

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 FeCl_3 溶液から HCl-Ether で Fe^{3+} を抽出したのであるが、此の第2報では

- (1) Fe^{3+} と Al^{3+} の混合せる場合
- (2) SO_4^{2-} 及び 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 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: Al^{3+} なし

水 液 層: 0.01018 g/ml Al

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

II. Al^{3+} と Fe^{3+} とが共存する場合に, Fe^{3+} の抽出に対し, 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 Al^{3+} より完全に 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: Fe^{3+} 痕跡

5 回 : 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: Fe^{3+} 痕跡

5 回 : 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: Fe^{3+} の痕跡

5 回 : 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 FeCl_3 , AlCl_3 水溶液より, HCl -Ether で数回連続抽出を行つて Fe^{3+} を完全に除去し得られることを明かにした。
- (3) Fe と Al との定量分離に SO_4^{2-} , 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 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。