

(210) 製鋼炉ダスト中の亜鉛の定量

トピー工業(株)技術部 若松茂雄

陰イオン交換樹脂によるZnの分離法を検討し、ダスト中のZnを分離するための最適条件を確立した。陰イオン交換樹脂によるダスト中の成分、Fe, Al, Mn, Ca, Mg, Cr, Sn, Pb, As, Ni, Cu などからZnの分離では、Sn, Pb, As, Cu, Fe, などの分離が完全でなく、特にPbがのちのEDTA滴定の妨害になる。このため陰イオン交換樹脂法で分離後、EDTAでZnを滴定する従来の鉄鉱石、ダストなどのZnの定量法では、すべて前処理においてPbを分離する方法をとっている。著者はEDTAによるZnの滴定法ならびに共存成分の隠蔽法について検討し、Pb共存のもとにZnを滴定する方法を確立した。

この確立した分離条件ならびに滴定法により、平炉ダスト中のZnを定量し、良好な結果が得られた。分析操作はつきのごとくである。

(1) 試料0.4gを100mlの「ニカルヒーカー」にはかりとり、HCl 10mlを加え加熱分解し、HNO₃ 3mlを加え酸化する。つきにHClO₄ 10mlを加えひきつづき加熱し、HClO₄白煙を発生させ液量が約1mlになるまで蒸発させる。

(2) 冷却後、温HCl(2N) 20mlを加え少しく加熱して塩類を溶解し、濾紙(5種A)を用い、100mlメスフラスコ中に濾過し入れる。温HCl(2N)でほぼ標線近くまで洗浄する。冷却後、HCl(2N)を加え標線に合せる。沈殿および濾紙は捨てる。

(3) このうちより10~50ml(注1)を正しく分取し、HCl(2N)を加えて50mlとする。これを陰イオン交換樹脂Dowex 1-X8 10gを詰めたカラムを6ml/minの流速で通しZnを吸着させる。つきに共存成分を洗いたすためにHCl(2N) 5.0mlを上記と同じ流速でカラムを通す。これらの流出液は捨てる。

(4) HNO₃(0.3N) 50mlを上記と同じ流速でカラムを通しZnを溶離させる。

(5) 溶離液にNH₄OH(1+1)を加えて弱アルカリ性(メリット)とする。2~3分間煮沸してFeその他の沈殿を凝集させる。濾紙(5種A)を用いて濾過し、温NH₄OH(1+100)で3~4回洗浄する。濾洗液に水を加えて液量を約120mlとする。沈殿および濾紙は捨てる。

(6) 濾液にHClを加えて弱酸性とし、酒石酸溶液(10%) 5ml, KCN溶液(20%) 10mlおよびNH₄OHを加えpHを約9.5とする。これにEBTメタール溶液(0.5%) 3~4滴を加える。もし、溶液が赤紫色を呈したならば0.01M EDTA標準液で溶液が青色を呈するまで滴定する。つきに、ホルマリン溶液(4%) 5mlを加える。かきませたのち0.01M EDTA標準液で滴定し、溶液が赤紫色から青色に変わった臭を終臭とし、この滴定に要した0.01M EDTA標準液量からZn量を算出する(注2)。

注1 分取量はZn含有量5%未満は50ml, 5%以上10%未満は25ml, 10%以上は10mlとする。

注2 本法の分析所要時間は約100分間である。