4.13.2 水溶性鉄

4.13.2.a フレーム原子吸光法

(1) 概要

この試験法は効果発現促進材として鉄量を表示する肥料に適用する。この試験法の分類は Type D であり、その記号は 4.13.2.a-2017 又は W-Fe.a-1 とする。

分析試料に水を加えて抽出し、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、分析試料中の水溶性鉄(W-Fe)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) 塩酸: 有害金属測定用、精密分析用又は同等の品質の試薬。

c) 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)。

d) 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。

e) 検量線用空試験液(1): **d)**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してもよい。

(3) 装置 装置は、次のとおりとする。

a) 上下転倒式回転振り混ぜ機: 250 mL～500 mL 全量フラスコを毎分 30 回転～40 回転で上下転倒して回転できるもの。

b) 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

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。

(4.1.1) 粉状分析用試料

a) 分析試料 5 g を 1 mg の桁まではかりとり、500 mL 全量フラスコに入れる。

b) 水約 400 mL を加え、毎分 30 回転～40 回転で約 30 分間振り混ぜる。

c） 標線まで水を加える。

d） ろ紙 3 種でろ過し、試料溶液とする。

備考 2. （**4.1.1**）**a**）の操作で、分析試料 2.5 g をはかりとり、250 mL 全量フラスコに入れてもよい。その場合は b)の操作で水約 200 mL を加える。

備考 3. （**4.1.1**）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。

（**4.1.2**） **液状分析用試料（簡易抽出）**

a） 分析試料 1 g[(3)]を 1 mg の桁まではかりとり、100 mL 全量フラスコに入れる。

b） 水約 50 mL を加え、振り混ぜる。

c） 標線まで水を加える。

d） ろ紙 3 種でろ過し、試料溶液とする。

注（**3**） 家庭園芸用肥料などで鉄含有量が低い場合は、分析試料の採取量を 10 g とする。

備考 4. （**4.1.2**）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） 試料溶液の一定量（Fe として 0.05 mg～0.5 mg 相当量）を 100 mL 全量フラスコにとる。

2） 塩酸（1+5）約 25 mL を加え、標線まで水を加える。

3） **b**）**1**）と同様に操作して指示値を読み取る。

4） 検量線から鉄量を求め、分析試料中の水溶性鉄（W-Fe）を算出する。

備考 5. 真度の評価のため、調製試料（固形）を用いて回収試験を実施した結果、水溶性鉄（W-Fe）として 10 %（質量分率）、5 %（質量分率）及び 0.05 %（質量分率）の含有量レベルでの平均回収率はそれぞれ 101.1 %、102.8 %及び 107.0 %であった。また、調製試料（液状）を用いて回収試験を実施した結果、水溶性鉄（W-Fe）として 1 %（質量分率）、0.1 %（質量分率）及び 0.01 %（質量分率）の含有量レベルでの平均回収率はそれぞれ 103.6 %、105.7 %及び 105.1 % であった。

液状肥料の抽出の精度の評価のため、液状複合肥料及び液体微量要素複合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。

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 4 mg/kg 程度と推定された。

表1　水溶性鉄の日を変えた試験成績の解析結果（液状肥料）

試料名	日数[1]	平均値[2]	併行精度		中間精度	
	T	(%)[3]	s_r[4] (%)[3]	RSD_r[5] (%)	$s_{I(T)}$[6] (%)[3]	$RSD_{I(T)}$[7] (%)
液状複合肥料	7	0.244	0.002	0.6	0.003	1.4
液体微量要素複合肥料	7	0.099	0.001	0.5	0.003	2.9

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

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） 高橋伸英, 鈴木知華, 佐々木徳幸: 鉄試験法の性能調査 －フレーム原子吸光法－, 肥料研究報告, **7**, 131~137(2014)

3） 川口伸司: 液状肥料中の水溶性成分の簡易抽出方法, 肥料研究報告, **9**, 10~20 (2016)

（**5**） **水溶性鉄試験法フローシート** 肥料中の水溶性鉄試験法のフローシートを次に示す。

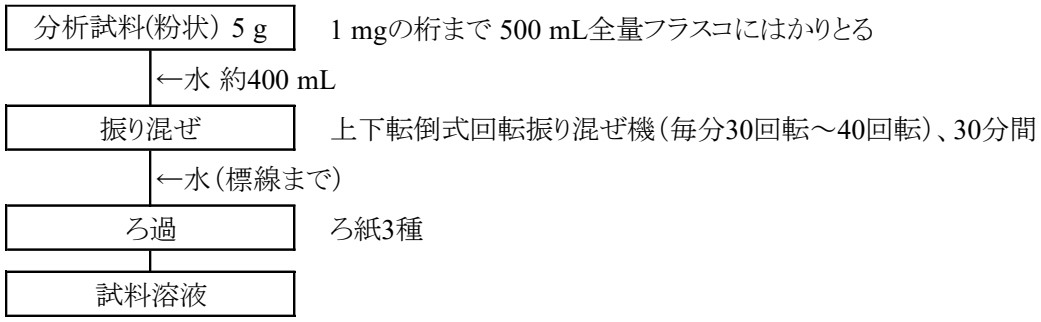


図1-1　肥料中の水溶性鉄試験法フローシート（抽出操作（4.1.1））

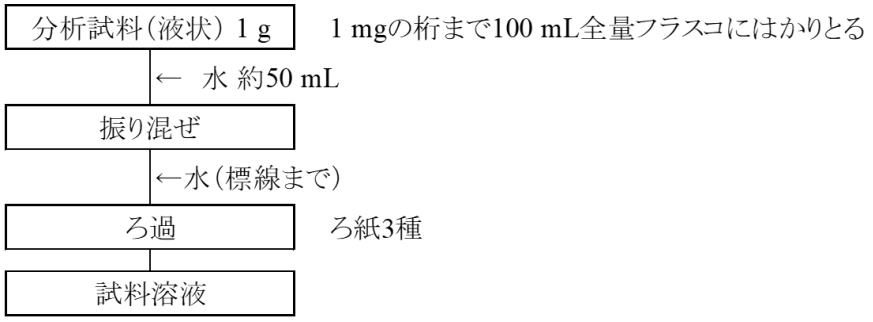


図1-2　肥料中の水溶性鉄試験法フローシート（抽出操作（4.1.2））

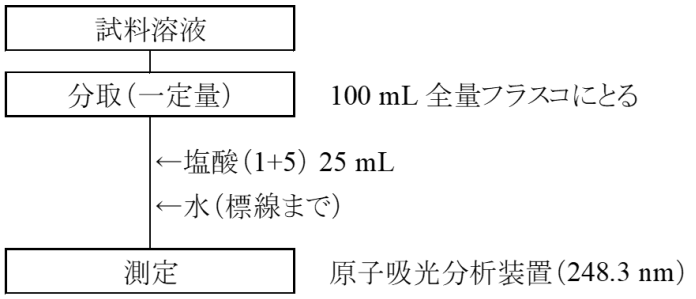


図2　肥料中の水溶性鉄試験法フローシート（測定操作）