4.13 鉄

4.13.1 鉄全量

4.13.1.a フレーム原子吸光法

(1) 概要

この試験法は肥料に適用する。この試験法の分類は Type B であり、その記号は 4.13.1.a-2024 又は T-Fe.a-1 とする。

分析試料を灰化－王水分解で前処理した後、アセチレン－空気フレーム中に噴霧し、鉄による原子吸光を波長 248.3 nm で測定し、分析試料中の鉄全量(T-Fe)を求める。また、含鉄物中の鉄分の量を算出する場合は分析試料中の鉄分(T-Fe_2O_3)を求める。なお、この試験法の性能は**備考 5** に示す。

(2) 試薬等 試薬及び水は、次による。

a) 水: JIS K 0557 に規定する A3 の水。

b) 硝酸: 有害金属測定用、精密分析用又は同等の品質の試薬。

c) 塩酸: 有害金属測定用、精密分析用又は同等の品質の試薬。

d) 鉄標準液(Fe 100 μg/mL): 国家計量標準にトレーサブルな鉄標準液(Fe 100 μg/mL)。

e) 検量線用鉄標準液(Fe 0.5 μg/mL～5 μg/mL)[1]: 鉄標準液(Fe 100 μg/mL)2.5 mL～25 mL を 500 mL 全量フラスコに段階的にとり、標線まで塩酸(1+23)を加える。

f) 検量線用空試験液[1]: **e)**の操作で使用した塩酸(1+23)。

注(1) 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

備考 1. (**2**)の鉄標準液に換えて、国家計量標準にトレーサブルな鉄標準液(Fe 1000 μg /mL 又は 10 000 μg/mL)を用いて検量線用鉄標準液を調製することもできる。

(3) 装置 装置は、次のとおりとする。

a) フレーム原子吸光分析装置: JIS K 0121 に規定する原子吸光分析装置でバックグラウンド補正[2]機能を有するもの。

1) 光源部: 鉄中空陰極ランプ(バックグラウンド補正方式として連続スペクトル光源方式を用いる場合は、その光源は重水素ランプ)

2) ガス: フレーム加熱用ガス

① 燃料ガス: アセチレン

② 助燃ガス: 粉じん及び水分を十分に除去した空気

b) 電気炉: 450 °C±5 °C に調節できるもの。

c) ホットプレート又は砂浴: ホットプレートは表面温度 250 °C まで調節できるもの。砂浴は、ガス量及びけい砂の量を調整し、砂浴温度を 250 °C にできるようにしたもの。

注(2) 連続スペクトル光源補正方式、ゼーマン分裂補正方式、非共鳴近接線補正方式、自己反転補正方式などがある。

(4) 試験操作

（**4.1**） **抽出**　抽出は、次のとおり行う。

a） 分析試料 1 g～5 g[(3)]を 1 mg の桁まではかりとり、200 mL～300 mL トールビーカーに入れる。

b） トールビーカーを電気炉に入れ、穏やかに加熱して炭化させる[(4)]。

c） 450 °C±5 °C で 8 時間～16 時間強熱して灰化させる[(4)]。

d） 放冷後、少量の水で残留物を潤し、硝酸約 10 mL 及び塩酸約 30 mL を加える。

e） トールビーカーを時計皿で覆い、ホットプレート又は砂浴上で加熱[(5)]して分解する。

f） 時計皿をずらし[(6)]、ホットプレート又は砂浴上で加熱を続けて乾固近くまで濃縮する。

g） 放冷後、塩酸（1+5）25 mL～50 mL[(7)]を分解物に加え、トールビーカーを時計皿で覆い、静かに加熱[(5)]して溶かす。

h） 放冷後、水で 100 mL～200 mL 全量フラスコに移し入れ、標線まで水を加え、ろ紙 3 種でろ過し、試料溶液とする。

i） 空試験として、別のトールビーカーを用いて **b**）～**h**）の操作を実施し、空試験溶液を調製する。

注（**3**） 通常、分析試料の採取量は 1 g とするとよいが、汚泥肥料などで（**4.1**）の操作で得た試料溶液を用いて他成分を測定する場合（**備考 3**）は、分析試料の採取量を 5 g としてもよい。

（**4**） 炭化及び灰化操作例： 室温から約 250 °C まで 30 分間～1 時間で昇温した後 1 時間程度加熱し、更に 450 °C まで 1 時間～2 時間で昇温する。

（**5**） 急激に加熱温度を上げると、突沸する場合があるので、低温から徐々に温度を上げ、170 °C～200 °C 程度で煮沸するとよい。

（**6**） 時計皿を外してもかまわない。

（**7**） 試料溶液の塩酸濃度が塩酸（1+23）となるように塩酸（1+5）を加える。例えば、**h**）の操作で 100 mL 全量フラスコを用いる場合は塩酸（1+5）約 25 mL を加えることとなる。

備考 2. 有機物を含有しない肥料の場合には、（**4.1**）**b**）～**c**）の操作を実施しなくてもよい。

備考 3. （**4.1**）の操作で得た試料溶液は、附属書 B に示した成分にも適用できる。

（**4.2**） **測定**　測定は、JIS K 0121 及び次のとおり行う。具体的な測定操作は、測定に使用する原子吸光分析装置の操作方法による。

a） **原子吸光分析装置の測定条件**　原子吸光分析装置の測定条件は、以下を参考にして設定する。

分析線波長： 248.3 nm

b） **検量線の作成**

1） 検量線用鉄標準液及び検量線用空試験液をフレーム中に噴霧し、波長 248.3 nm の指示値を読み取る。

2） 検量線用鉄標準液及び検量線用空試験液の鉄濃度と指示値との検量線を作成する。

c） **試料の測定**

1） 試料溶液[(8)]を **b**）**1**）と同様に操作して指示値を読み取る。

2） 検量線から鉄量を求め、分析試料中の鉄全量（T-Fe）を算出する。

3） 鉄分の量を算出する場合は次の式によって鉄分の量（$T\text{-}Fe_2O_3$）を算出する。

分析試料中の鉄分（$T\text{-}Fe_2O_3$）（%（質量分率））

$= A \times 159.7/(2 \times 55.85)$

$= A \times 1.430$

A: 分析試料中の鉄(Fe)(%(質量分率))

注(8) 試料溶液中の鉄濃度が検量線の上限を超えるおそれのある場合は、一定量を塩酸(1+23)で希釈する。

備考 4. 空試験溶液を **c**)**1**)と同様に操作し、空試験溶液中の鉄量を求め、分析試料中の鉄濃度を補正してもよい。

備考 5. 真度の評価のため、調製試料を用いて回収試験を実施した結果、鉄全量(T-Fe)として 0.001 02 %(質量分率)～69.94 %(質量分率)の添加レベルでの平均回収率は 98.2 %～105.5 %であった。

精度の評価のため、含鉄物、熔成りん肥、汚泥肥料(2 点)、りん鉱石及び被覆加里肥料を用いた日を変えての分析結果について、一元配置分散分析を用いて解析し、併行精度及び中間精度を算出した結果を表 1 に示す。また、試験法の妥当性確認のための共同試験の成績及び解析結果を表 2 に示す。

なお、この試験法の定量下限は、固形肥料で 40 mg/kg 及び液状肥料で 2 mg/kg 程度と推定された。

表1 鉄全量の日を変えた試験成績の解析結果

試料名	日数[1)] T	平均値[2)] (%)[3)]	併行精度 s_r[4)] (%)[3)]	併行精度 RSD_r[5)] (%)	中間精度 $s_{I(T)}$[6)] (%)[3)]	中間精度 $RSD_{I(T)}$[7)] (%)
含鉄物	5	18.49	0.09	0.5	0.13	0.7
熔成りん肥	5	3.32	0.03	0.9	0.09	2.8
汚泥肥料(下水汚泥)	5	0.894	0.008	0.9	0.010	1.1
汚泥肥料(し尿汚泥)	5	0.356	0.002	0.6	0.009	2.5
りん鉱石	5	0.199	0.003	1.7	0.005	2.6
被覆加里肥料	5	0.0280	0.0004	1.3	0.0004	1.6

1) 2点併行分析を実施した日数
2) 平均値 (n=日数(T)×併行数(2))
3) 質量分率
4) 併行標準偏差
5) 併行相対標準偏差
6) 中間標準偏差
7) 中間相対標準偏差

表2　鉄全量試験法の妥当性確認のための共同試験成績の解析結果

試料名	試験室数[1)]	平均値[2)] (%)[3)]	s_r[4)] (%)[3)]	RSD_r[5)] (%)	s_R[6)] (%)[3)]	RSD_R[7)] (%)
含鉄物	10(0)	35.88	0.23	0.6	0.57	1.6
指定混合肥料	9(1)	11.31	0.14	1.2	0.33	2.9
汚泥肥料	11(0)	6.22	0.10	1.7	0.17	2.7
化成肥料	9(2)	0.323	0.006	1.7	0.016	5.0
鉱さいけい酸質肥料	9(2)	0.873	0.009	1.1	0.016	1.8

1) 有効試験室数(外れ値を報告した試験室数)
2) 平均値(n=有効試験室数×試料数(2))
3) 質量分率
4) 併行標準偏差
5) 併行相対標準偏差
6) 室間再現標準偏差
7) 室間再現相対標準偏差

参考文献

1) 越野正義: 第二改訂詳解肥料分析法, p.252, 養賢堂, 東京 (1988)

2) 松尾信吾: 肥料中の鉄全量の測定方法の開発 －単一試験室による妥当性確認－, 肥料研究報告, **17**, 36~49 (2024)

3) 廣井利明, 田中雄大, 吉村英美: 肥料中の鉄全量の測定方法の開発 －室間共同試験による妥当性確認－, 肥料研究報告, **18**, 1~9 (2025)

(5) 鉄全量試験法フローシート 肥料中の鉄全量試験法のフローシートを次に示す。

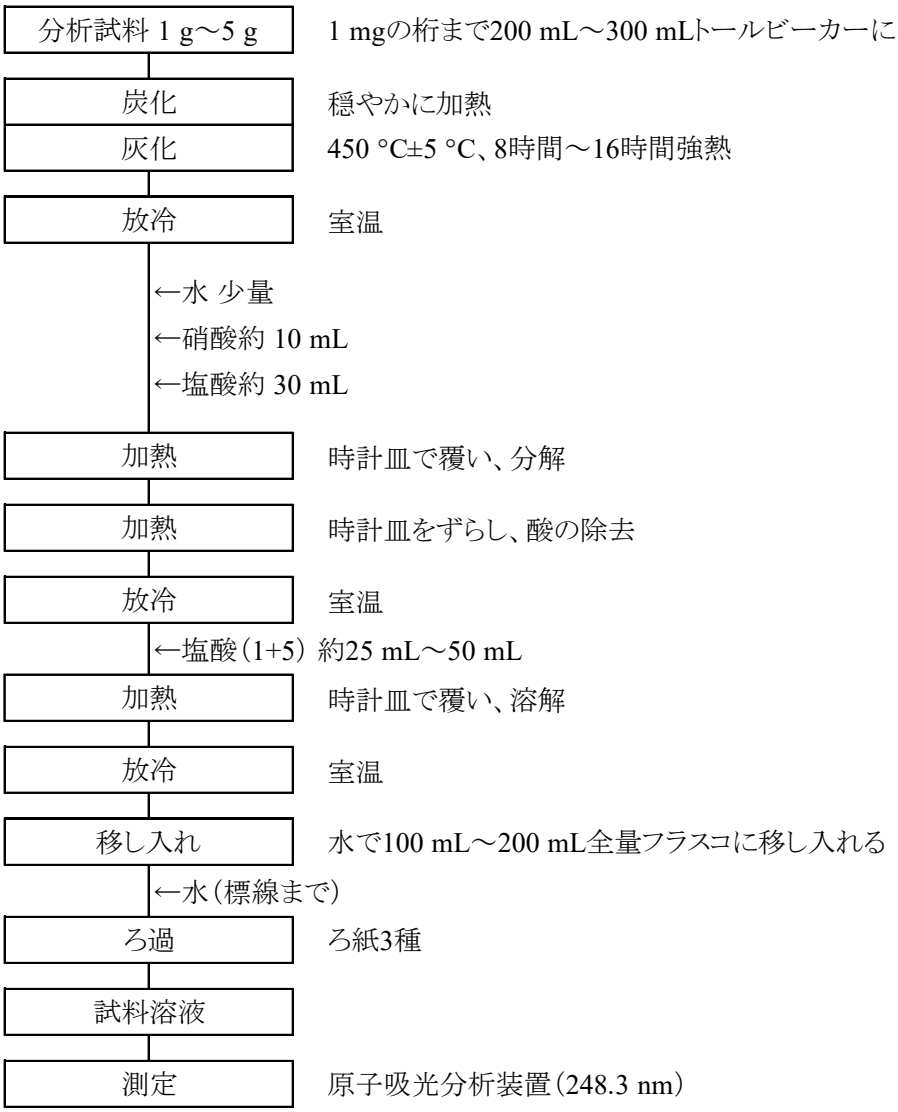


図 肥料中の鉄全量試験法フローシート