

残滓より燐ウオルフラム酸の回収に就て (第二報)

農學博士 吉村清尙

久永周一郎

有機鹽基類の分離に使用せる燐ウオルフラム酸の残滓より燐ウオルフラム酸を回収する方法に就ては、著者の1人(吉村)は曾て(鹿兒島高等農林學校學術報告第3號、大正8年12月發行)研究成績の一端を公にせるが、實施上困難なる點少からざりしを以て、今回更に同問題に就て實驗を重ね比較的、簡易にして實用上好適の方法を定め得たりしを以て、茲に第2報としてその梗概を報告することとせり。

(第一) 残滓よりウオルフラム酸(WO_3)の製出

供試残滓を乳鉢にて良く粉碎し、その1匁を大形磁蒸製發皿に採り、別に濃鹽酸500匁と濃硝酸250匁との混合液を作りこれを前の供試品に徐々に加へよく混和せしむる時は、盛に發泡して作用し、残滓は黃變するに至る。全混合酸液の注加を終り發泡止みたる時、良く攪拌しつゝ加熱し沸騰するに至り火を去り放冷せしめ、水にて稀釋したる後濾過す。濾紙上の残滓は熱湯を以てよく洗滌したる後蒸發皿に移し、徐々に熱を加へ灼熱するときは残留せる鹽酸・硝酸等は揮發して後にウオルフラム酸・硫酸バリウム等より成れる黃白色の粉末(收量約700瓦)を残留す。

(第二) 粗製ウオルフラム酸よりウオルフラム酸曹達(Na_2WO_4)の製法

前項に於て得たる粗製ウオルフラム酸1匁を大蒸發皿に採り、約1立の水を加へて良く攪拌し加熱しつゝ苛性曹達の濃溶液を加ふるときは、黄色のウオルフラム酸は曹達鹽となりて溶解すると同時に前項に於て鹽酸或は硝酸に依つて分解し得ざりし硫酸バリウムは白色の不純物として残留す。但し苛性曹達の用量はウオルフラム酸の黄色が消失するを度とし約200瓦を要す。かくて不溶解物を濾し去り、濾液を蒸發濃縮したる後冷却すれば白色のウオルフラム酸曹達を析出し、その收量約200瓦に達す(供試原料1匁に對し約140瓦のウオルフラム酸曹達を得べき割合なり)。

(第三) ウオルフラム酸曹達より燐ウオルフラム酸の製法

ドレクセル氏(E. Drechsel. Ber. 20 1452, 1887)の方法に依り次の如く操作せり。即ち第2項の方法に依りて得たるウオルフラム酸曹達500瓦と燐酸曹達の結晶250瓦とを大蒸發皿に採り、これに水500匁を加へて加熱すれば、稍灰色を帯べる重き透明液を得、此の際不純物あれば濾し去り濾液を蒸發濃縮するときは遂に液面に結晶の薄膜を形成するに至る。茲に於て良く攪拌しつゝ濃鹽酸(比重1.14)を滴加すれば漸次濃き乳白色に變するも、終に黃綠色の透明液となるを以て、此の

際鹽酸の滴下を止む（約700 匁の鹽酸を要す）。同液は更に蒸發して液面に結晶の薄膜を生ずるに至りて火を去り、約一晝夜間放置するときは先づ鹽化ナトリウムが析出すべきが故に、これを除きたる後母液を分離漏斗に採り、エーテルを少量づつ加へ強く振盪するときは白濁液となり、これを靜置すれば漸次淡綠色の油狀液となりて沈下す（此の油狀液の全く沈下せざるに至るまでエーテルにて處理するを要す）。かくして該油液を集ぬ略同容の水を加へてエーテルを蒸發し去れば濃綠色乃至藍色の液を得べきが故に、これに鹽素瓦斯を通じて脱色し鮮黄色を呈するに至りたる後蒸發乾涸せしめ、更に水に溶解し蒸發濃縮放冷すれば無色の光輝ある結晶を析出す。但し1回にては多少着色するに依り2~3回繰り返し精製するを要す。然るときは約300 瓦の精品を得べし。即ち1匁の供試原料より84瓦の燐ウオルフラム酸を回収し得べき割合なり。前記の方法に依り燐ウオルフラム酸1匁を製するに要すべき原料藥品の用量を算出すれば下の如し。

残 滓（原料）	約 12匁
鹽 酸	約 20听
硝 酸	約 8听
苛 性 曹 達	約 3听
磷 酸 曹 達	約 2听
エ ー テ ル	約 6听

附記 製品の價値（品質の鑑定）

本法に依り新たに調製したる燐ウオルフラム酸の品位を定めんが爲市販の品と共にコリンの溶液に對する沈澱能力を比較したる結果を示せば次の如し。

獨逸メルク製品	91.35%（コリン中Nの沈澱せられたる量）
和 製 品	89.19%（同 上）
自 製 品	90.14%（同 上）

（昭和11年3月記）