4.7 マンガン

4.7.1 可溶性マンガン

4.7.1.a フレーム原子吸光法

(1) 概要

この試験法は炭酸マンガン肥料を含む肥料に適用する。この試験法の分類は Type D であり、その記号は 4.7.1.a-2017 又は S-Mn.a-1 とする。

分析試料に塩酸(1+23)を加え、煮沸して抽出し、アセチレン－空気フレーム中に噴霧し、マンガンによる原子吸光を波長 279.5 nm で測定し、分析試料中の塩酸(1+23)可溶性マンガン(可溶性マンガン(S-MnO))を求める。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) マンガン標準液(Mn 1000 μg/mL)(1): 国家計量標準にトレーサブルなマンガン標準液(Mn 1000 μg/mL)。

c) マンガン標準液(Mn 100 μg/mL)(1): マンガン標準液(Mn 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。

d) 検量線用マンガン標準液(Mn 1 μg/mL～8 μg/mL)(1): マンガン標準液(Mn 100 μg/mL)の 2.5 mL～20 mL を 250 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(2)。

e) 検量線用空試験液: 塩酸(1+23)を使用する。

注(1) 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

(2) 塩酸(1+5)を調製する容量の 1/4 の容量加え、標線まで水を加えてもよい。

備考 1. (**2**)のマンガン標準液に換えて、国家計量標準にトレーサブルなマンガン標準液(Mn 100 μg/mL 、又は 10000 μg/mL)を用いて検量線用マンガン標準液を調製することもできる。

備考 2. (**2**)のマンガン標準液(Mn)に換えて、次の方法で酸化マンガン標準液(MnO)を調製することもできる。マンガン粉末(純度 99 %(質量分率)以上)0.775 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、塩酸約 10 mL を加えて溶かし、更に標線まで水を加え、酸化マンガン標準液(MnO 1000 μg/mL)を調製する。これを全量フラスコに段階的にとり、標線まで塩酸(1+23)を加え、酸化マンガン(MnO)として 1 μg/mL～10 μg/mL の検量線用酸化マンガン標準液(1)を調製する。なお、この検量線で得られた測定値(MnO)は、(**4.2**)**c**)**4**)に示した換算を要しない。

備考 3. 同一溶液でカルシウム又はマグネシウムを測定する場合は、**4.5.1.a** で調製した干渉抑制剤溶液を調製する容量の 1/10 容量添加すること。すなわち、(**2**)**d**)又は**備考 2.**の検量線用標準液の調製方法で「標線まで塩酸(1+23)を加える。」を「**4.5.1.a** で調製した干渉抑制剤溶液 25 mL を加え、標線まで水を加える。」に変える。

(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。

1) 光源部: マンガン中空陰極ランプ

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(3)。

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(3) 分析試料がトールビーカーの底部に固結しないように注意する。

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 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: 279.5 nm

b) 検量線の作成

1) 検量線用マンガン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 279.5 nm の指示値を読み取る。

2) 検量線用マンガン標準液及び検量線用空試験液のマンガン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(Mn として 0.1 mg～0.8 mg 相当量)を 100 mL 全量フラスコにとる。

2) 標線まで塩酸(1+23)を加える(2)。

3) **b)1)**と同様に操作して指示値を読み取る。

4) 検量線からマンガン(Mn)量を求め、次の式により分析試料中の可溶性マンガン(S-MnO)を算出する。

分析試料中の可溶性マンガン(S-MnO)(%(質量分率))

$= A \times (70.94/54.94)$

$= A \times 1.291$

A: 分析試料中のマンガン(Mn)(%(質量分率))

備考 6. 同一溶液でカルシウムなど他元素を測定する場合は、**4.5.1.a** で調製した干渉抑制剤溶液を調製する容量の 1/10 容量を添加すること。すなわち、(**4.2**)**c**)**2**)の操作で「標線まで塩酸(1+23)を加える。」を「**4.5.1.a** で調製した干渉抑制剤溶液 10 mL を加え、標線まで水を加える。」に変える。

備考 7. 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、可溶性マンガン(S-MnO)として 5 %(質量分率)及び 0.1 %(質量分率)の含有量レベルでの平均回収率はそれぞれ 100.5 %及び 101.3 %であった。

なお、この試験法の定量下限は、0.006 %(質量分率)程度と推定された。

参考文献

1) 越野正義: 第二改訂詳解肥料分析法, p.176~177, 養賢堂, 東京 (1988)

2) 八木啓二, 豊留夏紀、鈴木時也、添田英雄: マンガン試験法の性能調査 ーフレーム原子吸光法ー, 肥料研究報告, **6**, 203~212 (2013)

(**5**) **可溶性マンガン試験法フローシート** 肥料中の可溶性マンガン試験法のフローシートを次に示す。

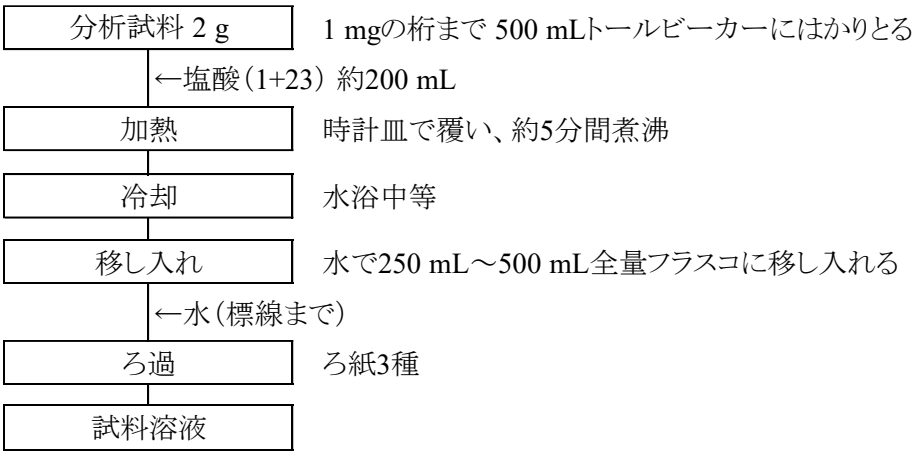


図1 肥料中の可溶性マンガン試験法フローシート (抽出操作)

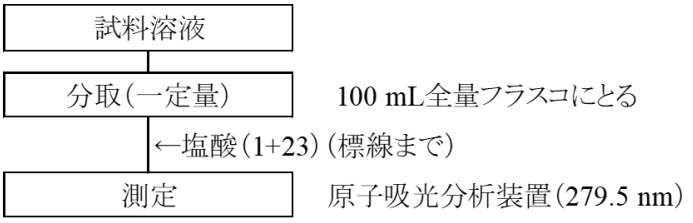


図2 肥料中の可溶性マンガン試験法フローシート (測定操作)