

電解重量法の分析精度について

1. はじめに

電解重量法は、銅などのイオン化傾向が小さく金属に還元されやすい元素を精度良く分析する手法です。鉄鋼やアルミニウム合金においては、通常、主成分である鉄やアルミニウムを分析する必要はありません。しかし、銅合金においては、銅含有率により材料規格が変わるため、主成分の銅を分析する必要があります。

2. 電解重量法の原理について

電解重量法の分析方法は、最初に試料を酸で溶解し、分析対象元素をイオン化します。次に、**図**のように、予め重量測定をした白金電極を溶液に浸漬させ、電流を流し、分析対象元素をイオンから金属に還元します。溶液中のイオンをすべて金属に還元した後、再度白金電極の重量を測定し、分析値とします。本方法はICP発光分析法などの機器分析に比べて時間がかかりますが、天秤を用いて正しく分析を行えば、高い分析精度が得られます。

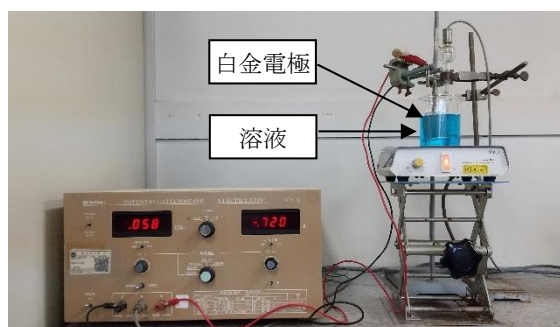


図 電解重量分析装置

3. 分析事例

銅含有率99.99%以上の純銅を用いて、銅電解重量法と、機器分析の一つであるICP発光分析法における分析精度の比較を行いました。銅電解重量法については、試料1.00gを量り取り、JIS H1051に準じて、試料調製および分析を行いました。ICP発光分析法は、試料1.00gを塩酸24mLと硝酸12mLの混酸で溶解し、100mLに定容した後、500倍に希釈し、波長213.598nmにおける発光強度を測定し定量分析を行いました。

表に、それぞれの分析法で3回繰り返し分析を行った時の結果を示します。表中のSDは標準偏

差のことで、ばらつきの大きさを表します。例えば、分析値が $100.09 \pm 0.06\%$ と表記されている場合、平均値 $\pm 2SD$ ($100.09 \pm 0.12\%$) に真の値が含まれる確率が、約95%ということを表しています。本事例では、電解重量法、ICP発光分析法のどちらの分析法でも、平均値 $\pm 2SD$ に真の値が含まれており、分析法は妥当だと考えられます。

表 電解重量法とICP発光分析法の比較

分析方法	平均値 $\pm SD$ (mass%)	RSD (%)
電解重量法	100.09 ± 0.06	0.06
ICP発光分析法	99.12 ± 1.23	1.24

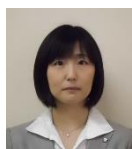
表中のRSDとは相対標準偏差のことで、SDを平均値で割った値であり、ばらつきを相対的に評価することができます。例えばRSDが2.5%の場合、平均値 $\pm 5\%$ の範囲に真の値が含まれる確率が約95%のため、分析精度はおおむね2桁あると評価できます。実際の分析精度評価には、分析者が同じ条件で行う繰り返し性の他に、分析者や分析日時が異なる条件で行う再現性の評価等が必要となります。

本事例の分析法の比較では、電解重量法のRSDは0.06%と非常に精度が良い分析法であることが分かります。銅合金においては、主成分の銅に要求される分析精度は3桁もしくはそれ以上であることから、銅電解重量法が適しています。しかし、銅以外の添加元素については、添加量は数%、要求される分析精度は2桁であるため、RSDが1%程度のICP発光分析法でも十分な精度で分析することが可能です。

このように、定量分析を行う際には、要求される分析精度、分析に要する時間などを考慮し、適切な分析方法を選択する必要があります。

4. おわりに

当センターでは銅合金中の銅電解重量法や、機器分析による鉄鋼、非鉄など様々な金属材料の定量分析を行っております。その他定性分析や異物分析についてもぜひご相談ください。



産業技術センター 化学材料室 山口梨斉 (0566-24-1841)
研究テーマ：金属材料その他無機材料の定性/定量分析
担当分野：材料分析