8.4 ナトリウム

8.4.a フレーム原子吸光法

(1) 概要

この試験法は有機物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 8.4.a-2017 又は Na.a-1 とする。

分析試料を灰化及び塩酸で前処理した後、アセチレン－空気フレーム中に噴霧し、ナトリウムによる原子吸光を波長 589.0 nm 又は 589.6 nm で測定し、分析試料中のナトリウム(Na)を求める。なお、この試験法の性能は**備考 3** に示す。

(2) 試薬 試薬は、次による。

a) 塩酸: JIS K 8180 に規定する特級試薬又は同等の品質の試薬。

b) ナトリウム標準液(Na 1000 μg/mL)(1): JIS K 8150 に規定する塩化ナトリウムを 600 °C±10 °C で約 1 時間加熱し、デシケーター中で放冷した後、2.542 g をひょう量皿にはかりとる。少量の水で溶かし、1000 mL 全量フラスコに移し入れ、標線まで水を加える。

c) ナトリウム標準液(Na 100 μg/mL)(1): ナトリウム標準液(Na 1000 μg/mL)の 20 mL を 200 mL 全量フラスコにとり、標線まで塩酸(1+23)を加える。

d) 検量線用ナトリウム標準液(Na 1 μg/mL～10 μg/mL)(2): ナトリウム標準液(Na 100 μg/mL)の 2.5 mL～25 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: **d)**の操作で使用した塩酸(1+23)(3)。

注(1) 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

(2) バーナーヘッドを傾け感度を落とす操作ができない機種にあっては、その機種にあった希釈を行う。(例として 0.1 μg/mL～4 μg/mL)

(3) 保存する場合は、ナトリウムが溶出しにくいポリプロピレン、PTFE 等の材質で密閉できる容器を用いる。

備考 1. (2)**b)**のナトリウム標準液に換えて、国家計量標準にトレーサブルな原子吸光用のナトリウム標準液(Na 100 μg/mL、1000 μg/mL 又は 10 000 μg/mL)を用いることもできる。

(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。

1) 光源部: ナトリ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) 電気炉: 550 °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。

(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） 550 °C±5 °C で 4 時間以上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、塩酸約 10 mL を徐々に加え、更に水を加えて約 20 mL とする。

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、約 5 分間煮沸する。

f） 放冷後、水で 250 mL～500 mL 全量フラスコに移し入れる。

g） 標線まで水を加える。

h） ろ紙 3 種でろ過し、試料溶液とする。

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 550 °C まで 1 時間～2 時間で昇温する。

備考 2. （**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： 589.0 nm 又は 589.6 nm

b） **検量線の作成**

1） 検量線用ナトリ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 589.0 nm 又は 589.6 nm の指示値を読み取る。

2） 検量線用ナトリウム標準液及び検量線用空試験液のナトリ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（Na として 0.1 mg～1 mg 相当量）(5)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。

3） **b**）**1**）と同様に操作して指示値を読み取る。

4） 検量線からナトリウム量を求め、分析試料中のナトリウム（Na）を算出する。

注（**5**） **注**（**2**）の機種については、その機種に応じた一定量を採取する。

備考 3. 魚かす粉末、魚廃物加工肥料、なたね油かす及びその粉末、汚泥発酵肥料及び堆肥を用いて 3 点併行で添加回収試験を実施した結果、ナトリウムの添加濃度が 1 %（質量分率）～10 %（質量分率）の範囲で平均回収率は 97 %～103 %であった。

精度の評価のため、魚かす粉末（塩化ナトリウム添加した試料）及び堆肥を用いた日を変えての分析結果について、一元配置分散分析により解析し、得られた併行精度及び中間精度を表 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　ナトリウム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] (%)
魚かす粉末	5	9.08	0.06	0.6	0.09	1.0
堆肥	5	0.0973	0.0019	2.0	0.0037	3.8

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） 加藤公栄，千田正樹，藤田敏文： 原子吸光分析法による肥料中のナトリウムの測定，肥料研究報告，**8**，61~69 (2015)

（**5**） **ナトリウム試験法フローシート**　肥料中のナトリウム試験法のフローシートを次に示す。

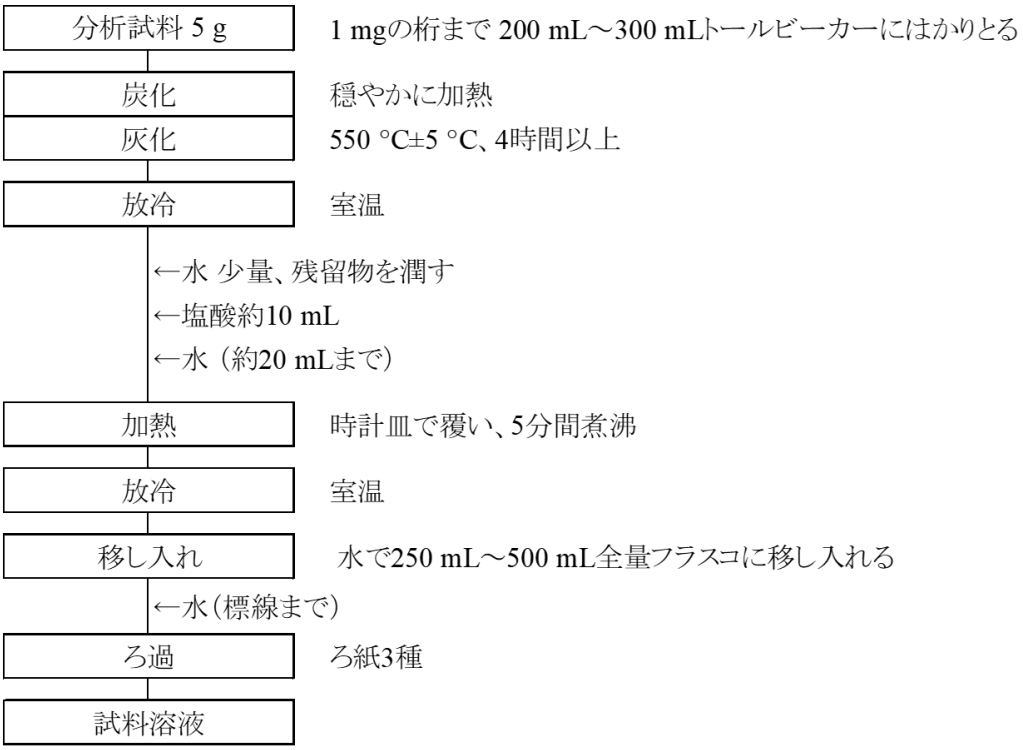


図1　肥料中のナトリウム試験法フローシート（抽出操作）

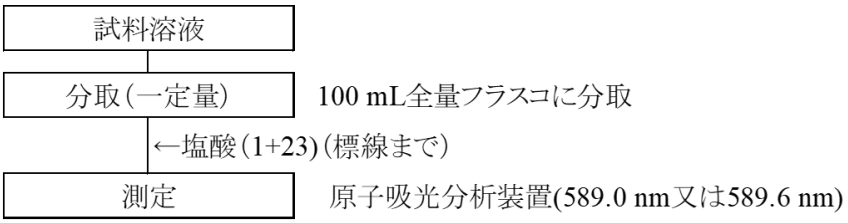


図2　肥料中のナトリウム試験法フローシート（測定操作）