4.5.2 可溶性石灰

4.5.2.a フレーム原子吸光法

(1) 概要

この試験法はアルカリ分を保証する肥料に適用する。この試験法の分類は Type B であり、その記号は 4.5.2.a-2017 又は S-Ca.a-1 とする。

分析試料に塩酸(1+23)を加え、煮沸して抽出し、干渉抑制剤溶液を加えた後、アセチレン－空気フレーム中に噴霧し、カルシウムによる原子吸光を波長 422.7 nm で測定し、分析試料中の塩酸(1+23)可溶性石灰(可溶性石灰(S-CaO))を定量する。なお、この試験法の性能は**備考 6** に示す。

(2) 試薬 試薬は、次による。

a) 塩酸: JIS K 8180 に規定する特級又は同等の品質の試薬。

b) 干渉抑制剤溶液(2): JIS K 8132 に規定する塩化ストロンチウム六水和物 60.9 g～152.1 g(1)を 2000 mL ビーカーにはかりとり、少量の水を加え、塩酸 420 mL を徐々に加えて溶かし、更に水を加えて 1000 mL とする。

c) カルシウム標準液(Ca 1000 μg/mL): 国家計量標準にトレーサブルなカルシウム標準液(Ca 1000 μg/mL)。

d) カルシウム標準液(Ca 100 μg/mL)(1): カルシウム標準液(Ca 1000 μg/mL)10 mL を 100 mL 全量フラスコにとり、標線まで水を加える。

e) 検量線用カルシウム標準液(Ca 1 μg/mL～40 μg/mL)(1): カルシウム標準液(Ca 1000 μg/mL)の 2.5 mL～20mL を 500 mL 全量フラスコに段階的にとり、干渉抑制剤溶液約 50 mL を加え(3)、標線まで水を加えて検量線用カルシウム標準液(Ca 5 μg/mL～40 μg/mL)を調製する(4)。カルシウム標準液(Ca 100 μg/mL)の 5 mL、10 mL を 500 mL 全量フラスコにとり、干渉抑制剤溶液約 50 mL を加え(3)、標線まで水を加えて検量線用カルシウム標準液(Ca 1 μg/mL、2 μg/mL)を調製する(4)。

e) 検量線用空試験液(1): 干渉抑制剤溶液約 50 mL を 500 mL 全量フラスコにとり(3)、標線まで水を加える(4)。

注(1) 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

(2) 酸化ランタン(原子吸光分析用又は同等の品質の試薬)29 g を用いてもよい。

(3) 調製する容量の 1/10 容量の干渉抑制剤溶液を加える。

(4) 保存する場合は、カルシウムが溶出しにくい JIS R 3503 に規定するほうけい酸ガラス-1、テフロン等の材質で密閉できる容器を用いる。

備考 1. (2)のカルシウム標準液に換えて、国家計量標準にトレーサブルなカルシウム標準液(Ca 10000 μg/mL)を用いて検量線用カルシウム標準液を調製することもできる。

備考 2. (2)のカルシウム標準液(Ca)に換えて、次の方法で酸化カルシウム標準液(CaO)を調製することもできる。JIS K 8617 に規定する炭酸カルシウムを 110 °C±2 °C で約 2 時間加熱し、デシケーター中で放冷した後、1.785 g をひょう量皿にはかりとる。少量の水で 1000 mL 全量フラスコに移し入れ、塩酸(1+3)20 mL を加えて溶かし、標線まで水を加え、酸化カルシウム標準液(CaO 1000 μg/mL)を調製する。これを全量フラスコに段階的にとり、干渉抑制剤溶液を加え(3)、標線まで水を加え、酸化カルシウム(CaO)として 5 μg/mL～50 μg/mL の検量線用酸化カルシウム標準液(1)を調製する。なお、この検量線で得られた測定値

（CaO）は、（**4.2**）**c**）**4**）に示した換算を要しない。

（**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。

1） **光源部**： カルシウム中空陰極ランプ

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） **ホットプレート**： ホットプレートは表面温度 250 °C まで調節できるもの。

（**4**） **試験操作**

（**4.1**） **抽出** 抽出は、次のとおり行う。

a） 分析試料 2 g を 1 mg の桁まではかりとり、500 mL トールビーカーに入れる。

b） 塩酸（1+23）約 200 mL を加え、時計皿で覆い、ホットプレート上で加熱し、約 5 分間煮沸する(5)。

c） 速やかに水浴中等で冷却した後、水で 250 mL～500 mL 全量フラスコに移し入れる。

d） 標線まで水を加える。

e） ろ紙 3 種でろ過し、試料溶液とする。

注（**5**） 分析試料がビーカーの底部に固結しないように注意する。

備考 3. 副産苦土肥料又はそれを含む肥料において、**d**）の試料溶液の pH が中性又は塩基性の場合は、**a**）の操作の「分析試料 2 g」を「分析試料 1 g～1.5 g」に変えて再度試料溶液を調製する。

備考 4. **a**）の操作で 500 mL トールビーカーに代えて 500 mL 全量フラスコを用いることができる。ただし、使用する全量フラスコは、抽出用フラスコとして区別し、他の用途に用いないようにする。なお、**b**）の操作の「時計皿で覆い」を「漏斗をのせ」に変え、また、**c**）の操作の「水で 250 mL～500 mL 全量フラスコに移し入れる」を実施しない。

備考 5. （**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** JIS K 0121 及び次のとおり測定を行う。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： 422.7 nm

b） **検量線の作成**

1） 検量線用カルシウム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 422.7 nm の指示値を読み取る。

2） 検量線用カルシウム標準液及び検量線用空試験液のカルシウム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（Ca として 0.1 mg～4 mg 相当量）を 100 mL 全量フラスコにとる。

2） 干渉抑制剤溶液約 10 mL を加え(3)、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） 検量線からカルシウム(Ca)量を求め、次の式によって分析試料中の可溶性石灰(S-CaO)を算出する。

分析試料中の可溶性石灰(S-CaO)(%(質量分率))
＝A×(56.08/40.08)
＝A×1.399

A: 分析試料中のカルシウム(Ca)(%(質量分率))

備考 6. 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、可溶性石灰(S-CaO)として 20 %(質量分率)及び 1 %(質量分率)の含有量レベルでの平均回収率はそれぞれ 100.9 %及び 101.1 %であった。

精度の評価のため、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 1 に示す。

なお、この試験法の定量下限は、0.05 %(質量分率)程度と推定された。

表1　可溶性石灰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)] (%)
消石灰	10(0)	65.95	0.70	1.1	2.22	3.4
熔成りん肥	10(0)	30.31	0.46	1.5	0.79	2.6
鉱さいけい酸質肥料	10(0)	29.49	0.38	1.3	0.88	3.0
配合肥料	9(1)	7.77	0.08	1.0	0.27	3.5
混合りん酸肥料	8(2)	0.823	0.04	4.6	0.05	6.6

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.167~169, 養賢堂, 東京 (1988)

2) 五十嵐総一, 木村康晴: 石灰及びカルシウム試験法の性能調査 －フレーム原子吸光法－, 肥料研究報告, **6**, 183~192 (2013)

3) 顯谷久典, 加藤公栄: 石灰全量及び可溶性石灰の測定法の性能評価 －室間共同試験成績－, 肥料研究報告, **13**, 76~86 (2020)

(**5**) **可溶性石灰試験法フローシート**　肥料中の可溶性石灰試験法のフローシートを次に示す。

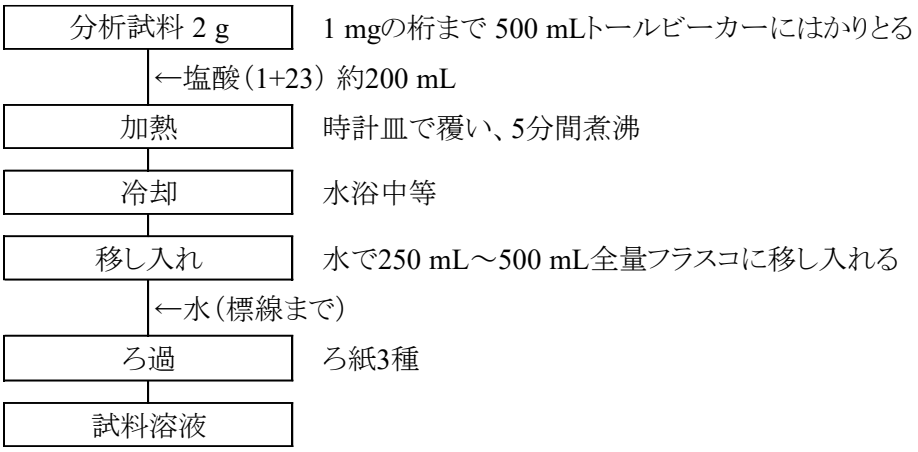


図1　肥料中の可溶性石灰試験法フローシート（抽出操作）

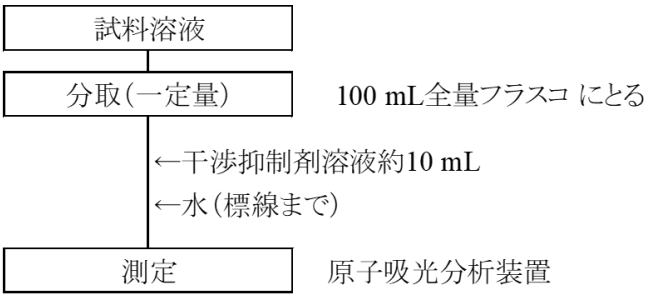


図2　肥料中の可溶性石灰試験法フローシート（測定操作）