

# 効率的なイオン液体精製条件の探索

◎柿部剛史、外駿輔

山本拓司、松田聡、岸肇

兵庫県立大学大学院工学研究科 化学工学専攻

# ・イオン液体

イオン液体(IL): 100 °C以下に融点を持つ有機塩



- 難燃性, 難揮発性, 高イオン伝導性
- 難溶性物質の溶解
- 種々の触媒効果
- デザイナー流体 - 様々な機能性の付与が可能

## イオン液体の精製

難揮発性という特徴により蒸留による精製は困難であるため吸着材(活性炭, シリカゲル, モレキュラーシーブなど)を用いた吸着による精製が一般には用いられている<sup>1)</sup>。しかし、その条件について詳細な議論はほとんど行われていない。

## 目的

イオン液体として1-allyl-3-methylimidazolium bromide ([AMIm][Br])をモデル化合物として活性炭による精製条件を詳細に検討する。

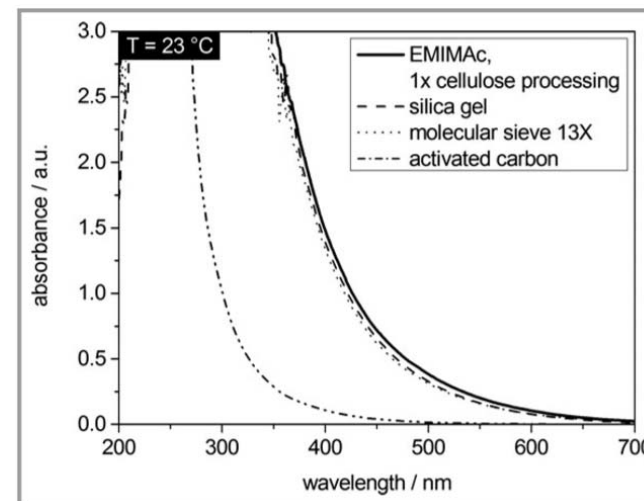
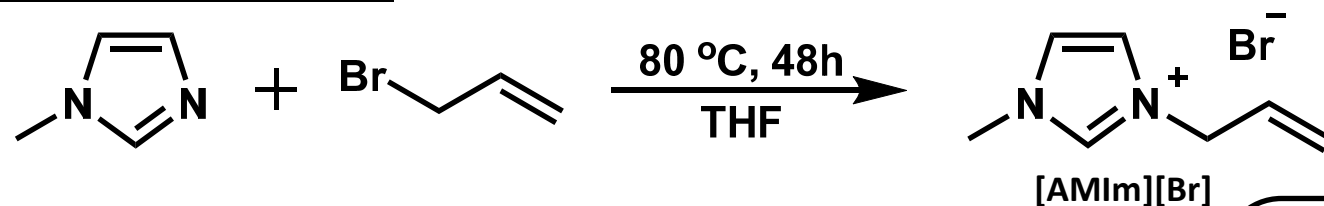


Fig. UV-vis spectrograms of aqueous EMIMAc solutions before and after purification with tested adsorbent materials<sup>1)</sup>.

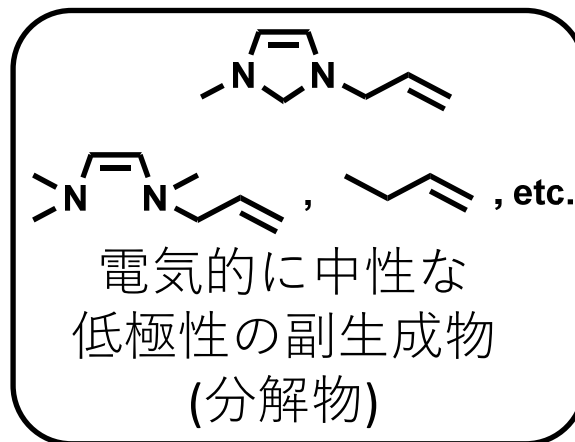
1) Marcus Watts et al., *Chem. Ing. Tech.* 2017,89, 1661-1668

# ・ 実験

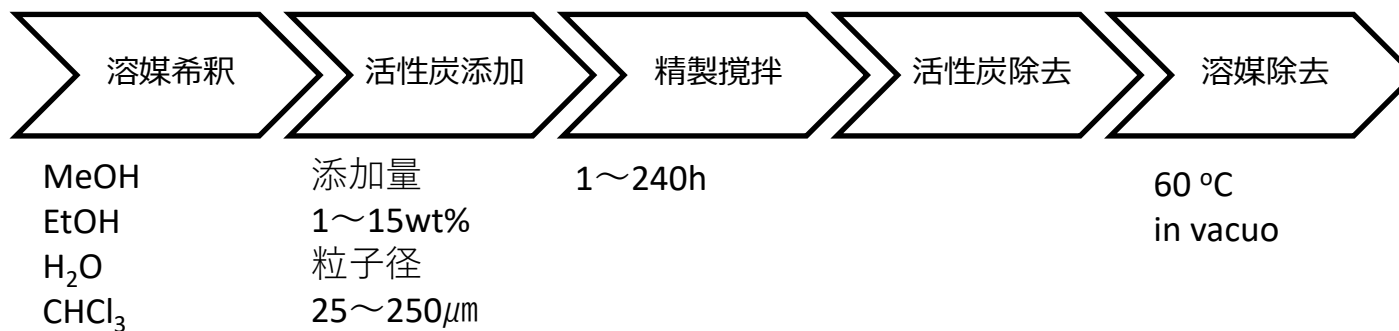
## イオン液体の合成



熱分解

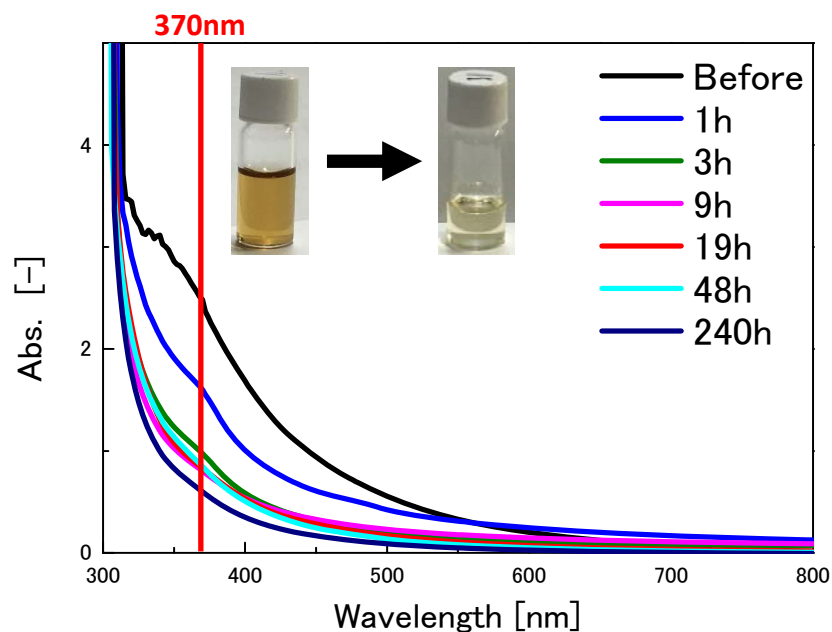


## イオン液体の精製

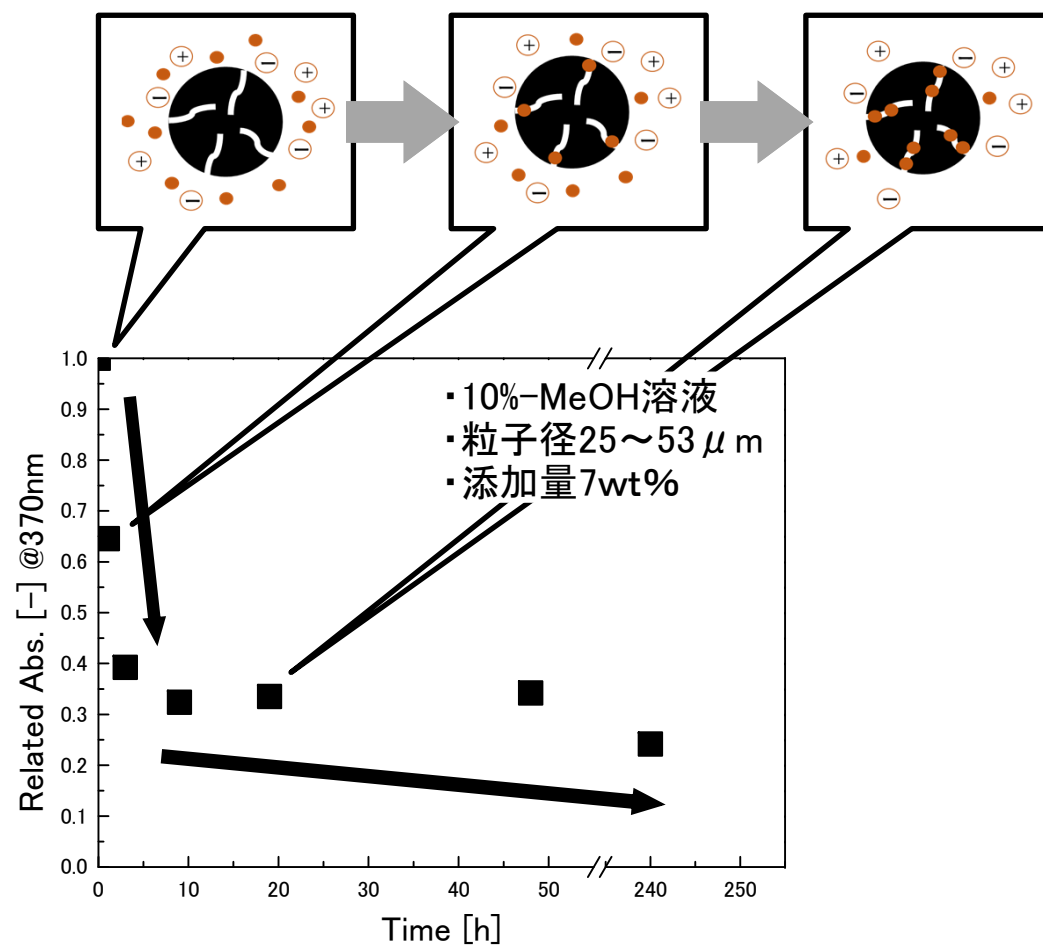


精製前後に可視吸収測定により評価。

# ・精製(攪拌)時間依存性

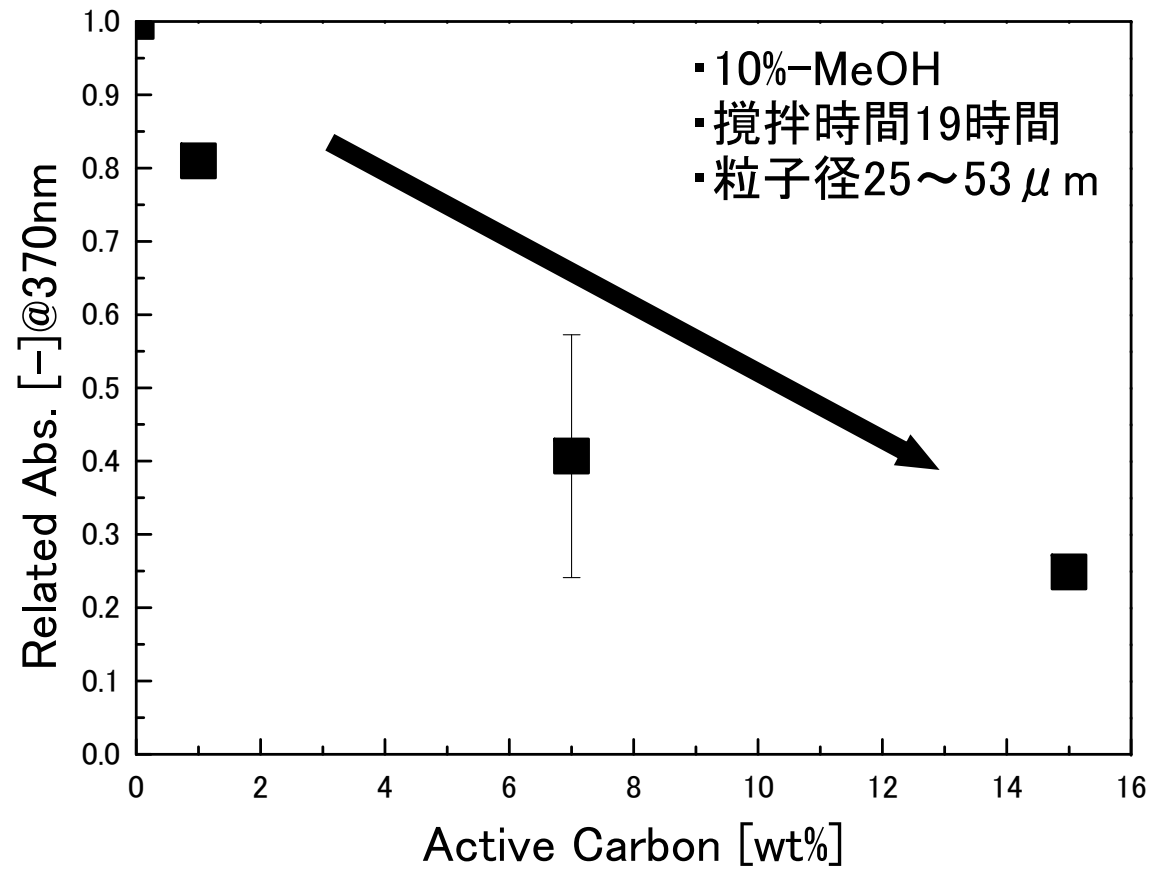


- ・活性炭を用いた精製により,  
**[AMIm][Br] の 330~500nm の吸収が低下.**  
→着色成分である分解物の除去



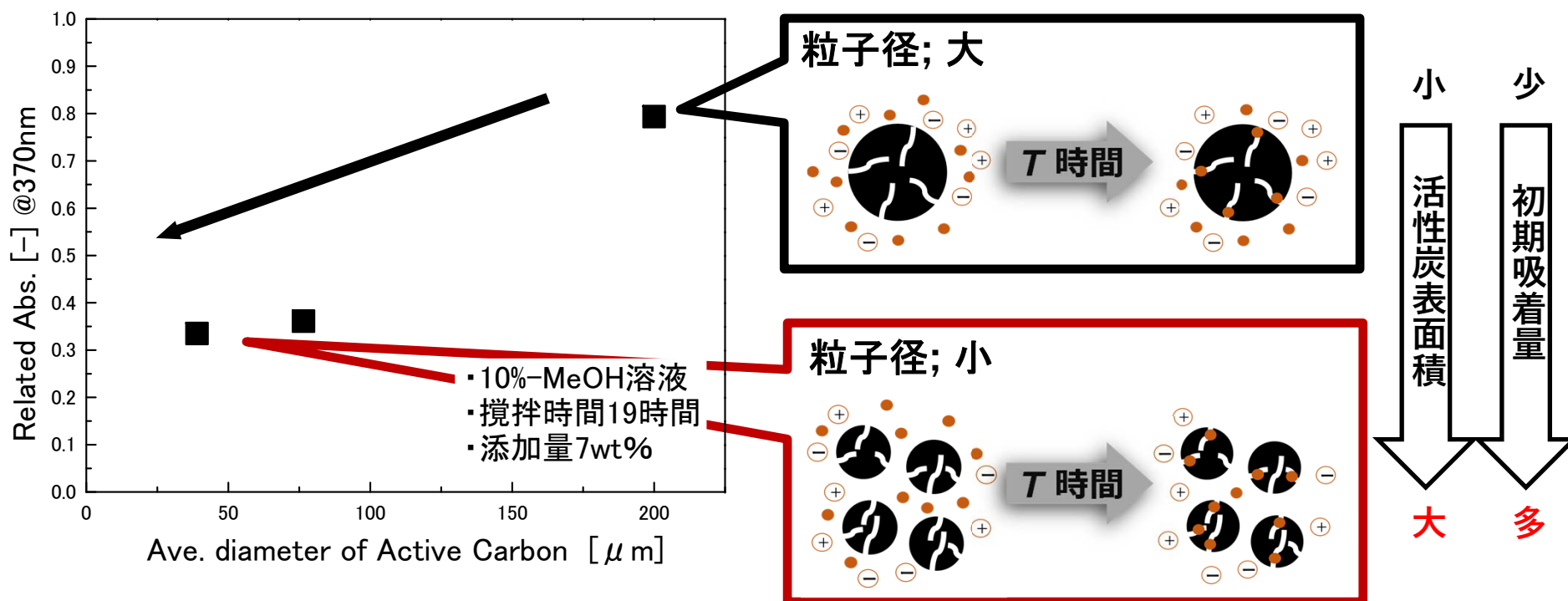
- ・ 3hまでの精製で370nmの吸収は60%減少した.
- ・ 9h以上の精製で370nmの吸収は平衡に達した.

# ・活性炭添加量依存性



- ・活性炭添加量に伴って370nmの吸収は減少.

# ・活性炭粒子径依存性



- ・活性炭粒子径の低下に伴って活性炭の表面積が増加.
- ・短時間の精製(19h)では活性炭粒子径の低下に伴って370nmの吸収は減少.
- ・長時間の精製(50h)では活性炭の粒子径に関わらず同程度の吸収を示した.  
→分解副生成物の吸着の飽和

# ・ [AMIm][Br]の溶解性

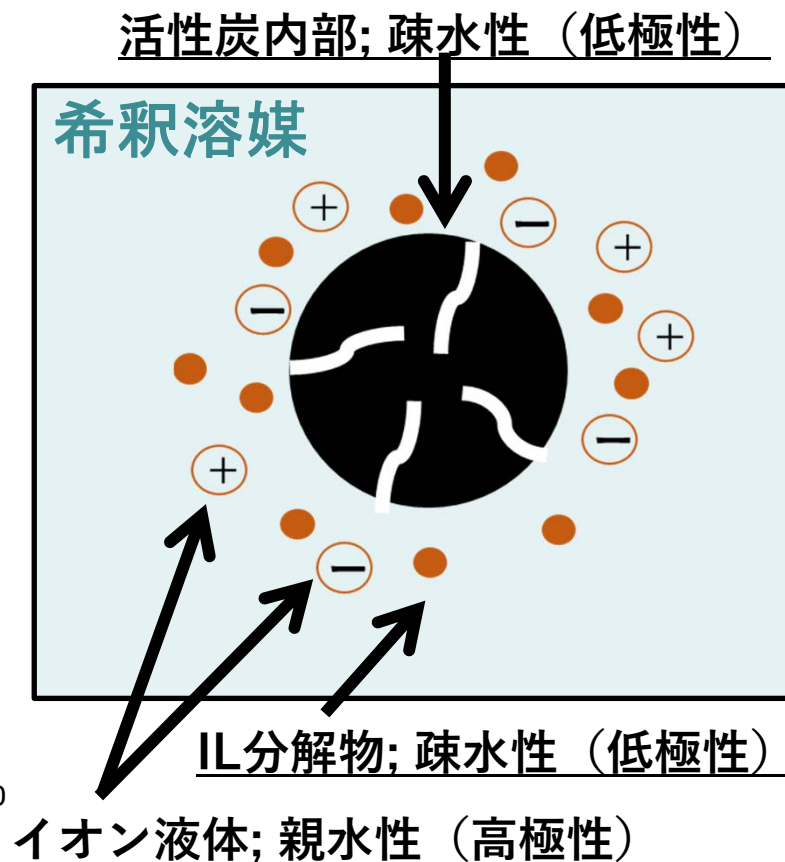
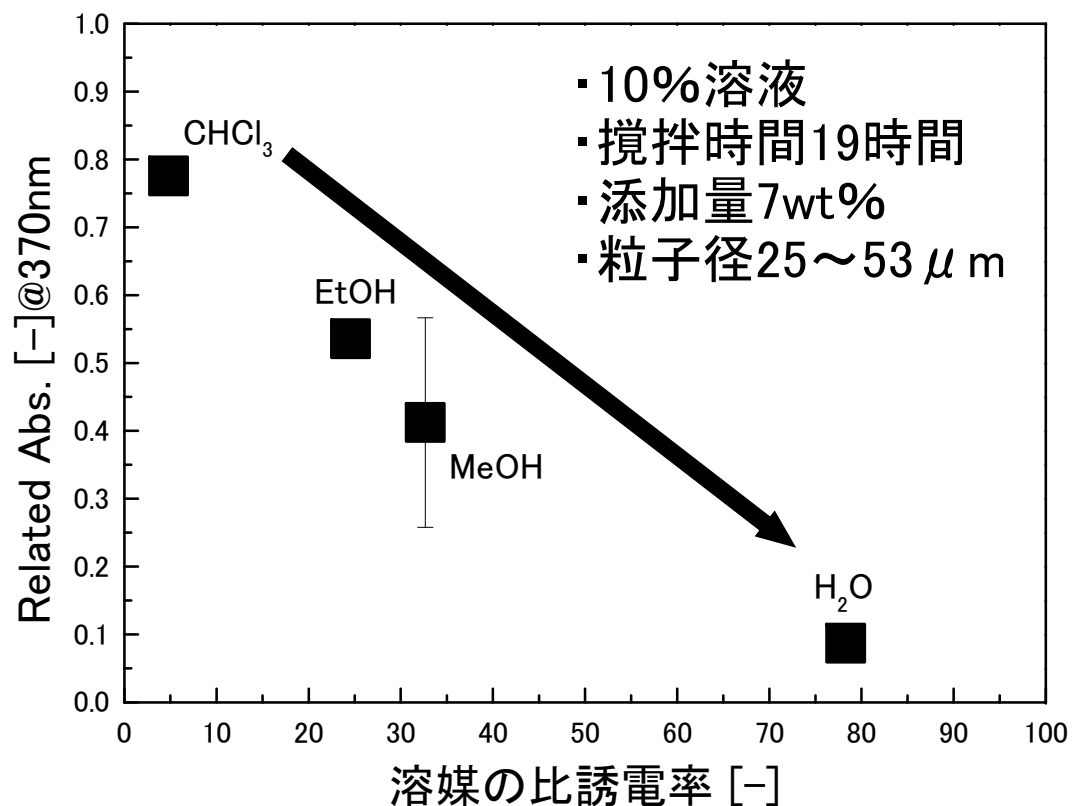
Table 各種溶媒への[AMIm][Br]の溶解性

溶媒	沸点 / °C	比誘電率	[AMIm][Br]との相溶性 <sup>d</sup>
水	100	78.30 <sup>a</sup>	○
アセトニトリル	81.6	35.94 <sup>a</sup>	○
メタノール	64.7	32.66 <sup>a</sup>	○
エタノール	78.37	24.55 <sup>a</sup>	○
アセトン	56.5	20.56 <sup>a</sup>	×
1-ブタノール	117	17.51 <sup>a</sup>	○
ジクロロメタン	39.6	7.77 <sup>c</sup>	○
THF	66	7.58 <sup>a</sup>	×
クロロホルム	61.2	4.806 <sup>b</sup>	○
ジエチルエーテル	34.43	4.197 <sup>a</sup>	×
トルエン	110	2.3807 <sup>a</sup>	×
シクロヘキサン	80.73	2.0243 <sup>b</sup>	×
ヘキサン	69	1.8799 <sup>a</sup>	×

a; 25 °C, b; 20 °C, c; 10 °C, d; 1 g/ml

- ・ [AMIm][Br]はイオン性、かつ高極性の化合物.
- ・ [AMIm][Br]は比誘電率の高い溶媒へ溶解しやすい.
- ・ 溶解性を示す溶媒のうち、低沸点な溶媒を選択して次の実験を行った.

# 希釈溶媒種依存性



- ・ 溶媒の比誘電率の増加に伴い、370nmの吸収は減少。
- ・ 高い比誘電率(高極性)溶媒を用いることで、  
分解物(疎水性・低極性)の活性炭内部(疎水性・低極性)への吸着が促進。

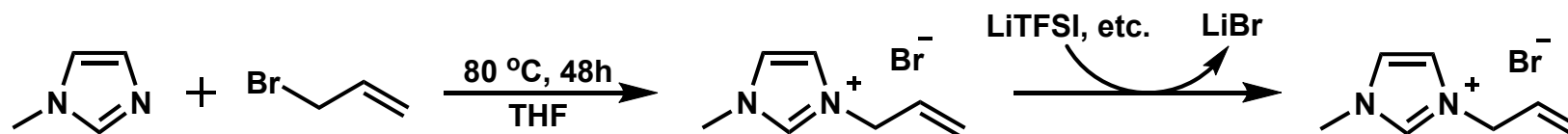


## ・ 結言

・ 活性炭の表面積，攪拌時間，添加量を制御して精製を行うことで**イオン液体における精製条件を最適化**を行った。

・ イオン液体種により，希釈溶媒を適切に選択することで，**精製の効率を向上させる**ことができた。

・ ハライド塩(本系においては[AMIm][Br])の十分な精製は，下記Schemeのようにイオン交換により得られる様々なイオン液体の物性に影響する。



本系により得られたハライド塩の精製条件の最適化は，イオン液体を用いる応用研究においても非常に有用である。

