5.11 チタン

5.11.b ICP 発光分光分析法(2)

(1) 概要

この試験法は鉱さいけい酸質肥料に適用する。この試験法の分類は Type D であり、その記号は 5.11.b-2017 又は Ti.b-1 とする。

分析試料を硫酸水素アンモニウムで融解した後、ICP 発光分光分析装置(ICP-OES)に導入し、チタンを波長 334.941 nm で測定して分析試料中のチタン(Ti)を求める。なお、この試験法の性能は**備考 2** 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) 硫酸水素アンモニウム: 純度 98 %(質量分率)以上

c) 塩酸: JIS K 8180 に規定する有害金属測定用、精密分析用又は同等の品質の試薬。

d) チタン標準液(Ti 1000 µg/mL): 国家計量標準にトレーサブルなチタン標準液(Ti 1000 µg/mL)。

e) チタン標準液(Ti 100 µg/mL)(1): チタン標準液(Ti 1000 µg/mL)10 mL を 100 mL 全量フラスコにとり、標線まで塩酸(1+23)を加える。

f) 検量線用チタン標準液(Ti 0.1 µg/mL～20 µg/mL)(1): チタン標準液(Ti 1000 µg/mL)の 0.1 mL～20 mL を 100 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。

g) 検量線用空試験液(1): **e)**及び**f)**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. ICP-OES は任意の波長において得られる指示値が、光の観測方式(横方向及び軸方向)や分光器の種類によって変動するため、使用する機器に適した検量線の濃度範囲が異なる。よって事前に使用する機器に適した検量線の濃度範囲を把握し、検量線用標準液を調製するとよい。

(3) 装置 装置は、次のとおりとする。

a) ICP 発光分光分析装置: JIS K 0116 に規定する発光分光分析装置。

1) ガス: 純度 99.5 %(体積分率)以上のアルゴンガス

b) ホットプレート: ホットプレートは表面温度 400 °C まで調節可能なもの。

(4) 試験操作

(4.1) 抽出 抽出は、次のとおり行う。

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

b) 硫酸水素アンモニウム約 10 g を加える(2)。

c) 350 °C 以上のホットプレートで加熱し、融解した硫酸水素アンモニウムと分析試料を完全に接触させる(3)。

d) 時計皿で覆い、350 °C 以上で 1 時間加熱する。

e) 放冷後、塩酸(1+5)約 25 mL 加え、トールビーカーを時計皿で覆い、穏やかに加熱して溶かす。

f) 放冷後、水で 100 mL 全量フラスコに移し入れ、標線まで水を加え、ろ紙 3 種でろ過する。

g) ろ液の 10 mL を別の 100 mL 全量フラスコにとり、標線まで塩酸(1+23)を加えて試料溶液とする。

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

注（**2**） 硫酸水素アンモニウムは腐食性があるため、樹脂製の薬さじを用いること。

（**3**） 硫酸水素アンモニウムが融解した後、トールビーカーを傾る等の操作を実施して分析試料と接触させる。

（**4.2**） **測定** 測定は、JIS K 0116 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 ICP 発光分光分析装置の操作方法による。

a） **ICP 発光分光分析装置の測定条件** ICP 発光分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： 334.941 nm

b） **検量線の作成**

1） 検量線用チタン標準液及び検量線用空試験液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、波長 334.941 nm の指示値を読み取る。

2） 検量線用チタン標準液及び検量線用空試験液のチタ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） 検量線からチタン量を求め、分析試料中のチタン（Ti）を算出する。

備考 2. 真度の評価のため、鉱さいけい酸質肥料 2 点を用いて、添加回収試験を行った結果、0.1 %（質量分率）～0.2 %（質量分率）の添加レベルでの平均回収率は 95.1 %～98.2 %であった。

精度の評価のため、鉱さいけい酸質肥料 2 点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 0.02 %（質量分率）程度と推定された。

表1　チタン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] (%)
鉱さいけい酸質肥料1	7	0.525	0.005	1.0	0.005	1.0
鉱さいけい酸質肥料2	7	0.112	0.002	1.6	0.003	2.4

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） 青山恵介： ICP 発光分光分析法によるチタンの測定, 肥料研究報告, **10**, 29~40 (2017)

（5） チタン試験法フローシート 肥料中のチタン試験法のフローシートを次に示す。

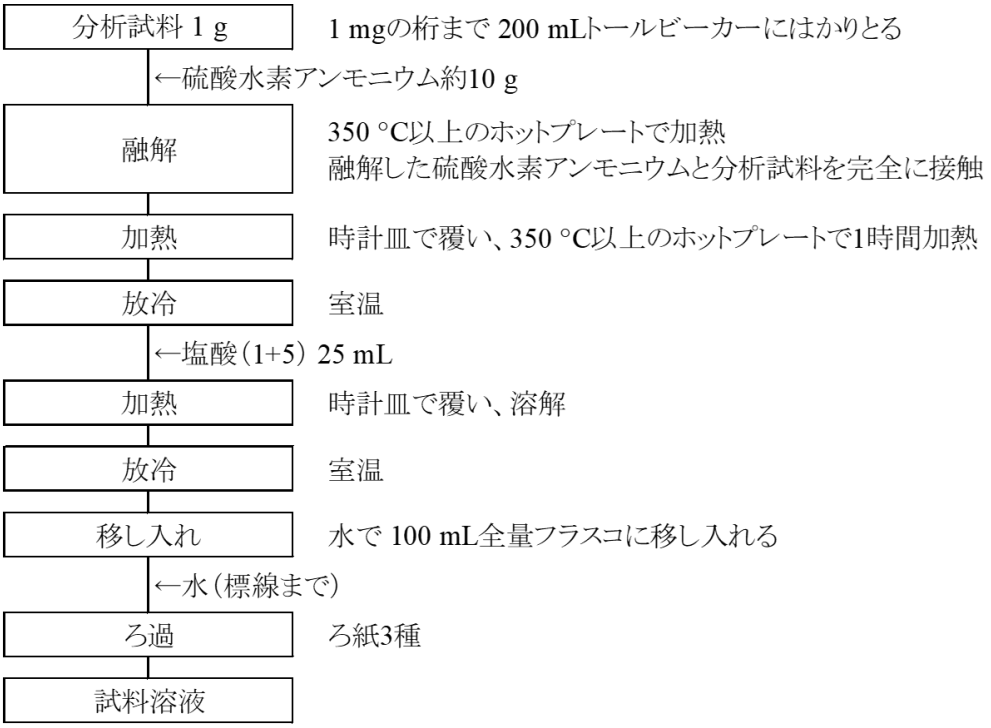


図1　肥料中のチタン試験法フローシート（抽出操作）

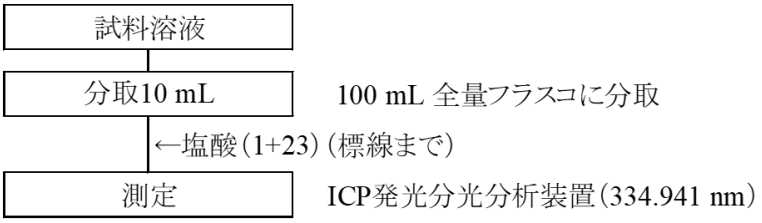


図2　肥料中のチタン試験法フローシート（測定操作）