

日本分析化学会

化学分析技能研究懇談会

Discussion Group of Knowledge and Skills of
Chemical Analysis

ニュースレター Vol.6

❖ 巻頭写真

- ・ シリンジディスクフィルター
.....上本 道久

❖ 目次

- ・ 公設試験研究機関における化学
分析業務について
.....山口 梨斉
- ・ 分析化学にまつわる思い出
.....小熊 幸一

入会はこちらへ

上本 道久 (委員長) / 明星大学

michihiisa.uemoto@meisei-u.ac.jp

上原伸夫(会計担当) / 宇都宮大学

ueharan@a.utsunomiya-u.ac.jp

シリンジディスクフィルター

上本 道久



シリンジに装着した使い捨てタイプのシリンジディスクフィルター（各種メンブランフィルター入）。調製後の溶液の加圧ろ過に有用で、比較的少量(100 cm³以下)の液体を簡単にろ過できる。

公設試験研究機関における化学分析業務について

山口 梨斉

1. はじめに

公設試験研究機関（以下公設試）とは、都道府県または市などの地方公共団体が設置している公的な機関で、依頼試験や研究業務等を通じて地域の技術的な課題を解決することを目的としている。あいち産業科学技術総合センターは豊田市の本部をはじめ県内に7拠点を有しており、輸送機械、食品、繊維、窯業など幅広い分野において企業からの依頼試験や研究業務を行っている。私はそのうちの一つである産業技術センターの化学材料室に所属しており、主に輸送機械などの金属材料・製品の依頼試験を行っている。本稿では公設試における化学分析業務（主に金属分析）の現場で感じたことを述べてみたい。

2. 分析技術の向上について

企業からの依頼を受けて行う分析業務では、限られた時間の中で信頼性の高い分析値を出すことを求められる。機器分析と湿式化学分析を比較した場合、機器分析は前処理等の操作が比較的簡便で、経験が浅い分析者でも安定した値を出しやすい。それに対して、重量分析・容量分析などの湿式化学分析は精確であるが、操作が煩雑で時間が掛かり、分析担当者の経験も要求されることから敬遠される傾向にある。しかしながら、湿式化学分析は試料の秤量、溶液のろ過、残渣の融解など、基本操作の中に細かい注意点やノウハウが多く、定期的に行わないとちょっとしたコツなどを忘れやすい。そのため、分析担当者は機器分

析に従事しつつ、どれだけ湿式化学分析を業務に取り入れ、分析技術の維持・向上を図ることができるかが課題となっている。

当センターではこのような課題を解決する方法として、毎年2つの共同分析に参加し、様々な種類の試料を分析することで分析技術の維持・向上に取り組んでいる。

1つ目は産業技術連携推進会議 知的基盤部会 分析分科会が開催する共同分析であり、毎年異なる試料を全国の公設試が分析し、結果の検討を行うものである。例年、重量法など湿式化学分析が可能な分析成分が入るよう運営委員で実施成分の検討を行っており、結果の検討についても、数値のみではなく分析フローや前処理も含め詳細に検討を行っている。2つ目は東海3県の公設試および民間企業で構成される東海無機分析化学研究会金属部会である。この部会の特徴として、1つの試料に対する分析元素数が多く、微量成分を積極的に分析することがあげられる。また、結果についてもばらつきを検討し、RSDが基準に入らない場合は再試験や再報告を求めている。このため、1つの試料にかかる時間は長くなるが、分析方法、前処理についてより深い考察や検討が可能になる。

これらの共同分析では、結果の検討や情報・意見交換を行う会議がある。当センターに無い分析のノウハウ、試験研究機関ごとの特色、近年では化学物質管理に関する情報が得られる貴重な場となっており、日々勉強させていただいているところである。

3. 分析技術の継承について

当センターの分析の部署には必ずしも分析化学を学んだ職員が配置されるとは限らない。また、人事異動等による職員の入れ替え等も数年に一度ある。このような現状で、分析経験が少ない職員を短期間でどう育成するか、特に湿式化学分析の細かいノウハウをどう伝えていくかが課題となっている。

一例として、JIS H 1051 銅及び銅合金中の銅定量方法¹⁾に規定される銅電解重量法（硝酸・ふっ化水素酸・ほう酸法）の溶液調製を挙げる。本法では試料を硝酸・ふっ化水素酸・ほう酸の混酸に溶解し、90℃で1～2時間窒素酸化物を追い出した後に放冷、かき混ぜながらアンモニア水を沈殿が生じるまで滴加する。この溶液に過剰な硝酸を加えてから電解により電極に銅を付着させ重量から銅を定量する。今回、比較のために純銅（99.99%）、銅合金鋳物CAC406（Cu:83～87%、Sn:4～6%、Pb:4～6%、Zn:4～6%）、快削黄銅C3603（Cu:57～61%、Pb:1.8～3.7%、Fe:～0.35%、Zn:残部）を本法に従って混酸に溶解し、アンモニア水を沈殿が生じるまで滴加した後の電解溶液の状態を図1に示す。

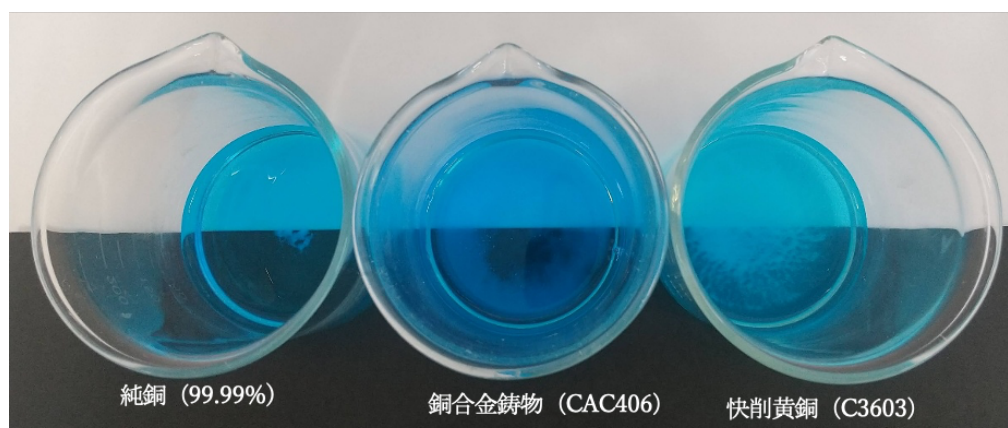


図1 アンモニア水滴加後の電解溶液および沈殿

溶液の色は銅イオンの量で変化するため、純銅では青色が濃くなり、銅の比率が低い快削黄銅ではやや薄くなる。また、沈殿の大きさも異なり、純銅では沈降しやすい比較的大きい沈殿が生じているのに対し、銅合金鋳物や黄銅では沈殿が小さく、濁ったような外観になっている。このように、同じ前処理を行っても滴加後の状態が合金の組成により異なり、更に同一試料をn=2で実施したそれぞれの見た目が異なる場合もある。

図2は銅合金鋳物CAC406を本法に従って混酸に溶解し、アンモニア水を沈殿が生じるまで滴加した後の電解溶液の状態である。左と中央は90℃で2時間窒素酸化物を追い出したもの、右が90℃で0.5時間窒素酸化物を追い出したものになる。左と中央は同一条件にも関わらず、左の方が水色はやや明るく、中央の溶液は濁りのある青色である。また右のように、前処理時の窒素酸化物の追い出しが不足すると、アンモニア水添加時に発生する二酸化窒素により水色が緑になる。

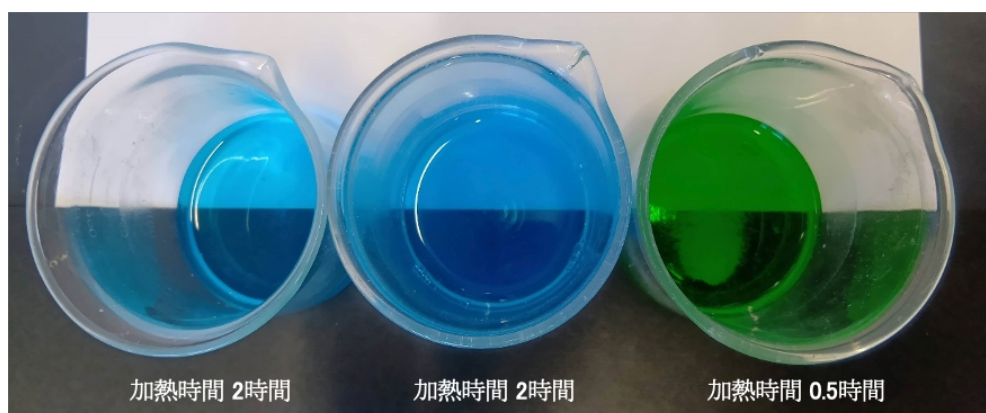


図2 銅合金鋳物CAC406 アンモニア水滴加後の電解溶液および沈殿

この3つの電解溶液に硝酸を加えて電解した際の結果を表1に示す。

表1 銅合金鋳物CAC406の銅電解重量法結果

	左	中央	右
試料重量(g)	1.25017	1.25004	1.25027
付着銅重量(g)	1.07499	1.07493	1.07348
電解液中銅重量(g)	0.00045	0.00080	0.00181
銅合計(g)	1.07544	1.07573	1.07529
銅含有率(mass%)	86.02	86.06	86.00

本法の2分析間の許容差は0.1%であり、今回の3つの実験結果はいずれも許容差の範囲内であった。しかし、付着銅重量には差があり、右の付着量が少ない。これは窒素酸化物の追い出しが不十分なことにより、電極に付着させた銅の再溶解が起きているためだと推測される。本法では電極の秤量後、電解液中の銅を吸光光度法、もしくはICP発光分析法により分析し付着銅量に足し合わせるため、電解液中に残存する銅が多くなるとばらつきが大きくなる。そのため、電解液中に残存する銅はできるだけ少ないことが望ましく、正しい前処理が重要になる。

以前、当センターで分析マニュアルを作成した際、写真等を添付し内容の充実を図ったことがある。しかし、文章や写真では情報が不十分で、手を動かし、試料や溶液の変化を目で見なければわからないことが非常に多い。現在では、湿式化学分析を実施する際には若手職員に見学させるようにしてことで技術の継承を図っている。しかし、この方法では伝えられる技術に限界があるなどの課題があり、技術を伝える難しさを日々実感しているところである。

4. おわりに

化学分析業務の中で、分析技術の維持、向上、伝承における課題を述べたが、これらは他部署、他機関等と知識や技術を共有することである程度解決できることが期待される。本ニュースレターも化学分析のTipsや他機関の現状等参考になることが多く、今後の業務に活用したいと考えている。

[あいち産業科学技術総合センター 産業技術センター 化学材料室]

分析化学にまつわる思い出

小熊 幸一

修士課程修了後1年半ほど通産省工業技術院東京工業試験所に技官として勤務し、その後千葉大学工学部へ助手として転出、65歳で定年退職した。この間、分析化学の研究と教育に携わり、前者については主として金属元素の分離・定量法の開発を行ってきた。その際に常に念頭においていたことは、恩師であり後に上司でもあった黒田六郎先生の言葉「理論は新しい理論によって覆される可能性があるが、正確な分析値は永久に残る」であった。また、「いい加減な分析値を報告すると鼎（かなえ）の軽重を問われる」と繰り返し忠告された。確かに自分で開発した分析法を用いて、米国地質調査所製の標準岩石および海水等地球化学的試料中の微量元素を緊張して測定した日々のことは未だに忘れない。

1995年の資源再利用が世間で騒がれたころ、新日鉄の小野昭紘氏に誘われて日本鉄鋼協会に入会し、1996～2000年にかけて「有害試薬を用いない新高感度分析技術研究会」の主査を務めた。その間は、分離分析にイオン交換カラムクロマトグラフィーを採用し、さらにはオンライン分離のためフローインジェクション分析法を適用した。これら日本鉄鋼協会の活動に関わっていた頃は、大学研究所関係では中原武利先生(大阪府立大学)、山根 兵先生(山梨大学)、平井昭司先生(武蔵工業大学)、上本道久先生(東京都立産業技術センター・現明星大学)、鉄鋼業界では新日鉄の佐伯正夫氏、小野昭紘氏、日本鋼管の石橋耀一氏、吉川裕泰氏の皆さん方に鉄鋼分析とは如何なるものか、をご教示戴いた。当時、日本鉄鋼協会は大手町の経団連開館中であって、協会の委員会が17時以降に終了すると（会議延長のため？）経団連開館内のレストランへしばしば直行した。こうしたことが縁となり、複数の鉄鋼会社の分析業務に携わっている方々を対象に湿式分析の基本を講義する機会があった。その際は試料の酸溶解を始めとして、薄層クロマトグラフィ用ガラス板の洗浄に使用していたいわゆるクロム酸混液の小滴を目に入れて痛い思いをしたことなど、自分の経験にもとづいた具体的な話をするように努めた。

ところで、元素Aを定量する新しい分析法を構築できた場合、その方法の信頼性を確認する方法の一つは認証標準物質を入手し、開発した分析法により元素Aを定量した結果を認証値および不確かさと比較することである。分析化学便覧(現在改訂中)には多様な標準物質の情報が掲載されている。かつて産業技術総合研究所計量標準総合センターの認証標準物質(NMIJ CRM)生産の末席を汚した者として、分析技能向上のために標準物質の有効活用が進展することを願っている。

[千葉大学 名誉教授]

巻頭写真を募集します

会員内外の読者からの巻頭写真を募集します。化学分析で使われる装置・器具やその使用方法など、何か面白い写真はありますか。どしどし編集事務局（上本）までお寄せください。

