------|--------|---------|--------|
| M 1 CK | 2.60% | NA 840 | 0.63% |
| M 2 BK | 3.26 " | CA 2040 | 0.18 " |
| M 4 CK | 2.74 " | GL 30 | 5.17 " |
| M 4 BK | 5.41 " | | |

灰分の少ないものは CA 2040, NA840, で吸着量も割合によいようである。

化学薬剤による前処理の実験ならびに結果

前実験で比較的吸着量がよくなかった M 2 BK について化学薬剤浸漬により前処理をほどこした場合にヨード吸着ならびに脱着にどのような影響があるかを調べてみた。

処 理 方 法

- i 5%, HF, 50 cc と 1N HCl 溶液 50 cc の混液に活性炭 2 gr を入れ、1 時間浸漬後、Cl⁻ がなくなるまで洗滌する。
 - ii Conc. HCl と Conc. HNO₃ おおの 50 cc の混液に活性炭 2 gr を入れ湯せん上で 1 時間加熱後、約 15 時間加熱水洗する。
 - iii 1N HCl および 1N HNO₃ を 100 cc 用い同様の処理を行ない、10 時間加熱水洗した。
 - iv 1N NaOH, 100 cc 溶液で同様の処理を行ない、7 時間水洗後 1N HCl で中和し、水洗した。
- 上記処理炭を 110°C で 3 時間乾燥後使用した。なお吸着炭よりの脱着は今回は 100°C, 150°C, 200°C と 3 段階に分けて行なった。

1. 吸着結果

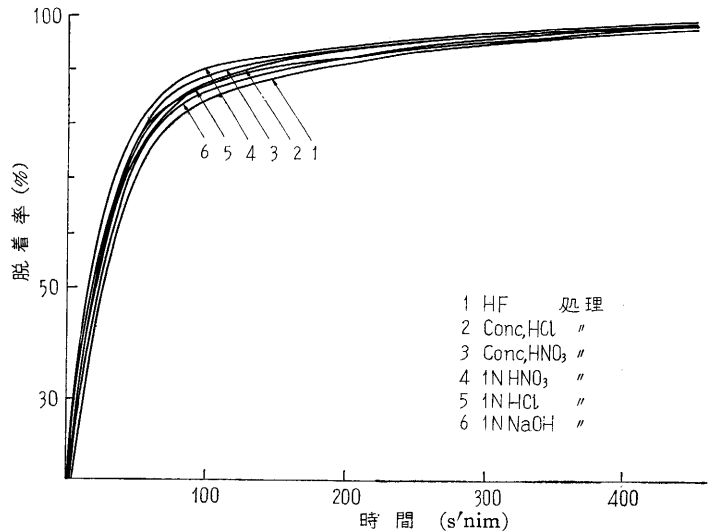
| 試 料 | 吸着量 gr | 試 料 | 吸着量 gr |
|--------------------------|--------|-----------------------|--------|
| 未 処 理 | 0.722 | Conc HCl 処理 | 0.697 |
| 再 吸 着 | 0.807 | 1N HNO ₃ " | 0.744 |
| H.F 処理 | 0.721 | 1N HCl " | 0.733 |
| Conc. HNO ₃ " | 0.732 | 1N NaOH " | 0.771 |

なお、吸着量は活性炭 0.5 gr に対する量である。

上表の結果より再吸着炭が未処理炭に比して 1.1 倍多くなっている。この再吸着炭は吸着炭を加熱脱着後、再び吸着させたものであり、この理由は明確ではないが

活性炭中の還元性物質が除去されたものとする。

2. 脱着結果



第 4 図

脱着率はほとんど 98% 以上であり、硝酸処理のものが早い。加熱脱着は 150°C～200°C で十分であった。

3. 灰分測定の結果

| 試 料 | 灰分 % | 試 料 | 灰分 % |
|-------------------------|------|------------------------|------|
| 未 処 理 | 3.26 | 1N HNO ₃ 処理 | 1.97 |
| HF 処 理 | 0.43 | 1N HCl | 1.36 |
| Conc HNO ₃ " | 1.86 | 1N NaOH | 0.88 |
| Conc HCl | 1.52 | | |

灰分は HF 処理したものが少ない。これはおそらく活性炭中の珪素分等が可溶性の塩となって除去されたものとする。吸脱着については著しい影響は見られなかった。

考 察

- 1. 活性炭のヨード吸着は活性炭の種類により大いに異なり、本実験では CA 2040 > GL 30 > NA 830, 等が吸着がよかった。
- 2. 化学処理の効果はあまり明確ではなく、処理方法および薬剤の使用等にも問題がありむつかしいが、活性炭中の可溶性物質たとえば鉄、珪素、等を除去するものがよく、また吸着量もやや良くなっている。
- 3. 脱着については温度は 150°C～200°C で十分である。脱着の時間はややかかっているようだがキャリヤガス等を用いれば短縮できるものとする。脱着と吸着は逆の働きで同一の活性炭に両方の性質をもたせることはむつかしいことである。

以上のことよりヨード吸着用活性炭はできるだけ表面積（細孔を含む）の大きいものが望ましく、特に脱着を考慮した場合はその細孔はあまり深くない方が有利のようである。
(1962 年 7 月 11 日受理)