5.6 鉛

5.6.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 5.6.a-2017 又は Pb.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、鉛による原子吸光を波長 217.0 nm 又は 283.3 nm で測定し、分析試料中の鉛(Pb)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) 鉛標準液(Pb 100 μg/mL): 国家計量標準にトレーサブルな鉛標準液(Pb 100 μg/mL)。

e) 検量線用鉛標準液(Pb 0.5 μg/mL～5 μg/mL)[(1)(2)]: 鉛標準液(Pb 100 μg/mL)の 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)(2)]: **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。

(2) 常温で保存し、調製後 6 ヶ月間以上経過したものは使用しない。

備考 1. (2)の鉛標準液に換えて、国家計量標準にトレーサブルな鉛標準液(Pb 1000 μg/mL 又は 10 000 μg/mL)を用いて検量線用鉛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[(3)]機能を有するもの。

1) 光源部: 鉛中空陰極ランプ(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(3) 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 5 g 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して(5)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(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: 217.0 nm 又は 283.3 nm

b) 検量線の作成

1) 検量線用鉛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 217.0 nm 又は 283.3 nm の指示値を読み取る。

2) 検量線用鉛標準液及び検量線用空試験液の鉛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) 空試験溶液を **b)1)** と同様に操作して指示値を読み取り、試料溶液について得た指示値を補正する。

3) 検量線から鉛量を求め、分析試料中の鉛(Pb)を算出する。

注(8) 試料溶液中の鉛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. **c**)**2**)の補正方法に換えて、空試験における鉛量を求めて分析試料中の鉛(Pb)を補正してもよい。

備考 5. 工業汚泥肥料及び汚泥発酵肥料(5 点)を用いて回収試験を実施した結果、100 mg/kg 及び 10 mg/kg の濃度レベルでの回収率は 99.1 %～100.6 %及び 97.5 %～99.6 %であった。

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 1 に示す。

なお、この試験法の定量下限は 1 mg/kg 程度と推定された。

表1　鉛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

試料の種類	試験室数[1)]	平均値[2)] (mg/kg)	RSD_r[3)] (%)	RSD_R[4)] (%)
下水汚泥肥料a	10(2)	25.2	4.6	3.9
下水汚泥肥料b	11(1)	29.4	3.7	4.3
汚泥発酵肥料a	10(2)	18.6	3.2	5.0
汚泥発酵肥料b	10(2)	22.2	1.8	7.0
汚泥発酵肥料c	11(1)	86.8	1.3	4.0

1)　有効試験室数(外れ値を報告した試験室数)　　3)　併行相対標準偏差

2)　平均値(n=有効試験室数×試料数(2))　　4)　室間相対標準偏差

参考文献

1)　榊原良成, 松﨑 学, 天野忠雄:　汚泥肥料中のカドミウム, 鉛, ニッケル及びクロムの測定　－分解方法の改良－, 肥料研究報告, **1**, 41~49 (2008)

2)　榊原良成, 松﨑 学:　汚泥肥料中のカドミウム, 鉛, ニッケル及びクロムの測定　－共同試験成績－, 肥料研究報告, **1**, 50~59 (2008)

3)　顯谷久典, 竹葉佳己:　焼成汚泥肥料中のカドミウム、鉛、ニッケル及びクロム測定　－無機質肥料の分解法の適用－, 肥料研究報告, **3**, 30~42 (2010)

(5) 鉛試験法フローシート 肥料中の鉛試験法のフローシートを次に示す。

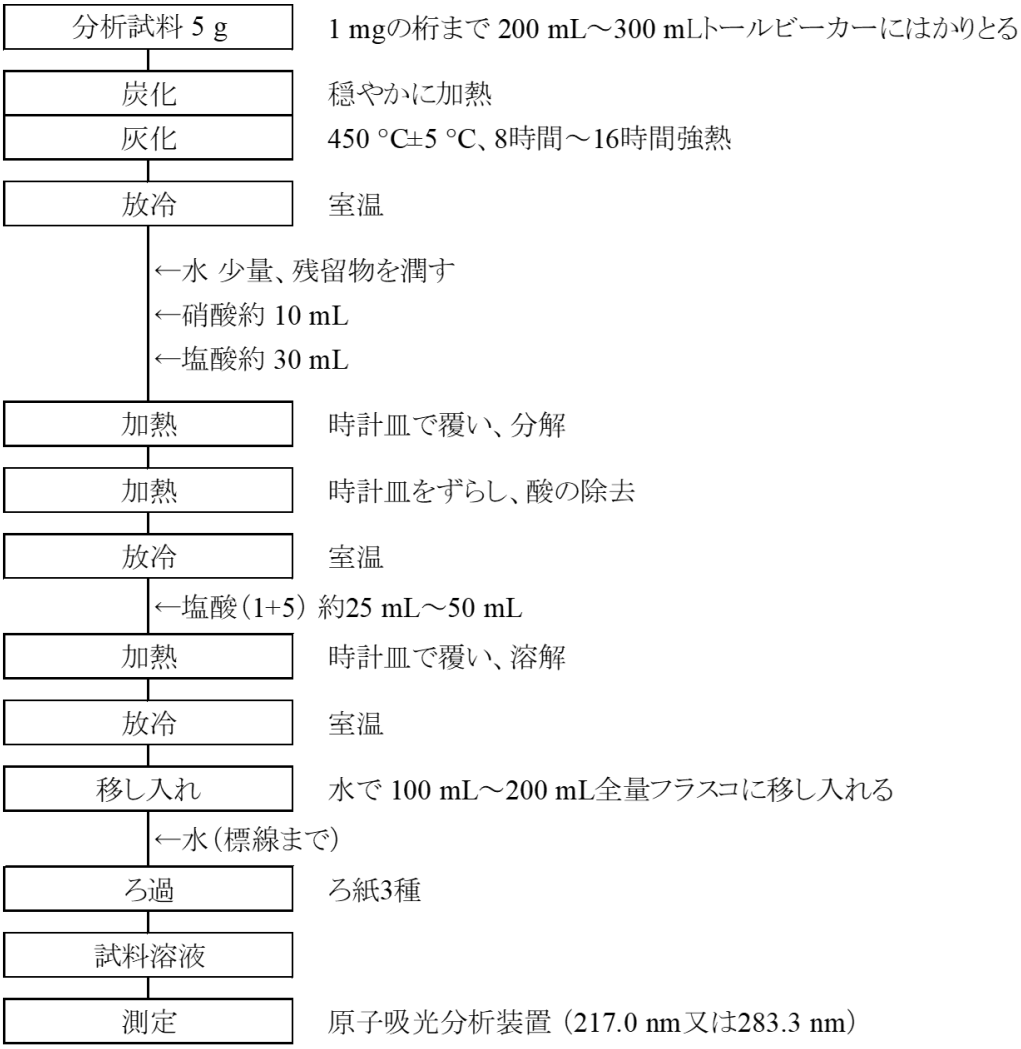


図　肥料中の鉛試験法フローシート