

(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2006-16266

(P2006-16266A)

(43) 公開日 平成18年1月19日(2006.1.19)

(51) Int. Cl.

C 0 1 B 11/22 (2006.01)

F I

C 0 1 B 11/22

テーマコード (参考)

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2004-196891 (P2004-196891)	(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86番地51
(22) 出願日	平成16年7月2日(2004.7.2)	(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	鋼谷 正晴 新潟県新潟市東中通一番町86番地51 株式会社東邦アーステック内
		(72) 発明者	倉井 広子 新潟県新潟市東中通一番町86番地51 株式会社東邦アーステック内

(54) 【発明の名称】 過ヨウ素酸塩の製造方法

(57) 【要約】

【課題】経済的に、高純度の過ヨウ素酸塩を高収率で得るための過ヨウ素酸塩の製造方法を提供する。

【解決手段】ブローイングアウト法で得たヨウ素吸収液をヨウ素源とし、少量のヨウ素を溶解したヨウ素酸水溶液中へヨウ素吸収液と過酸化水素とを同時に添加した後に水酸化ナトリウムの添加によってヨウ素酸ナトリウム含有液を得る。アルカリ条件下で次亜塩素酸ナトリウムと反応させることによりパラ過ヨウ素酸ナトリウムを得る。このパラ過ヨウ素酸ナトリウムを酸で処理した後の、他の無機イオンを含有するメタ過ヨウ素酸ナトリウム水溶液から直接メタ過ヨウ素酸カリウムを得る。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ヨウ素化合物を酸化してパラ過ヨウ素酸ナトリウムを製造する方法であって、ヨウ素化合物として、ブローイングアウト法で製造したヨウ素吸収液を用いることを特徴とするパラ過ヨウ素酸ナトリウムの製造方法。

【請求項 2】

ヨウ素化合物を酸化させる酸化剤として、過酸化水素、塩素および次亜塩素酸ナトリウムの少なくともいずれかを用いることを特徴とする請求項 1 記載のパラ過ヨウ素酸ナトリウムの製造方法。

【請求項 3】

パラ過ヨウ素酸ナトリウムを酸により処理し、メタ過ヨウ素酸ナトリウムへ転移させた後、無機カリウム塩を添加してメタ過ヨウ素酸カリウムを製造することを特徴とするメタ過ヨウ素酸カリウムの製造方法。

【請求項 4】

パラ過ヨウ素酸ナトリウムを酸により処理し、転移させて得られたメタ過ヨウ素酸ナトリウムの結晶を分離した後の母液へ無機カリウム塩を添加して、メタ過ヨウ素酸カリウムを製造することを特徴とするメタ過ヨウ素酸カリウムの製造方法。

【請求項 5】

パラ過ヨウ素酸ナトリウムを処理する酸として、硫酸、リン酸および硝酸の少なくともいずれかを用いることを特徴とする請求項 3 または 4 記載のメタ過ヨウ素酸カリウムの製造方法。

【請求項 6】

無機カリウム塩として、塩化カリウムおよび硫酸カリウムの少なくともいずれかを用いることを特徴とする請求項 3 または 4 記載のメタ過ヨウ素酸カリウムの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、過ヨウ素酸塩の製造方法、特にパラ過ヨウ素酸ナトリウムの製造方法およびメタ過ヨウ素酸カリウムの製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、この種の過ヨウ素酸塩を製造する方法としては、ヨウ素酸アルカリ金属塩を塩素により酸化させて過ヨウ素酸アルカリ金属塩を得る方法(例えば、特許文献 1 参照。)や、塩素によりヨウ素酸カリウムを酸化させて過ヨウ素酸カリウムを製造する方法(例えば、特許文献 2 参照。)が知られている。さらに、この種の過ヨウ素酸塩を製造する方法としては、メタ過ヨウ素酸ナトリウムを分離した母液からパラ過ヨウ素酸ナトリウムとして過ヨウ素酸分を回収する方法(例えば、特許文献 3 参照。)や、ヨウ素含有医薬の製造における廃棄ストリームからヨウ素を過ヨウ素酸塩として回収する方法(例えば、特許文献 4 参

照。)などが知られている。

【特許文献 1】特開平 4 - 202002 号公報(第 1 - 3 頁)

【特許文献 2】特開平 6 - 115904 号公報(第 2 - 3 頁)

【特許文献 3】特開平 4 - 202003 号公報(第 1 - 4 頁)

【特許文献 4】特開平 11 - 263602 号公報(第 1 - 4 頁)

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

しかしながら、上述した種々の過ヨウ素酸塩を製造する方法では、ヨウ素源として比較的高価なヨウ素酸塩を用いたり、廃液を原料としたりしているため、高純度の過ヨウ素酸

10

20

30

40

50

塩を経済的に高収率で得ることが容易ではないという問題を有している。

【0004】

本発明は、このような点に鑑みなされたもので、高純度の過ヨウ素酸塩を経済的に高収率で得ることができるパラ過ヨウ素酸ナトリウムの製造方法およびメタ過ヨウ素酸カリウム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】

【0005】

請求項1記載のパラ過ヨウ素酸ナトリウムの製造方法は、ヨウ素化合物を酸化してパラ過ヨウ素酸ナトリウムを製造する方法であって、ヨウ素化合物として、ブローイングアウト法で製造したヨウ素吸収液を用いるものである。

10

【0006】

そして、ヨウ素化合物を酸化してパラ過ヨウ素酸ナトリウムを製造する方法における出発原料のヨウ素化合物としてブローイングアウト法で製造したヨウ素吸収液を用いる。この結果、ヨウ素化合物として比較的高価なヨウ素酸塩を用いる場合に比べ経済的であり、廃液を原料として用いる場合に比べ得られる結晶の純度が高くなり、高純度のパラ過ヨウ素酸ナトリウムが経済的に高収率で得られる。

【0007】

請求項2記載のパラ過ヨウ素酸ナトリウムの製造方法は、請求項1記載のパラ過ヨウ素酸ナトリウムの製造方法において、ヨウ素化合物を酸化させる酸化剤として、過酸化水素、塩素および次亜塩素酸ナトリウムの少なくともいずれかを用いるものである。

20

【0008】

そして、ヨウ素化合物を酸化させる酸化剤として、比較的安価で濃度が高い過酸化水素、塩素および次亜塩素酸ナトリウムのいずれかを用いることにより、この酸化剤によるヨウ素化合物の酸化にて得られるパラ過ヨウ素酸ナトリウムが、より高純度で経済的かつ高収率となる。

【0009】

請求項3記載のメタ過ヨウ素酸カリウムの製造方法は、パラ過ヨウ素酸ナトリウムを酸により処理し、メタ過ヨウ素酸ナトリウムへ転移させた後、無機カリウム塩を添加して、メタ過ヨウ素酸カリウムを製造するものである。

【0010】

そして、パラ過ヨウ素酸ナトリウムを酸により処理し、メタ過ヨウ素酸ナトリウムへ転移させた後、無機カリウム塩を添加して、メタ過ヨウ素酸カリウムを製造することにより、副生成物に比べメタ過ヨウ素酸カリウムの溶解度が低いので、高純度のメタ過ヨウ素酸カリウムが経済的に高収率で得られる。

30

【0011】

請求項4記載のメタ過ヨウ素酸カリウムの製造方法は、パラ過ヨウ素酸ナトリウムを酸により処理し、転移させて得られたメタ過ヨウ素酸ナトリウムの結晶を分離した後の母液へ無機カリウム塩を添加してメタ過ヨウ素酸カリウムを製造するものである。

【0012】

そして、パラ過ヨウ素酸ナトリウムを酸により処理し、転移させて得られたメタ過ヨウ素酸ナトリウムの結晶を分離した後の母液へ無機カリウム塩を添加してメタ過ヨウ素酸カリウムを製造することにより、製造されるメタ過ヨウ素酸カリウムの他に、副生成物として少量の硫酸ナトリウムが生成されるが、再結晶させて精製すれば不純物を容易に除去できるので、高純度のメタ過ヨウ素酸カリウムが経済的に高収率で得られる。

40

【0013】

請求項5記載のメタ過ヨウ素酸カリウムの製造方法は、請求項3または4記載のメタ過ヨウ素酸カリウムの製造方法において、パラ過ヨウ素酸ナトリウムを処理する酸として、硫酸、リン酸および硝酸の少なくともいずれかを用いるものである。

【0014】

そして、パラ過ヨウ素酸ナトリウムを処理する酸として、比較的安価で扱い易い硫酸、

50

リン酸および硝酸のいずれかを用いることにより、より経済的かつ容易にパラ過ヨウ素酸ナトリウムを得ることができる。

【0015】

請求項6記載のメタ過ヨウ素酸カリウムの製造方法は、請求項3または4記載のメタ過ヨウ素酸カリウムの製造方法において、無機カリウム塩として、塩化カリウムおよび硫酸カリウムの少なくともいずれかを用いるものである。

【0016】

そして、無機カリウム塩として比較的安価な塩化カリウムおよび硫酸カリウムのいずれかを用いることにより、より経済的にパラ過ヨウ素酸ナトリウムを得ることができる。

【発明の効果】

10

【0017】

本発明によれば、ヨウ素化合物を酸化してパラ過ヨウ素酸ナトリウムを製造する方法における出発原料のヨウ素化合物としてブローイングアウト法で製造したヨウ素吸収液を用いることにより、高純度のパラ過ヨウ素酸ナトリウムを経済的に高収率で得ることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

以下、本発明の第1の実施の形態の過ヨウ素酸塩の製造方法としてパラ過ヨウ素酸ナトリウムの製造方法を説明する。

【0019】

20

まず、ヨウ素化合物としてのヨウ素吸収液中のヨウ素イオンを酸化してヨウ素酸イオンとし、このヨウ素酸イオンの中和および濃縮後に、水酸化ナトリウム存在下で高められた温度でさらに酸化させて過ヨウ素酸塩としてのパラ過ヨウ素酸ナトリウムを得る。出発原料である反応原料として使用するヨウ素吸収液は、ヨウ素の工業的製造法として広く採用されているブローイングアウト法により製造したものである。最初のヨウ素吸収液の酸化で使用する酸化剤としては、過酸化水素、塩素、次亜塩素酸ナトリウムなどを用いることができるが、過酸化水素が好適である。また、この過酸化水素としては、工業的に入手可能なものであれば特に制限はないが、10質量%から70質量%の濃度のものを用いることが望ましい。

【0020】

30

原料のヨウ素吸収液に対する過酸化水素の必要量は、ヨウ素吸収液中のヨウ素イオン(I^-)1モルに対して理論量3モルであるから、3モル以上を用いると良い。ところが、この過酸化水素の量は、必要以上に多くても反応効率に差がないことから、通常、ヨウ素吸収液中のヨウ素イオン(I^-)1モルに対して3モルから5モルまでの範囲とする。

【0021】

反応に用いるヨウ素吸収液あるいは過酸化水素は、どちらか一方をあらかじめ反応器に加えておくことも可能であるが、ヨウ素吸収液の添加は、反応器中で反応初期に大量のヨウ素の結晶が析出し、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、このヨウ素を添加したヨウ素酸水溶液中へ、攪拌下ヨウ素吸収液および過酸化水素を同時に添加して反応させる。なお、このときの添加方法としては分割でも連続でも良い。

40

【0022】

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10質量%から35質量%まで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、多すぎる場合には高価な高濃度ヨウ素酸が多量に必要となることから経済的でない。このときの反応温度は、30 から80 まで、望ましくは40 から70 までが好適である。この反応温度が低いと反応速度が著しく低下し、高いと過酸化水素の自己分解により過酸化水素基準収率が低下してしまう。

【0023】

次いで、ヨウ素酸イオンの過ヨウ素酸イオンへの酸化反応は、原料液中の基質であるヨ

50

ウ素酸イオン濃度を高くすることが望ましいことから、あらかじめ濃縮する。このとき、この原料液をそのまま濃縮させても中和させた後に濃縮させても良い。この原料液に添加する水酸化ナトリウムは、通常20質量%から50質量%までの水溶液とし、添加量はパラ過ヨウ素酸ナトリウム製造に必要な理論量で良い。このとき使用する酸化剤は、塩素あるいは次亜塩素酸ナトリウムである。この酸化剤として過酸化水素を用いても反応が進行しない。また、塩素と次亜塩素酸ナトリウムとの比較では、次亜塩素酸ナトリウムの方が装置上取り扱い易いから望ましい。また、このとき添加する次亜塩素酸ナトリウムは、工業的に入手可能なものであれば良く、通常12質量%濃度のものが使用される。

【0024】

この次亜塩素酸ナトリウムの使用量は、原料液中のヨウ素酸イオン1モルに対して理論量1モルである。したがって1モル以上、通常は1.05モルが使用される。このときの反応温度は80 から105 まで、好ましくは90 から100 までである。反応で生成したパラ過ヨウ素酸ナトリウムは、冷却した後にろ過してから水洗することによって、高収率で高純度な結晶を得ることができる。

10

【0025】

次に、本発明の第2の実施の形態としてメタ過ヨウ素酸カリウムの製造方法を説明する。

【0026】

まず、パラ過ヨウ素酸ナトリウムを懸濁した水溶液に酸を加えてから加熱することによって、このパラ過ヨウ素酸ナトリウムを酸により処理し、転移させてメタ過ヨウ素酸ナトリウム含有液を得る。そして、このメタ過ヨウ素酸ナトリウム含有液中、あるいはこのメタ過ヨウ素酸ナトリウム含有液を冷却してからろ過にて分離した後の母液中へ無機カリウム塩を添加することによりメタ過ヨウ素酸カリウムを得る。

20

【0027】

原料として使用するパラ過ヨウ素酸ナトリウムは、パラ過ヨウ素酸二ナトリウムまたはパラ過ヨウ素酸三ナトリウムのいずれでも良い。また、原料パラ過ヨウ素酸ナトリウムは、どのような方法で製造されたものでも良いが、特に上述した第1の実施の形態のブローイングアウト法により得られたヨウ素吸収液を原料として用いて製造したパラ過ヨウ素酸ナトリウムが経済的に望ましい。パラ過ヨウ素酸ナトリウムの濃度は、10質量%から50質量%までの範囲で、通常は30質量%から40質量%までの範囲である。

30

【0028】

パラ過ヨウ素酸ナトリウムを処理する酸としては、硫酸、リン酸あるいは硝酸が使用されるが、硫酸が最も経済的で望ましい。硫酸は、通常50質量%のものが扱い易く望ましい。酸の使用量は、パラ過ヨウ素酸ナトリウムに対して理論量以上であり、パラ過ヨウ素酸二ナトリウムと硫酸のケースでは、パラ過ヨウ素酸二ナトリウム1モルに対して硫酸0.5モル以上、通常0.5モルから0.55モルまでの範囲で使用される。酸を添加した後の加熱温度は、50 から100 、好ましくは80 から100 である。このときの加熱時間は、特に限定されず、30分間あれば十分である。

【0029】

得られたメタ過ヨウ素酸ナトリウム含有液、あるいはメタ過ヨウ素酸ナトリウム含有液を冷却してからろ過および水洗した後の母液へ添加する無機カリウム塩としては、塩化カリウムあるいは硫酸カリウムが安価であることから経済的に望ましい。これら塩化カリウムあるいは硫酸カリウムの添加量は、少ないと得られる結晶がナトリウム塩とカリウム塩との混合物となり、多すぎると経済的ではないことから、通常は液中のナトリウムイオン1モルに対して1モルが使用される。

40

【0030】

メタ過ヨウ素酸ナトリウムと無機カリウム塩との交換反応の温度は、特に限定されないが、メタ過ヨウ素酸ナトリウム含有液へ無機カリウム塩を添加した後、一旦加熱して透明な溶液とした後に冷却して晶出することによって、ナトリウム(Na)とカリウム(K)との交換反応を完結させて、高収率でメタ過ヨウ素酸カリウムを得ることができる。

50

【0031】

以上のように、上記各実施の形態によれば、ヨウ素の工業的製造法として広く採用されているブローイングアウト法により得られるヨウ素吸収液から直接パラ過ヨウ素酸ナトリウムを製造する方法、および他の無機陰イオンを含有するメタ過ヨウ素酸ナトリウム含有液から直接メタ過ヨウ素酸カリウムを製造する方法を見出した。

【0032】

すなわち、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が得られ、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、ヨウ素酸まで酸化されることから反応速度が速いこと、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が速く、高い反応速度でヨウ素酸が得られることに基づいて、ヨウ化水素酸を含むヨウ素吸収液をヨウ素源とし、少量のヨウ素を溶解したヨウ素酸水溶液中へヨウ素吸収液と過酸化水素を同時に添加した後、水酸化ナトリウムの添加によってヨウ素酸ナトリウム含有液を得ることができ、アルカリ条件下で次亜塩素酸ナトリウムと反応させることによりパラ過ヨウ素酸ナトリウムを得ることができた。

10

【0033】

さらに、この結晶を酸で処理することによりメタ過ヨウ素酸ナトリウム含有液を得ることができ、この溶液へ無機カリウム塩を添加してナトリウムとカリウムとの交換反応によってメタ過ヨウ素酸カリウムを得ることができた。また、メタ過ヨウ素酸ナトリウム含有液からメタ過ヨウ素酸ナトリウム結晶を取得した後のろ液に、塩化カリウムを添加してナトリウムとカリウムとの交換反応によってメタ過ヨウ素酸カリウムを得ることができた。

20

【0034】

したがって、反応で生成する過ヨウ素酸塩の他は、副生成物として少量の硫酸ナトリウムが生成するが、再結晶精製をすれば不純物を容易に除去できるから、高純度の過ヨウ素酸塩の結晶を高収率で得ることができる。この結果、ヨウ素化合物として比較的高価なヨウ素酸塩を用いる場合に比べ経済的であり、廃液を原料として用いる場合に比べ得られる結晶の純度が高くなるから、高純度の過ヨウ素酸塩を経済的に高収率で得ることができる。

【0035】

なお、上記各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、上記各実施の形態の過ヨウ素酸塩の製造方法は、回分法でも連続法でもできる。

30

【実施例】

【0036】

次に、本発明の実施例を具体的に説明する。

【0037】

このとき、各イオンは、イオンクロマトグラフィの分析にて定量した。さらに、過ヨウ素酸ナトリウムは、JIS K8256(1992)に準拠して定量し、過ヨウ素酸カリウムは、JIS K8249(1992)に準拠して定量した。

40

【0038】

ここで、これらJIS K8256(1992)およびJIS K8249(1992)は、試料1gを全量フラスコ250mlに入れてから水を標線まで加えて水溶液とした後、この水溶液25ml(試料量0.1g)を200ml三角フラスコにとり、水30mlとヨウ化カリウム3gと硫酸(1+5)5mlとを入れて直ちに栓をして暗所に5分間ほど放置してから、0.1mol/lのチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する過ヨウ素酸ナトリウムおよび過ヨウ素酸カリウムの純度の試験方法である。

【0039】

(実施例1)

まず、パラ過ヨウ素酸ナトリウムの製造方法について説明する。

50

【0040】

1 l 4 口フラスコに、38.8質量%ヨウ素酸を77.1 g (0.17モル)と、ヨウ素を1 g (0.004モル)とをそれぞれ入れた後、34.4質量%過酸化水素水と、ヨウ素吸収液(組成: HI 8.2質量%、ヨウ素304 ppm、硫酸水素ナトリウム3.9質量%、アンモニア1665 ppm)とを同時滴下した。

【0041】

34.4質量%過酸化水素水は、21.8 g/hで約5時間かけて109.0 g (1.1モル)滴下した。ヨウ素吸収液は、100.2 g/hで4時間40分かけて468 g (I⁻として0.3モル)滴下した。釜内温度は60 から62 までの範囲で管理した。過酸化水素の滴下が終了した後に放冷して、40 で35質量%水酸化ナトリウムを79.4 g (0.69モル)添加してpH 10に調整した後、減圧濃縮して、約200 gの水を留出させた。

10

【0042】

さらに、95 まで昇温し、12.1質量%次亜塩素酸ナトリウム308.1 g (0.502モル)と、35質量%水酸化ナトリウム51.9 g (0.454モル)とのそれぞれを約20分かけて同時に滴下し、この滴下が終了した後に30分間放置した。この後、この反応液を15 まで冷却してから析出した結晶をろ過した後に少量の水で洗浄してから乾燥させ、126.2 gのパラ過ヨウ素酸二ナトリウムの結晶を得た。このパラ過ヨウ素酸二ナトリウムの結晶は、結晶純度が99.7%で、収率が96.7%であった。

20

【0043】

(実施例2)

次に、メタ過ヨウ素酸ナトリウムの製造方法について説明する。

【0044】

500 ml 4 口フラスコに、上記実施例1で得られたパラ過ヨウ素酸二ナトリウムの結晶108.8 g (0.4モル)と水193.2 gとを入れて懸濁させてから、50質量%の硫酸水溶液41.2 g (0.21モル)を添加する。この懸濁液を95 まで昇温し、95 から100 までの温度で30分間放置した。

【0045】

この放置の後に減圧濃縮して、約100 gの水を留出させた。さらに25 まで冷却してから析出した結晶をろ過した後に少量の水で洗浄した。これを乾燥させて、73.3 gのメタ過ヨウ素酸ナトリウムの結晶を得た。このメタ過ヨウ素酸ナトリウムの結晶は、結晶純度が99.5%で、収率が85.2%であった。

30

【0046】

(実施例3)

次に、メタ過ヨウ素酸ナトリウム分離母液を原料とするメタ過ヨウ素酸カリウムの製造方法について説明する。

【0047】

500 ml 4 口フラスコに、上記実施例2で得られたメタ過ヨウ素酸ナトリウムの結晶を取得した後のろ液150 g (Na⁺ 0.458モル, IO₄⁻ 0.049モル含有)に、25質量%塩化カリウム水溶液136.6 g (0.458モル)を添加してから95 まで昇温し、95 から100 までの範囲で30分間放置した。

40

【0048】

これを15 まで冷却してから析出した結晶をろ過した後に少量の水で洗浄した。これを乾燥させて、13.1 gのメタ過ヨウ素酸カリウムの粗結晶を得た。このメタ過ヨウ素酸カリウムの粗結晶は、結晶純度が80%で、メタ過ヨウ素酸カリウムの収率が92.9%であった。この粗結晶を再結晶精製し、9.7 gのメタ過ヨウ素酸カリウム結晶を得た。このメタ過ヨウ素酸カリウムの結晶は、結晶純度が99.7%で、再結晶収率が92.3%であった。

【0049】

(実施例4)

50

次に、メタ過ヨウ素酸ナトリウム含有液を原料とするメタ過ヨウ素酸カリウムの製造方法について説明する。

【0050】

200ml 4口フラスコに、上記実施例1で得られたパラ過ヨウ素酸二ナトリウムの粗結晶27.2g(0.1モル)と水48.3gとを入れて懸濁させてから、50質量%硫酸10.3g(0.0525モル)を添加して95 から100 までの範囲で30分間放置した。この後、25質量%塩化カリウム(KCl)59.6g(0.2モル)を添加し、再び95 から100 までの範囲で30分間放置した。

【0051】

これを15 まで冷却してから析出した結晶をろ過した後に少量の水で洗浄した。これを乾燥させて、21.5gのメタ過ヨウ素酸カリウムの粗結晶を得た。このメタ過ヨウ素酸カリウムの粗結晶は、 K^+ / Na^+ モル比 = 94 / 6であった。この粗結晶を再結晶精製し、20.1gのメタ過ヨウ素酸カリウムの結晶を得た。このメタ過ヨウ素酸カリウムの結晶は、結晶純度が99.9%で、取得結晶収率が87.4%であった。