

日本伸銅協会技術標準

銀入銅中の銀定量方法

Method for Determination of Silver in Silver-Bearing-Copper.

1. 適用範囲

この技術標準は、銀入銅中の銀定量方法について規定する。

2. 一般事項

この方法に共通する一般事項は、JIS K 0050 (化学分析通則) 及び JIS H 1291 (銅及び銅合金の原子吸光分析方法) による。

3. 定量方法の区分

銀の定量方法は、原子吸光法による。
この方法は、銀入銅中の銀含有率0.02%以上2%未満の試料に適用する。

4. 原子吸光法

4.1 要旨

試料を硝酸で分解し、一定量とした後、原子吸光光度計を用いて、吸光度を測定する。

4.2 試薬

試薬は次による。

- (1) 硝酸 (1+1、1+9)
- (2) 銅 (99.96%以上で銀含有率0.002%以下のもの)
- (3) 標準銀溶液 (100 µg/ml)、銀 (99.99%

以上) 0.500 gをはかり取り、ビーカー (200ml) に移し入れ、時計皿で覆い、硝酸 (1+1) 20mlを加え、静かに加熱して分解する。冷却後、500mlのメスフラスコに水で洗い移し、硝酸 (1+9) で標線まで薄めて原液 (1 mg Ag/ml) とし、褐色瓶に入れ暗所に保存する。この原液を使用の都度、水で正しく10倍に薄めて標準銀溶液とする。

4.3 試料はかり取り量

試料のはかり取り量は1.0 gを1 mgのけたまでとする。

4.4 操作

定量操作は、次の手順による。

- (1) 試料をはかり取ってビーカー⁽¹⁾ (200ml) に移し入れ、時計皿で覆い、硝酸 (1+1) 20mlを加えて加熱分解した後、静かに加熱して酸化窒素を追い出す。
- (2) 冷却後100mlのメスフラスコに水で洗い移し、標線まで薄める。
- (3) この溶液⁽²⁾を銀量が100~500 µgになるように100mlのメスフラスコに分取し、硝酸 (1+9) で標線まで薄める。
- (4) この溶液を空気—アセチレン炎中に噴霧し、原子吸光光度計を用いて波長328.1 nmでの吸光度を測定する。

4.5 空試験

4.7の標準銀溶液添加量0mℓの溶液の吸光度を空試験とする。

4.6 計算

4.7で作成した検量線から銀量を求め、試料中の銀含有率を次の式によって算出する。

$$\text{銀(\%)} = \frac{A}{W \times B} \times 100$$

ここに A：試料溶液中の銀検出量(g)

B：試料溶液の分取比

W：試料はかり取り量(g)

4.7 検量線の作成

数個のビーカー(200mℓ)に銅1.0gをはかり取り、硝酸(1+1)20mℓを加え加熱分解した後、静かに加熱して酸化窒素を追い出す。冷却後100mℓのメスフラスコに水で移し入れ⁽³⁾標線まで薄める。

この溶液を4.4(2)で分取した溶液と同量分取して数個の100mℓのメスフラスコに

移し入れ、標準銀溶液を0~5mℓ(銀として0~500μg)段階的に加え、硝酸(1+9)で標線まで薄める。

以下4.4(4)の手順に従って操作し、試料と並行して測定した吸光度と銀量の関係線を作成し、原点を通るように平行移動して検量線とする。

注(1) ビーカー、メスフラスコ、ピペットなど使用する器具類は、水で洗浄したものを用いる。水道水などが付着していると、試料中の銀と反応して塩化銀が生成する。

(2) 試料中の銀含有率が0.02~0.05%の場合は4.3(3)の操作は行わない。

(3) 注(2)を適用する場合は、標準銀溶液0~5mℓ(銀として0~500μg)を段階的に加え水で標線まで薄める。

以下4.4(4)に従って操作し、試料と並行して測定した吸光度と銀量の関係線を作成し、原点を通るように平行移動して検量線とする。

銀入銅中の銀定量方法解説

1. ま え が き

銀入銅は現在JIS製品規格には規定されていないが、銀含有率が0.02~0.5%程度の数種類の市販品がある。

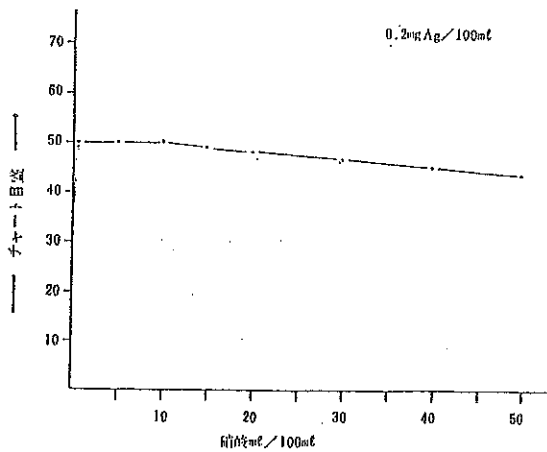
銀定量方法としてはJIS H 1201-1977(銅製品分析方法)に重量法及び吸光光度法が規定されているが、実際には迅速性の面からも原子吸光光度法で分析する機会が多いので、原案(資料1)が提案された。

当分析委員会で共通試料を用いて共同実験を行い、検討審議した結果、感度、精度ともに十分なので日本伸銅協会技術標準として採用することにした。

2. 主な項目の説明と検討結果

(1) 銀0.2mg/100mℓ中の溶液について、硝酸濃度の影響を解説図1に示す。溶液100mℓの硝酸量が1mℓ以下では吸光度が低く、1~10mℓで一定となる。又、硝酸15mℓ以上で徐

解説図1 硝酸濃度の影響



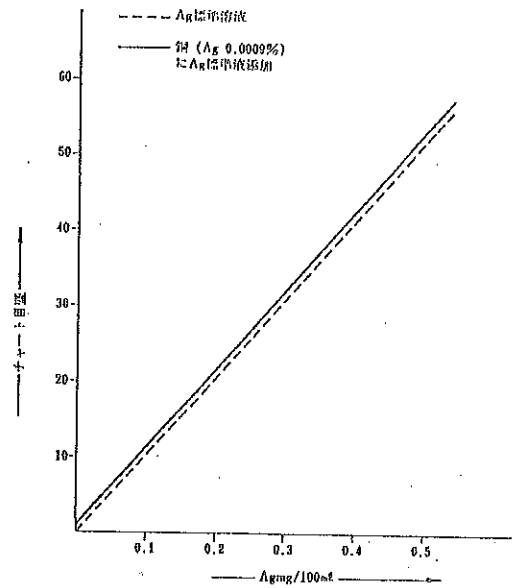
々に吸光度は低くなる。

(2) 銀は塩酸が高濃度の溶液では溶解するが、塩化物イオンが希薄な溶液中では沈殿する。従って使用する水や容器から少量の塩化物イオンが混入することは避けねばならない。

共通試料(銀0.220%) 1gを、硝酸(1+1) 20mlと塩酸で溶解した結果、塩酸量0.1~1mlでは溶解時に沈殿(塩化銀)が生成し、5~10mlでは100mlに薄めると沈殿が生成した。又塩酸量20ml以上では沈殿物は認められなかった。

(3) 妨害元素については、銀が妨害を受けることの少ない元素であり、又分析試料を銀入銅に限定していることから、特に行っていない。

解説図2 検量線の例



バーナー角度	20度
空気流量	10l/min
アセチレン流量	2.5l/min
ランプ電流	10mA
分取量	50ml
	(総量として0.5g)

銅の327.4nmの分析線の干渉を考慮する必要があるとの文献もあるが、実際に用いた原子吸光光度計では妨害は認められなかった。しかし安全をみて検量線の作成に際しては、試料と同量の銅を共存させることにした。

(4) 現在多種の原子吸光光度計があり、装置により感度や、最適定量濃度範囲が各々異なるので、吸光度の測定に関しては、装置の感度を調節したり、バーナーの光路に対する角度を調節することにより、各装置に適した測定条件を選ぶ必要がある。

(5) 検量線の例を解説図2に示す。

3. 共同実験結果

共通試料による共同実験結果（資料2～17）を解説表1に示す。

解説表1 共通試料（銀入銅）分析結果

単位：%

分析所	銀の定量結果		
	X	\bar{X}	R
L 1	0.22 0.22	0.220	0.00
L 2	0.21 0.21	0.210	0.00
L 3	0.24 0.24	0.240	0.00
L 4	0.22 0.23	0.225	0.01
L 5	0.22 0.22	0.220	0.00
L 6	0.22 0.23	0.225	0.01
L 7	0.21 0.22	0.215	0.01
L 8	0.21 0.22	0.215	0.01
L 9	0.22 0.22	0.220	0.00
L10	0.22 0.22	0.220	0.00
L11	0.23 0.22	0.225	0.01
L12	0.22 0.22	0.220	0.00
L13	0.22 0.22	0.220	0.00
L14	0.22 0.21	0.215	0.01
$\bar{\bar{X}}$	0.220		
\bar{R}	0.004		
$\sigma_{\bar{x}}$	0.00707		

共同実験参加分析所

清峰金属工業株式会社

玉川機械金属株式会社

古河電気工業株式会社中央研究所

古河電気工業株式会社日光電気精銅所

三菱金属株式会社桶川第1製作所

三菱電機株式会社相模製作所

株式会社神戸製鋼所

軽合金伸銅事業部研究部

三宝伸銅工業株式会社

住友軽金属工業株式会社

同和金属工業株式会社

日本伸銅株式会社

富士伸銅株式会社

古河電気工業株式会社三重伸銅工場

古河電気工業株式会社大阪伸銅所

4. 資 料

- | | | | |
|------|---------|-------------|----------------------|
| (1) | 55-西-8 | 銅中の銀定量方法(案) | 古河電気工業(株) 大阪伸銅所 |
| (2) | 55-西-15 | 共同実験結果 | (株)神戸製鋼所 軽合金伸銅事業部研究部 |
| (3) | 55-西-16 | " | 住友軽金属工業(株) |
| (4) | 55-西-17 | " | 同和金属工業(株) |
| (5) | 55-西-23 | " | (株)神戸製鋼所 軽合金伸銅事業部研究部 |
| (6) | 55-西-24 | " | 古河電気工業(株) 三重伸銅工場 |
| (7) | 55-西-25 | " | 日本伸銅(株) |
| (8) | 56-西-1 | " | 三宝伸銅工業(株) |
| (9) | 56-西-2 | " | 古河電気工業(株) 大阪伸銅所 |
| (10) | 56-西-3 | " | 住友軽金属工業(株) |
| (11) | 56-東-40 | " | 玉川機械金属(株) |
| (12) | 56-東-41 | " | 三菱金属(株) 桶川第1製作所 |
| (13) | 56-合-13 | " | 清峰金属工業(株) |
| (14) | 56-合-14 | " | 三菱電機(株) 相模製作所 |
| (15) | 57-東-1 | " | 古河電気工業(株) 日光電気精銅所 |
| (16) | 57-東-2 | " | 古河電気工業(株) 中央研究所 |
| (17) | 57-西-3 | " | 富士伸銅(株) |

制 定：1984年9月13日

審 議 機 関：日本伸銅協会 技術常任委員会 規格委員会

原 案 作 成：分析委員会