

# 抽出法を用いる化学的分析及び 分離の研究 (第2報)

山 本 作 次 郎

第1報では HCl 酸性の  $\text{FeCl}_3$  溶液から HCl-Ether で  $\text{Fe}^{3+}$  を抽出したのであるが、此の第2報では

- (1)  $\text{Fe}^{3+}$  と  $\text{Al}^{3+}$  の混合せる場合
- (2)  $\text{SO}_4^{2-}$  及び  $\text{PO}_4^{3-}$  が各共存する場合
- (3) ベントナイト (通称) 及びセメントより純アルミナの製出について研究した。

## 実 験

I. 塩化アルミニウム水溶液より  $\text{Al}^{3+}$  の抽出有無。結晶性  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  を精製し之より 0.01015 g/ml Al の試液を作つた。此の溶液 10 ml を蒸発乾涸し, HCl (比重 1.100) の 50 ml を加え再溶解し, HCl-Ether で連続 5 回抽出処理を行つた結果, 重量法で Al 量を決定した。

エーテル液層:  $\text{Al}^{3+}$  なし

水 液 層: 0.01018 g/ml Al

之により  $\text{Al}^{3+}$  は HCl-Ether にて抽出されないことを再確認した。

II.  $\text{Al}^{3+}$  と  $\text{Fe}^{3+}$  とが共存する場合に,  $\text{Fe}^{3+}$  の抽出に対し,  $\text{Al}^{3+}$  の影響の有無。

試 液: 0.01017 g/ml  $\text{Fe}(\text{FeCl}_3)$ , 0.01015 g/ml  $\text{Al}(\text{AlCl}_3)$

(1)  $\text{Al}^{3+}:\text{Fe}^{3+} = 1:1$

各の試液 10 ml 宛をとつて混合し, 之を蒸発乾涸し, HCl (比重 1.100) の 50 ml に再溶解し, 等容 HCl-Ether (比重 1.100 HCl の等容と反覆 2 回共振したもの) で連続抽出を行う。

4 回抽出処理後の水液層:  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  の消費量 = 0.21 ml  $\equiv$  0.00139 g/ml  $\text{Fe} \equiv 1.38\% \text{ Fe}$

5 回抽出処理後

{ エーテル液層:  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  の消費量 = 15.38 ml  $\equiv$  0.01017 g/ml Fe

{ 水 液 層: Fe なし

即ち 5 回の抽出処理により  $\text{Al}^{3+}$  より完全に  $\text{Fe}^{3+}$  を分離除去される。

(2)  $\text{Al}^{3+}:\text{Fe}^{3+} = 5:1$  ( $\text{FeCl}_3 = 2$  ml,  $\text{AlCl}_3 = 10$  ml)

4 回抽出処理の水液層:  $\text{Fe}^{3+}$  痕跡

5 回 :  $\text{Fe}^{3+}$  なし

(3)  $\text{Al}^{3+}:\text{Fe}^{3+} = 10:1$  ( $\text{FeCl}_3 = 1$  ml,  $\text{AlCl}_3 = 10$  ml)

4 回抽出処理の水液層:  $\text{Fe}^{3+}$  痕跡

5 回 :  $\text{Fe}^{3+}$  なし

(4)  $\text{Al}^{3+}:\text{Fe}^{3+} = 50:1$  ( $\text{FeCl}_3 = 0.5$  ml,  $\text{AlCl}_3 = 25$  ml)

4 回抽出処理の水液層:  $\text{Fe}^{3+}$  の痕跡

5 回 :  $\text{Fe}^{3+}$  なし

(5)  $Al^{3+} : Fe^{3+} = 100 : 1$  ( $FeCl_3 = 0.5$  ml,  $AlCl_3 = 50$  ml)

2 回抽出処理の水液層:  $Fe^{3+}$  の痕跡

3 回 :  $Fe^{3+}$  なし

(6)  $Al^{3+} : Fe^{3+} = 500 : 1$  ( $FeCl_3 = 0.1$  ml,  $AlCl_3 = 50$  ml)

2 回抽出処理の水液層:  $Fe^{3+}$  の痕跡

3 回 :  $Fe^{3+}$  なし

III.  $Fe^{3+}$  の抽出に  $SO_4^{2-}$  又は  $PO_4^{3-}$  の影響有無。

$FeCl_3$  10ml を蒸発乾涸し, 50ml の  $HCl$  (比重 1.100) を加えて再溶解し, 之に 35.143 N の  $H_2SO_4$  を 0.01 ~ 0.05 ml 加えて, 0.007 ~ 0.035 N- $H_2SO_4$  酸性とせるものにつき,  $HCl$ -Ethen で 5 回連続抽出処理を行い完全に  $Fe^{3+}$  を抽出することが出来た。即ち  $SO_4^{2-}$  の影響は認められない。

又  $Na_3PO_4 \cdot 3H_2O$  を用いて, 之の 1N 溶液を作る。 $FeCl_3$  溶液の 10 ml を蒸発乾涸し, 50 ml の  $HCl$  (比重 1.100) を加えて再溶解する。之に 1 N  $Na_3PO_4$  液を加えて 0.007 ~ 0.035 N の  $PO_4^{3-}$  溶液としたものにつき,  $HCl$ -Ether で 5 回連続抽出処理を行い完全に  $Fe^{3+}$  を抽出除去し得た。即ち  $PO_4^{3-}$  の影響も認められない。

IV. 島根縣能義郡荒島村産ベントナイト (通称) より純アルミナの製出

ベントナイトの分析組成 (%)

水分	灼熱減量	不溶解残渣	$SiO_2$	$Fe_2O_3$	$Al_2O_3$	CaO	MgO
6.19	2.32	54.90	17.19	1.47	14.35	1.94	2.42

即ち  $Fe_2O_3 : Al_2O_3 = 1.47 : 14.35 \div 1 : 10$

$Fe : Al = 1.0 : 7.6 \div 1 : 8$

灼熱処理したベントナイト粉末 1g から普通の方法で  $Fe(OH)_3$ ,  $Al(OH)_3$  の混合物を分離し, 之を少量の  $HCl$  に溶解して, 正確に 100 ml に稀釈する。この溶液は 0.00010 g/ml  $Fe$ , 0.00076 g/ml  $Al$

即ち  $Fe^{3+} : Al^{3+} \div 1 : 7$

この混合溶液の 10 ml をとり蒸発乾涸し, 50 ml の  $HCl$  (比量 1.100) に再溶解した後,  $HCl$ -Ether で 3 回連続抽出処理することにより完全に  $Fe^{3+}$  を除去し得た。水液層よりエーテルを蒸溜し去る。エーテルは精製したものなれば還元性不純物は混在しない筈であるが, 念のため此の残留水溶液に 10 ml の  $H_2O_2$  を少量宛数回に分けて加え攪拌・加熱・煮沸を経て過剰の  $H_2O_2$  を分解し去る。この溶液の一部をとり沃度法で  $Fe^{3+}$  の痕跡なきことを確めた。大部の溶液は  $NH_4OH$  水で弱アルカリ性として,  $Al(OH)_3$  を沈澱せしめ, 濾過・水洗・灼熱して純アルミナを得た。

V. 日本セメント会社ポルトランドセメントより純アルミナの製出

分析組成:  $Fe_2O_3$  (3.65%),  $Al_2O_3$  (6.24%),  $SiO_2$  (21.15%)

IV. と同様の処理を行い, 0.000255 g/ml  $Fe$ , 0.00033 g/ml  $Al$  即ち  $Fe : Al = 1 : 1.3$  の溶液を得た。

この 10 ml を同前の処理をした後,  $HCl$ -Ether で 3 回連続処理することにより完全に  $Fe^{3+}$  を抽出除去し得た。処理も IV と同様にして純アルミナを得た。

## 結 語

(1)  $AlCl_3$  溶液を  $HCl$ -Ether で連続抽出処理を行つても,  $Al^{3+}$  は抽出されないことを再確認した。

- (2) 種々なる割合に混在する  $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{AlCl}_3$  水溶液より,  $\text{HCl}$ -Ether で数回連続抽出を行つて  $\text{Fe}^{3+}$  を完全に除去し得られることを明かにした。
- (3)  $\text{Fe}$  と  $\text{Al}$  との定量分離に  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$  の影響なきことを明かにした。
- (4) 実際例として荒島村産通称ベントナイト及びセメントより  $\text{Fe}$  を抽出除去して純アルミナを製出した。

#### 文 献

第1報に同じ。