塩　試　験　方　法

第５版

2019 年 7 月

公益財団法人
塩事業センター

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

まえがき

塩試験方法は、塩の検査に必要な化学分析法および物性試験方法等を定めたものです。その目的は、広く食品や工業用に用いられている塩について、品質を正確に評価しうる試験方法を整備し、その結果を高い信頼性のあるものとすることにあります。

この塩試験方法は、分析技術の進歩、ユーザーの動向および市場環境の変化等に応じるため、順次改訂が行われてきました(改訂履歴は次頁のとおり)。塩事業センターは、これらの状況に的確に対応するため、塩試験方法を見直すこととし、日本海水学会に改訂に向けた検討を委託しました。同学会においては、分析化学分野、微生物化学分野の専門家からなる検討委員会を組織して検討を進めていただきました。ここに快く委員をお引き受けいただき、ご検討いただいた諸先生方に、この場を借りて厚くお礼を申し上げる次第です。

今次の改訂では、近年、食用塩に衛生試験の結果が求められていることに対応するため、新たに衛生試験方法として一般生菌数および大腸菌群の試験方法を付録に記載しました。この衛生試験方法は、厚生労働省告示「食品、添加物等の規格基準」に基づいており、検討委員会において試験が実施され、その試験の結果について議論し、作成されたものです。今後、本試験方法が使用され、必要に応じて検証がなされることで、さらに堅牢性を高めることができるものと考えております。

今後とも、塩事業センターは、日々進歩する分析技術、環境の変化等に対応した塩の試験方法の充実に努めてまいりたいと考えております。試験研究機関の皆様、塩業に携わる皆様など関係の方々に、この塩試験方法を大いに活用していただければ幸いです。

なお、今次の主な改訂点は以下のとおりです。

主な改訂点

1. 衛生試験法を付録に記載した。
2. 水銀測定に用いる試料量を測定装置に合わせて変更できる記載にした。
3. イオンクロマトグラフ法における水酸化カリウム溶離液に関する注意を記載した。
4. 索引を記載した。

2019 年 7 月

公益財団法人塩事業センター

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

日本海水学会 塩試験方法検討委員会（平成 30 年度）

委員長	山根　兵	山梨大学 名誉教授
委員	麻田　拓矢	公益財団法人塩事業センター海水総合研究所 主任研究員
	朝本　紘充	日本大学生産工学部 専任講師
	上原　伸夫	宇都宮大学大学院工学研究科 教授
	小川　襲	ダイヤソルト株式会社 崎戸工場 品質管理部品質管理課 課長
	古賀　明洋	公益財団法人塩事業センター海水総合研究所 主任研究員
	貞永　憲作	日本食塩製造株式会社 代表取締役社長
	鈴木　保任	山梨大学大学院総合研究部 准教授
	竹内　泰人	鳴門塩業株式会社 品質保証部品質管理課 課長
	土井　宏育	公益財団法人微生物化学研究会微生物化学研究所 上級研究員
	仲村　隆司	株式会社日本海水 品質保証室赤穂品質保証グループ 係長
	新野　靖	食用塩公正取引協議会 専務理事
	西田　紀彦	一般社団法人日本海事検定協会 理化学分析センター センター長
	野田　寧	公益財団法人塩事業センター海水総合研究所 次長
	藤田　貴之	ナイカイ塩業株式会社 品質保証部 部長代理
事務局	清水　徹	公益財団法人塩事業センター海水総合研究所 主任主事

(五十音順)

改 訂 履 歴

明治 38 年	塩専売法制定
明治 39 年	塩鑑定分析法及び其註釈（大蔵省主税局制定）
明治 40 年	塩務に関する分析法（大蔵省制定）
昭和 24 年 6 月	日本専売公社発足
昭和 25 年 3 月	塩務に関する分析法（日本専売公社制定）
昭和 26 年 7 月	塩務に関する分析法及び註釈→近代的な方法、迅速性改善
昭和 36 年 3 月	塩務に関する分析法（塩試験方法）→キレート滴定法採用、英語版制定
昭和 38 年 4 月	塩務に関する分析法（海水、かん水、にがり試験方法）→別冊として制定
昭和 40 年 7 月	塩務に関する分析法（塩試験方法）→分析化学の進歩発達を反映
昭和 44 年 6 月	塩務に関する分析法→海水、かん水、にがり試験方法と統合
昭和 50 年 4 月	塩務に関する分析法→一部改訂
昭和 57 年 5 月	塩務に関する分析法→物性試験方法を追加
昭和 60 年 4 月	日本たばこ産業株式会社発足→塩専売法改正、塩専売事業を運営
平成元年 10 月	塩試験方法に名称変更→大幅改訂、食用塩の国際規格化対応､ISO 法を考慮
平成 8 年 7 月	財団法人 塩事業センター発足
平成 9 年 4 月	塩試験方法（財団法人 塩事業センター制定）→機器分析と物性試験方法の充実
平成 9 年 4 月	塩専売法廃止、塩事業法施行
平成 14 年 1 月	改訂第 2 版→添加物追加、国際単位への変更
平成 19 年 1 月	改訂第 3 版→機器分析の充実、溶媒の変更、添加物の追加
平成 25 年 9 月	改訂第 4 版→塩化物イオン電位差滴定法の追加
令和元年 7 月	改訂第 5 版→機器分析の進歩発達を反映、衛生試験方法の追加

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

目　　次

A　化学試験方法

1.　適用範囲 …… 1
2.　通則 …… 1
3.　検塩の調製 …… 4
4.　主成分
4.1　検液の調製 …… 5
4.2　乾燥減量(140℃乾燥法) …… 5
4.3　不溶解分(ガラス繊維ろ紙法) …… 6
4.4　塩化物イオン(硝酸銀滴定法：モール法) …… 7
4.5　カルシウム及びマグネシウム
4.5.1　カルシウム及びマグネシウム(キレート滴定法) …… 9
4.5.2　カルシウム及びマグネシウム(ICP発光分光分析法) …… 12
4.6　硫酸イオン
4.6.1　硫酸イオン(クロム酸バリウム吸光光度法) …… 14
4.6.2　硫酸イオン(イオンクロマトグラフ法) …… 16
4.7　カリウム(フレーム光度法) …… 17
4.8　塩化ナトリウム(結合計算法) …… 19
5.　主要微量成分
5.1　カルシウム及びマグネシウム
5.1.1　カルシウム及びマグネシウム(原子吸光法) …… 21
5.1.2　カルシウム及びマグネシウム(ICP発光分光分析法) …… 22
5.2　硫酸イオン(イオンクロマトグラフ法) …… 23
5.3　カリウム
5.3.1　カリウム(原子吸光法) …… 24
5.3.2　カリウム(フレーム光度法) …… 25
6.　特殊微量成分
6.1　重金属(硫化ナトリウム比濁法) …… 27
6.2　ストロンチウム
6.2.1　ストロンチウム(原子吸光法) …… 28
6.2.2　ストロンチウム(ICP発光分光分析法) …… 29
6.3　バナジウム
6.3.1　バナジウム(N-ベンゾイル-N-フェニルヒドロキシルアミン吸光光度法) …… 30
6.3.2　バナジウム(ICP発光分光分析法) …… 32
6.4　クロム
6.4.1　クロム(ジフェニルカルバジド吸光光度法) …… 33
6.4.2　クロム(ICP発光分光分析法) …… 34
6.5　マンガン
6.5.1　マンガン(原子吸光法) …… 35
6.5.2　マンガン(ICP発光分光分析法) …… 36
6.6　鉄
6.6.1　鉄(フェナントロリン吸光光度法) …… 37
6.6.2　鉄(ICP発光分光分析法) …… 38
6.7　ニッケル
6.7.1　ニッケル(原子吸光法) …… 39

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

6.7.2　ニッケル(ICP発光分光分析法) ……41
6.8　銅
6.8.1　銅(ジエチルジチオカルバミド酸吸光光度法) ……42
6.8.2　銅(原子吸光法) ……43
6.8.3　銅(ICP発光分光分析法) ……44
6.9　亜鉛
6.9.1　亜鉛(原子吸光法) ……45
6.9.2　亜鉛(ICP発光分光分析法) ……46
6.10　カドミウム
6.10.1　カドミウム(原子吸光法) ……47
6.10.2　カドミウム(ICP発光分光分析法) ……48
6.11　水銀(還元気化原子吸光法) ……49
6.12　アルミニウム
6.12.1　アルミニウム(蛍光光度法) ……51
6.12.2　アルミニウム(ICP発光分光分析法) ……54
6.13　鉛
6.13.1　鉛(原子吸光法) ……54
6.13.2　鉛(ICP発光分光分析法) ……56
6.14　ヒ素
6.14.1　ヒ素(ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法) ……56
6.14.2　ヒ素(水素化物発生ICP発光分光分析法) ……58
6.15　臭化物イオン(イオンクロマトグラフ法) ……60
6.16　リン酸イオン(モリブデンブルー吸光光度法) ……61
7.　添加物
7.1　塩基性炭酸マグネシウム(中和滴定法、キレート滴定法) ……63
7.2　炭酸カルシウム(中和滴定法、キレート滴定法) ……66
7.3　クエン酸、リンゴ酸及び乳酸(HPLC法) ……68
7.4　グルタミン酸ナトリウム(銅錯体吸光光度法) ……70
7.5　ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸塩(フェロシアン化物) (プルシアンブルー吸光光度法) ……71
7.6　カリウム(重量法) ……72
8.　参考法
8.1　加熱減量(600℃加熱法) ……74
8.2　塩化物イオン(硝酸銀滴定法：電位差滴定法) ……75
8.3　硫酸イオン(重量法) ……77
8.4　カリウム及び硫酸イオン(ICP発光分光分析法) ……78
8.5　二酸化ケイ素(モリブデンブルー吸光光度法) ……79
8.6　pH(ガラス電極法) ……81
8.7　酸消費量 ……82
8.8　アルカリ消費量 ……83
8.9　リン酸イオン、硝酸イオン及びヨウ化物イオン(イオンクロマトグラフ法) ……85
8.10　鉄(原子吸光法) ……86
8.11　クロム(原子吸光法) ……87
8.12　臭化物イオン(ヨウ素滴定法) ……88

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

B　物性試験方法

1.　適用範囲 ……91
2.　通則 ……91
3.　粒径分布(ふるい分け法) ……92
4.　かさ密度(充填法) ……96
5.　安息角(落下法) ……97
6.　参考法
　6.1　固結強さ ……98
　6.2　固結率(ふるい分け法) ……99

付録 Ⅰ　海水、かん水及びにがりの試験方法

1.　適用範囲 ……101
2.　通則 ……101
3.　温度 ……101
4.　比重 ……102
5.　濁度 ……103
6.　pH ……104
7.　検液の調製 ……104
8.　主成分 ……104
9.　微量成分
　9.1　臭化物イオン(イオンクロマトグラフ法) ……106
　9.2　リン酸イオン(モリブデンブルー吸光光度法) ……107
　9.3　その他微量成分
　　9.3.1　ニッケル、銅、亜鉛、カドミウム及び鉛(原子吸光法) ……107
　　9.3.2　ストロンチウム、鉄、亜鉛、ニッケル、クロム、銅、鉛、マンガン及びヒ素
　　(ICP発光分光分析法) ……108
　　9.3.3　鉄(フェナントロリン吸光光度法) ……109
　　9.3.4　水銀(還元気化原子吸光法) ……109
　　9.3.5　ヒ素(ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法) ……109
10.　化学的酸素要求量(COD_{Mn}) ……110
11.　溶存酸素(DO) ……111

付録 Ⅱ　輸入塩のサンプリング方法 ……113

付録 Ⅲ　衛生試験方法

1.　適用範囲 ……115
2.　通則 ……115
3.　生菌及び大腸菌群 ……115

付録 Ⅳ

1.　塩類結合計算法 ……120
2.　塩類結合係数表 ……120
3.　体積計の検定方法及び滴定の補正方法 ……121

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

4. ガラス製化学用体積計の体積許容差……126
5. ICP発光分光分析における使用波長……127
6. 廃液処理方法……127
7. 周期表……128

索引

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

A　化学試験方法

1. 適用範囲

この試験方法は塩の検査に必要な化学分析法について規定する。本試験方法が対象とする塩は、海塩（天日塩を含む）、岩塩、湖塩及びそれらに準ずる塩とする。

2. 通則

2.1 試薬及び器具

(1) 試験に使用する試薬は原則としてJIS特級とする。本文中の試薬名はJISの名称で示すが、ひらがな書き名称はカタカナ書きで示す。

(2) 試験に使用する標準溶液及び標準原液の調製には、標準試薬又は特級試薬を用いる。

(3) 標準原液は、試薬の指定量付近をすばやくはかりとって調製し、濃度は採取量からファクター(*f*)を求めて補正する。

(4) 標準原液は、各試験項目で調製方法を規定するもののほか、国家計量標準に規定するトレーサビリティが確保されたものを用いてもよい。

(5) 標準原液は保存用として用い、標準溶液は原液を使用のつど決められた濃度に希釈して使用する。

(6) 酸及びアンモニア水で濃度を表示していないものは、市販の酸、市販のアンモニア水を指し、表1に示した濃度の試薬を用いる。

(7) 液体試薬の濃度は、市販の試薬と水との混合割合を体積で( )内に示す。例えば、塩酸(1+2)は塩酸1容と水2容とからなる。

(8) 固体試薬の溶液の濃度は、溶液100 mL中に含まれる試薬の無水物のグラム数に%をつけて( )内に表わす。

表１　試薬とその化学式、濃度及び密度

名　称	化学式	含　量 (%)	モル濃度(約) (mol/L)	密度(約) (g/mL)
塩　酸	HCl	35.0～37.0	11.7	1.18(15 ℃)
硝　酸	HNO_3	60.0～62.0	13.4	1.38(15 ℃)
硫　酸	H_2SO_4	95.0 以上	17.8 以上	1.84(15 ℃)
酢　酸	CH_3COOH	99.5 以上	17.4 以上	1.05(20 ℃)
アンモニア水	NH_3	28.0～30.0	15.4	0.90(15 ℃)
フッ化水素酸	HF	46.0～48.0	27	1.14(20 ℃)

(9) この試験で用いる水は、JIS K 0557に規定するA1~A4の水とするが(表2)、項目中で規定されている場合には、それに従う。

(10) ろ紙は原則としてJIS P 3801[ろ紙(化学分析用)]の5種B相当品(直径9又は11 cm)を用いる。

(11) ガラス器具及び陶磁器類は原則としてJIS R 3503、JIS R 1301～1307(化学分析用)を用いる。

(12) デシケーターの乾燥剤は、特に指定がない限りシリカゲルとする。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

表 2　水の種別及び質 [1)]

項目	種別及び質			
	A1	A2	A3	A4
電気伝導率 mS/m (25 ℃)	0.5 以下	0.1 以下	0.1 以下	0.1 以下
有機体炭素(TOC) mgC/L	1 以下	0.5 以下	0.2 以下	0.05 以下
亜鉛 μgZn/L	0.5 以下	0.5 以下	0.1 以下	0.1 以下
シリカ μgSiO_2/L	－	50　以下	5.0 以下	2.5 以下
塩化物イオン μgCl^-/L	10　以下	2　以下	1　以下	1　以下
硫酸イオン μgSO_4^{2-}/L	10　以下	2　以下	1　以下	1　以下

A1～A4 の水の用途及び精製方法は、一般的に次のようなものである。

－ A1 の水は、器具類の洗浄及び A2～A3 の水の原料に用いる。最終工程でイオン交換法又は逆浸透膜法などによって精製したもの。又はこれと同等の質が得られる方法で精製したもの

－ A2 の水は、一般的な試験法及び A3～A4 の水の原料などに用いる。A1 の水を用い、最終工程でイオン交換装置・精密ろ過器などの組み合わせによって精製したもの。又はこれと同等の質が得られる方法で精製したもの

－ A3 の水は、試薬類の調製、微量成分の試験などに用いる。A1 又は A2 の水を用い、最終工程で蒸留法によって精製したもの。又はこれと同等の質が得られる方法で精製したもの

－ A4 の水は、微量成分の試験などに用いる。A2 又は A3 の水を用い、石英ガラス製の蒸留装置による蒸留法、又は非沸騰型蒸留装置による蒸留法で精製したもの、若しくはこれと同等の質が得られる方法で精製したもの

1）JIS K 0557（1998）用水・排水の試験に用いる水

2.2　固体及び液体のはかり方

(1) 固体のはかり方

試料及び試薬の計量には、0.1 mgの差を読みとれる天びん(化学天びん又は電子天びん)と0.1 gの差(項目に指定がない場合)を読み取れる上皿天びんを用いる。“約”とあるのは示された数値に近い量を示し、“約”の記してないものは示された量を上皿天びんで、“正確”又は“正しくはかる”とあるのは天びんで0.1 mgのケタまではかる。なお、“約5 gを正しくはかる”とあるのは5 gに近い量を天びんで0.1 mgのケタまではかることを意味する。

(2) 液体のはかり方

化学用体積計は、原則としてJIS R 3505(ガラス製化学用体積計)を用いるが、ビュレットは電動式を用いても差し支えない。“約”とあるのは示された数値に近い量を示し、“約”の記していないものは示された量をメスシリンダーで、“正しく”又は“一定量”とあるのは全量ピペット、メスフラスコ又はビュレットではかる。

(3) 滴定値は0.01 mLのケタまで読むものとする。

2.3　温度

(1) 標準温度

標準温度は20 ℃、常温は15～25 ℃とする。温度差を表示する時は℃を用いる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(2) 分析温度

同一温度条件で分析を行う。

(3) 水温

温水は40～60 ℃、熱水は60 ℃以上、冷水は15 ℃以下とする。

2.4　器具の補正

化学用体積計及び滴定の補正は付録Ⅳ.3又はJIS R 3505 及びJIS K 8006により行う。

2.5　分析法

(1) 参考法はそれぞれの適用範囲内で用いてもよい。

(2) 主成分分析において、適用範囲以下の成分については、主要微量成分の分析法に従うことが望ましい。

(3) 分析法の留意点を備考に示すのでそれに従う。備考の番号は、本文中()内に示す。

(4) 微量成分の適用範囲は、使用する機器の性能及び測定条件によって異なることがある。

(5) 計算式においてfはファクター、Fは相当量、A, B, C, Dは試料に対する滴定値、a, bは標準溶液調製時の滴定値、Lは限度量を表わす。

2.6　分析結果のまとめ方、表示及び報告

(1) 分析結果の表示は水分を含んだ検塩に対しての%表示又はmg/kg表示とする。但し、mg/kg表示は、100 mg/kg未満の量の表示に用いることを原則とする。

(2) 数字の丸め方はJIS Z 8401による。

(3) 分析は同一分析室において2個の検塩について行う。

(4) 測定値は各成分値の計算式によって表3の報告値の一ケタ下のケタ数まで求める。

表3　報告値の表示とケタ数

表示	範囲	表示ケタ数
%表示	0.10 %以上	小数点以下2ケタ
	0.010 %以上0.10 %未満	小数点以下3ケタ
	0.010 %未満	有効数字2ケタ
mg/kg表示	100 mg/kg未満	有効数字2ケタ

(5) 2個の測定値の差が許容差(測定値のバラツキが許容される限界)を超えなければ、2個の測定値の平均値を求め、表3に従い測定値を丸めて報告値とする。

(6) 微量成分の許容差は、平均測定値の10 %を目安とする。

(7) 2個の測定値の差が許容差を超える時は、再び検塩採取からやり直す。

(8) 参考法によった時は、いずれの方法によったかを明記する。

2.7　その他

(1) 原子吸光分析、吸光光度分析、発光分光分析、イオンクロマトグラフ分析及び高速液体クロマトグラフ分析の操作と一般的な注意は、それぞれJIS K 0121、JIS K 0115、JIS K 0116、JIS K 0127及びJIS K 0124の通則を参照する。

(2) 本試験方法通則にない項目については、JIS化学分析方法通則(JIS K 0050)に準拠する。

(3) 分析結果の取り扱いについては、JIS Z 8402-1～6「測定方法及び測定結果の精確さ(真度及び精度)」を参照する。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

3. 検塩の調製

3.1 要旨

試料を混ぜ合わせて検塩をとる。

3.2 器具

(1) 乳鉢[1]　　内径25 cm程度の磁製乳鉢を用いる。

(2) ポリエチレン袋[2]　　折径20 cm、長さ25 cm、厚さ0.07 mm程度の丈夫なものを用いる。

3.3 操作[3]

(1) 粗粒(2 mm以上)を含まない場合[4]は、分析用試料をポリエチレン袋中に入れて密封し、よく混ぜ合わせた後、この中から検塩をとる。

(2) 粗粒を含む場合は、(1)と同様にポリエチレン袋を用いて混ぜ合わせた後、この中から約50 gをとり、乳鉢に入れて空ずりを行う。これを別に用意した広口瓶(500 mL)、または、ポリエチレン袋に入れ、よく振り混ぜて捨てる。次に1回に約50 gをその乳鉢で手早くほぼ2 mm以下に粉砕し[5]、これを5回行い空ずり試料を捨てた広口瓶(500 mL)、または、ポリエチレン袋にそのつど移し入れる。これをよく振り混ぜ、この中から検塩をとる[6]。

3.4 備考

(1) 水分の損失が少ないことを確認した場合は、粉砕機を用いてもよい。

(2) ポリエチレン袋は、試料を入れた後、口の部分をつまんで先端から約5 cmの位置で絞ると袋が膨らむので混合しやすくなる。袋の口が密封できる構造のものを使用する場合には口が開かないように注意して使用する。

(3) 試料の混合法は本法を原則的なものとするが、水分の変動を抑えて混合が十分に行われるものであれば、この他の方法を採用しても差し支えない。

(4) 天日塩のように粗粒を含む場合は、3.3(2)の操作を行う。2 mm以下に粉砕すると水分の変化を生じやすいので、ほぼ2 mm以下となったところで粉砕をやめる。

(5) 分析誤差の原因となる試料の水分は、作業環境の温度と湿度によって変動しやすいので混合や粉砕は手早く行う。

(6) 検塩の調製は分析の直前に行うことが原則であるが、分析までにある程度の時間をおく場合は、調製後直ちに以下の分析に必要とする各検塩の質量測定までを行う。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

4. 主成分

主成分は、塩中の塩化ナトリウム量(%)を算出する際に使用される成分を示す。本項は、それらの成分の分析方法を示しており、塩化物イオン以外の成分は、含有量が多い場合に適用できる。適用範囲以下の場合は、5.主要微量成分の項に従い分析するとよい。

4.1 検液の調製

4.1.1 要旨

検塩を水に溶かし、一定量に希釈する。

4.1.2 操作[1),2)]

(1) 検塩約10 gを正しくはかりとり、ビーカー(300 mL)に移し入れ、水約100 mLを加えて50 ℃以上に加温し[3)]、よくかき混ぜて溶かす[4)]。

(2) これをろ紙でろ過し[3)]、ビーカー(500 mL)に受け、毎回5～6 mLの水で6～7回洗う。最後の洗液の数滴をとり、塩化物イオンの反応を示さないことを確かめる[5)]。もし洗浄が不十分な時は、更に数回洗い、塩化物イオンの再確認を行う。

(3) ろ液と洗液は室温まで冷却した後、メスフラスコ(500 mL)[6)]に移し入れ、標線まで水を加えて検液とする。

(4) これを2個調製し、各成分の定量にあたってはそれぞれから別に検液をとって分析を行い、2個の測定値を求める。

4.1.3 備考

(1) 不溶解分が多い場合又は不溶解分の測定と兼用する場合は、ろ紙の代わりにガラス繊維ろ紙を用い、4.3に準じて操作する。

(2) ここで用いる水はあらかじめ以下の方法により塩化物イオンが検出されないことを確かめる。
約100 mLの水をビーカー(300 mL)にとり、これを黒色紙上に置き、硝酸銀溶液(0.1 mol/L)を数滴加えて注意して観察し、わずかな白濁も生じないことを確かめる。

(3) 不溶解分が極めて少ない試料の場合は、加温及びろ過操作をしなくてもよい。

(4) 水に不溶なカルシウム塩、または、マグネシウム塩が添加された塩の場合、総カルシウム量、または、総マグネシウム量を測定する際には、少量の塩酸を加えて溶解させるとよい。分析方法については各項目に従う。

(5) 洗液中の微量の塩化物イオンを試験するには、まず硝酸銀溶液(0.1 mol/L)約5 mLを試験管にとって硝酸1～2滴を加え、黒色紙上に置き、この中へ試験しようとする液を滴加して振り混ぜ、塩化銀の白濁を生ずるかどうか注意して観察する。

(6) メスフラスコは必ず補正したものを用いる。

4.2 乾燥減量(140 ℃乾燥法)

4.2.1 要旨

検塩を140 ℃で90分間乾燥した時の減量を、乾燥減量とする[1)]。

4.2.2 装置及び器具

(1) 電気定温乾燥器[2)]　　器内の容積が50 L以上で、140±2 ℃に調整できるものを用いる。

(2) はかり瓶　　直径50 mmのもの(JIS R 3503)を用いる。

4.2.3 操作

(1) あらかじめ140 ℃で乾燥し、恒量[3)]としたはかり瓶に調製直後の検塩約10 gを正しくはかりとる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(2) はかり瓶のふたを開けて、電気定温乾燥器に入れ[4]、140 ℃で90分間乾燥する。
(3) ふたを閉じ、デシケーター内[5]で室温まで放冷した後、その質量をはかる。

4.2.4 計算と表示

(1) 乾燥減量は、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$乾燥減量(\%)=\frac{乾燥減量(g)}{検塩量(g)}\times 100$$

(2) 許容差

乾燥減量(%)	許容差(%)
0.20未満	0.050
0.20～1.00	0.100
1.00以上	0.200

4.2.5 備考

(1) 4.8.3(2)による総計が99.50 %未満となる試料については、原則として8.1の加熱減量(600 ℃加熱法)を適用する。
(2) 電気定温乾燥器は、器内の温度分布が比較的均一に近い通風型によるのが望ましい。
(3) はかり瓶は、あらかじめ140 ℃で90分間乾燥し、デシケーター内で室温まで放冷した後、その質量をはかる。再び乾燥器に戻し、約30分間乾燥してから同様の操作でその質量をはかる。その2回の質量差が1.0 mg以内であれば、その平均値をもってはかり瓶の質量とする。もし、この範囲を超えた場合は、更に乾燥、質量の測定の操作を繰り返して、その前後の質量差が1.0 mg以内に収まるまで行う。
(4) はかり瓶の過熱を避けるために、乾燥器内では、はかり瓶が金属部分に直接触れないように、ペトリ皿、コルク板などの上に載せる。
(5) デシケーター内に収容するはかり瓶の数は、放冷時間が60分以内となるように選ぶ。

4.3 不溶解分(ガラス繊維ろ紙法)

4.3.1 要旨

検塩を水に溶かし、孔径1 μmのガラス繊維ろ紙でろ過して水洗した後乾燥し、その質量をはかって不溶解分とする。本法の適用範囲は、不溶解分質量として2 mg以上とする。

4.3.2 装置及び器具

(1) 電気定温乾燥器
4.2.2(1)を用いる。
(2) ガラス繊維ろ紙[1),2)]
捕集粒子径1 μm、直径25～50 mmのものを用いる。
(3) ペトリ皿[1),3)]
直径約9 cmのテフロン製のものを用いる。
(4) ろ過器[4]
図1に示す形状のものを用いる。

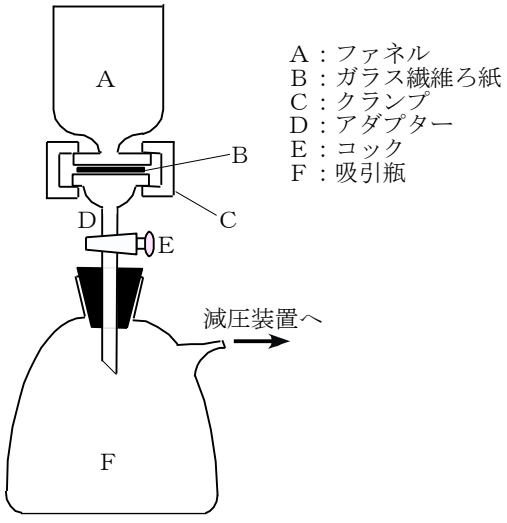


図 1　　ろ過器

4.3.3 操作

(1) ガラス繊維ろ紙をろ過器に取り付け、水で十分吸引洗浄した後、ペトリ皿の上に載せ、110 ℃[1)]で60分間乾燥し、デシケーター中で室温まで放冷した後、ガラス繊維ろ紙の質量を正しくはかる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(2) 検塩の適量(5～100 g)[5),6)]を正しくはかりとり、ビーカーに移し入れ、検塩の約10倍量の水を加えて50 ℃以上に加温し、よくかき混ぜて溶かす。

(3) ガラス繊維ろ紙をろ過器に取り付け、ビーカー内の溶液を吸引しながらろ過して不溶解分を完全に移し入れ[7),8)]、毎回約50 mLの水で4～5回洗い、塩分を完全に洗い流す。

(4) ガラス繊維ろ紙をピンセットを用いて取り外し、ペトリ皿に移し、110 ℃[1)]で60分間乾燥し、デシケーター内で室温まで放冷した後、ガラス繊維ろ紙の質量を正しくはかる。

4.3.4 計算と表示

(1) 不溶解分は、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{不溶解分(\%)} = \frac{\text{ガラス繊維ろ紙の増量(g)}}{\text{検塩量(g)}} \times 100$$

(2) 許容差

不溶解分(%)	許容差(%)
0.05未満	0.010
0.05～0.20	0.020
0.20以上	0.050

4.3.5 備考

(1) ろ過材として有機性ろ過膜（メンブランフィルター：孔径1 μm、直径25～50 mm)を使用してもよい。この場合、乾燥温度は90 ℃とし、時計皿又はアルミ箔などに載せて乾燥する。

(2) ろ紙の代わりにガラスろ過器(るつぼ型、JIS R 3503の1G4)を使用してもよい。

(3) 使用するフィルターが付着しない器具であればよい。

(4) ろ液を検液と兼用する場合(検塩10 g時)は、吸引瓶を用いる代わりにアダプターを付けたウイットの装置を用い、ろ液及び洗液は装置内にビーカーを入れて受け、メスフラスコ(500 mL)に移し入れ、標線まで水を加えて検液とする。

(5) 検塩を10 g以上用いる場合は、上皿天びんを用いてもよい。

(6) 検塩量は、ろ紙上残留物の量が2 mg以上になるようにとる。不溶解分が多く、ろ紙が目詰まりしてろ過できなくなる場合は5 g以下でもよい。

(7) 微細な懸濁物が多く認められる場合には、しばらく静置して大部分の不溶解分を沈降させ、その上澄液からろ過を始める。

(8) ビーカーの器壁及びファネルに付いた物は、水でできるだけ落とし、落ちないものは更にポリスマン等ですり落としてろ紙上に移す。

4.4 塩化物イオン(硝酸銀滴定法：モール法)

4.4.1 要旨

検液を中性にし、クロム酸カリウムを指示薬として硝酸銀標準溶液で滴定し、塩化物イオンを定量する。

4.4.2 装置及び器具

(1) 褐色ビュレット

(2) 白金るつぼ

化学分析用白金るつぼ(JIS H 6201)を用いる。

(3) 滴定用フラスコ

三角フラスコ(300 mL)、コニカルビーカー(300 mL)又はビーカー(200 mL)を用いる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

4.4.3 試薬

(1) 塩化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)[1]

あらかじめ600 ℃で加熱して恒量とした白金るつぼに標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)約5.9 gを入れて600 ℃で1時間加熱し、デシケーター中で30～60分間放冷した後、質量を測定する。白金るつぼ中の全量を水に溶かし、メスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{NaCl}は次式によって小数第5位まで算出し、第4位に丸める。

$$f_{NaCl}=\frac{\text{塩化ナトリウム採取量(g)}}{5.8443}\times\frac{\text{塩化ナトリウム純度(\%)}}{100.00}$$

この溶液は密栓して保存し、調製から1ヶ月経過したら再調製する。

(2) クロム酸カリウム指示薬

クロム酸カリウム(K_2CrO_4) 5 gを水100 mLに溶かし、これをよくかき混ぜながら硝酸銀溶液(0.1 mol/L)を滴加し、微赤色の沈殿ができるのを確かめた後ろ過する。

(3) 硝酸銀標準溶液(0.1 mol/L)[2]

硝酸銀($AgNO_3$)17 gを水1 Lに溶かし、褐色瓶に入れ保存する。この溶液1 mLの塩化物イオン相当量F_{Cl}(mg)は次のようにして定める。塩化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)25 mLを滴定用フラスコに正しくはかりとり、これにクロム酸カリウム指示薬1 mLを加えた後、水で約50 mLとする。これを静かにかき混ぜながら硝酸銀標準溶液(0.1 mol/L)で滴定し、懸濁液の色が黄色から赤橙色に変じ、この赤橙色が激しくかき混ぜても消えない点を終点とする。この時の滴定量をa mLとする。次に、この終点で生ずるクロム酸銀の溶解量を補正するための空実験を行う。それには、水50 mLを滴定用フラスコにとり、炭酸カルシウム0.5 gを加えて懸濁させ、これにクロム酸カリウム指示薬1 mLを加え、よくかき混ぜながら懸濁液の色が黄色から塩化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)の滴定時と同じ色調の赤橙色になるまで硝酸銀標準溶液(0.1 mol/L)で滴定する。この時の滴定量をb mLとする[3]。F_{Cl}(mg)は次式によって小数第5位まで算出し、第4位に丸める。

$$F_{Cl}(\text{mg})=3.5453\times f_{NaCl}\times 25.00/(a-b)$$

4.4.4 操作

(1) 検液[4]10 mLを正しくはかりとり、滴定用フラスコに移し入れ、これにクロム酸カリウム指示薬1 mLを加えた後、水で約50 mLとする。

(2) これを静かにかき混ぜながら硝酸銀標準溶液(0.1 mol/L)で滴定し[5]、ここで生じた懸濁液の色が黄色から赤橙色に変じ、この赤橙色が激しくかき混ぜても消えない点を終点とする。この時の滴定量をA mLとする。

(3) 次に空実験は4.4.1.3(3)に準じて行い、この時の滴定量をB mLとする[3]。

4.4.5 計算と表示[6]

(1) 塩化物イオンは、次式[7]によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{塩化物イオン(\%)}=F_{Cl}\times(A-B)\times 5/\text{検塩量(g)}$$

(2) 許容差

塩化物イオン(%)	許容差(%)
25.00以上	0.150

4.4.6 備考

(1) 塩化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)は以下の方法で調製してもよい。

標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)約5.9 gを磁製るつぼにはかりとり、600 ℃で1時間加熱し

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

た後30～60分間デシケーター中で放冷し、全量をはかり瓶に移し入れ塩化ナトリウムの質量を正しくはかる。これを水で溶かしてメスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。

(2) 硝酸銀標準溶液(0.1 mol/L)は測定前に必ず標定する。

(3) 空実験で滴定量が1滴以下であれば計算時に$b = 0$、$B = 0$としてよい。

(4) 検液が酸性又はアルカリ性の時は、炭酸水素ナトリウム溶液(0.1 %)あるいは硫酸(1+1000)で中和してから滴定する。但し、この中和に際してはp-ニトロフェノール0.2 gを水100 mLに溶かした指示薬1 mLを加えてから中和する。

(5) 滴定に際して、白色紙の上に滴定用フラスコを置くと終点が見やすい。

(6) この方法では、臭化物イオン及びヨウ化物イオンは塩化物イオンの当量として定量される。臭化物イオン及びヨウ化物イオンを定量し補正を行う必要がある場合は、次式によって硝酸銀標準溶液(0.1 mol/L)相当量を求め、塩化物イオン(%)の計算時に滴定量($A-B$)から差し引く。この時、相当量は小数第3位まで算出し、第2位に丸める。

$$\text{臭化物イオン量相当の滴定量(mL)} = \frac{\text{臭化物イオン(\%)} \times \text{検塩量(g)}}{5 \times F_{Cl} \times 2.2538}$$

$$\text{ヨウ化物イオン量相当の滴定量(mL)} = \frac{\text{ヨウ化物イオン(\%)} \times \text{検塩量(g)}}{5 \times F_{Cl} \times 3.5795}$$

(7) 4.4.1.5(1)の計算式は次式を整理したものである。

$$\text{塩化物イオン(\%)} = \frac{\dfrac{F_{Cl} \times (A - B) \times 100}{1{,}000}}{\dfrac{\text{検塩量(g)} \times 10\ (\text{検液採取量 mL})}{500\ (\text{検塩溶解時の溶液量 mL})}}$$

4.5 カルシウム及びマグネシウム

4.5.1 カルシウム及びマグネシウム(キレート滴定法)

4.5.1.1 要旨

検液の一定量をとりpH12～13とし、HSNN指示薬を加えてEDTA溶液で滴定しカルシウムを定量する。又、別に同量をとってpH10に調整し、エリオクロムブラックT指示薬を加えてEDTA溶液で滴定してカルシウムとマグネシウムの合量を求め、カルシウム量を差し引いてマグネシウムを定量する。本法の適用範囲は、カルシウム及びマグネシウムのいずれも0.02～1.0 %とする。

4.5.1.2 装置及び器具

(1) ビュレット

(2) 滴定用フラスコ

三角フラスコ(200 mL)、コニカルビーカー(200 mL)又はビーカー(100 mL)を用いる。

4.5.1.3 試薬

(1) 水酸化ナトリウム溶液(4 %)

水酸化ナトリウム(NaOH)4 gを水に溶かして100 mLとし、ポリエチレン瓶に保存する。

(2) ニトリロトリエタノール(1+10)溶液

2,2',2''-ニトリロトリエタノール[$N(CH_2CH_2OH)_3$](トリエタノールアミン)10 mLと水100 mLを混ぜ合わせる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(3) 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(5 %)

塩化ヒドロキシルアンモニウム[$(NH_3OH)Cl$](塩酸ヒドロキシルアミン) 5 gを水に溶かして100 mLとし、褐色瓶に入れ密栓して冷暗所に保存する。この溶液は約1ヶ月は安定である。

(4) 塩化アンモニウム-アンモニア緩衝溶液(pH10)

塩化アンモニウム(NH_4Cl)70 gをアンモニア水570 mLと水約200 mLとの混合溶液に溶かした後、水を加えて1 Lとする。

(5) HSNN溶液(NANA溶液) (1),(2)

2-ヒドロキシ-1-(2-ヒドロキシ-4-スルホ-1-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸(HSNN) 0.5 gをメタノール100 mLに溶かし、塩化ヒドロキシルアンモニウム0.5 gを加え、褐色瓶に入れ密栓して冷暗所に保存する。

(6) エリオクロムブラックT溶液(EBT溶液) (1),(3)

エリオクロムブラックT[1-(1-ヒドロキシ-2-ナフチルアゾ)-6-ニトロ-2-ナフトール-4-スルホン酸ナトリウム]0.5 gをメタノール100 mLに溶かし、塩化ヒドロキシルアンモニウム0.5 gを加え、褐色瓶に入れ密栓して冷暗所に保存する。

(7) EDTA標準溶液(0.01 mol/L)(4)

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物(EDTA)を80 ℃で約5時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、その約3.72 gを正しくはかりとり、水に溶かしてメスフラスコ(1 L)に入れ、標線まで水を加える。この溶液1 mLのカルシウム及びマグネシウム相当量F_{Ca}(mg)及びF_{Mg}(mg)は、次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$F_{Ca}(\mathrm{mg}) = \frac{\text{EDTA採取量(g)}}{3.722} \times 0.4008 \qquad F_{Mg}(\mathrm{mg}) = F_{Ca} \times 0.606$$

但し、0.606＝Mgの原子量(24.305)／Caの原子量(40.078)

4.5.1.4 操作(5)

(1) 検液50 mL(6)を2つの滴定用フラスコに正しくはかりとる。

(2) ひとつの検液を約50 ℃に加温し(7)、水酸化ナトリウム溶液(4 %)10 mLを加え、pHを12～13とし、約1分間よく振り混ぜる(8)。

(3) ニトリロトリエタノール溶液(1+10)1 mL(9)及び塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(5 %)1 mLを加えて振り混ぜる。

(4) 指示薬としてHSNN溶液(2)2～3滴を加えて振り混ぜ、EDTA標準溶液(0.01 mol/L)で滴定する(10)。溶液の色が赤紫から完全に青になった点を終点とする。この時のEDTA標準溶液(0.01 mol/L)の滴定量をA mLとする。

(5) もう一方の検液を約50 ℃に加温し(7)、pHを10とするため塩化アンモニウム-アンモニア緩衝溶液(pH10)5 mLを加える。

(6) ニトリロトリエタノール溶液(1+10)1 mL(9)及び塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(5 %)1 mLを加えて振り混ぜる。

(7) 指示薬としてエリオクロムブラックT溶液(3)2～3滴を加えて振り混ぜ、EDTA標準溶液(0.01 mol/L)で滴定する(10)。溶液の赤みが消えて完全に青になった点を終点とする。この時のEDTA標準溶液(0.01 mol/L)の滴定量をB mLとする。

4.5.1.5 計算と表示

(1) カルシウム及びマグネシウムは、それぞれ次式(11)によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

カルシウム(%) ＝$A \times F_{Ca}$／検塩量 (g)　　マグネシウム(%)＝$(B-A) \times F_{Mg}$／検塩量 (g)

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(2) 許容差

カルシウム及びマグネシウム(%)	許容差(%)
0.10未満	0.010
0.10～1.00	0.020

4.5.1.6 **備考**

(1) HSNN溶液及びエリオクロムブラックT溶液は、調製から1ヶ月以上経過したら再調製する。

(2) HSNN溶液の代わりに、2-ヒドロキシ-1-(2-ヒドロキシ-4-スルホ-1-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸0.5 gと硫酸カリウム50 gとをメノウ乳鉢中で均一になるまでよくすりつぶした粉末約0.1 gを加えてもよい。この指示薬は褐色瓶に入れ､湿気に触れないように密栓してデシケーター中に保存しなければならない。もし滴定時に赤色から紫色に変色する時は、この指示薬が変質しているためであるから、新しく調製しなければならない。この指示薬は添加後放置すると酸化されるため、終点の変色が見にくくなる。

(3) エリオクロムブラックT溶液の代わりに、エリオクロムブラックT 0.4 gと硫酸カリウム100 gとを均一になるまでよくすりつぶした粉末約0.1 gを加えてもよい。この指示薬は褐色瓶に入れ密栓してデシケーター中に保存しなければならない。

(4) EDTA標準溶液(0.01 mol/L)は少なくとも月1回新たに調製するか、標定してF_{Ca}値を確かめる。標定は以下の操作で行う。

(a) 亜鉛標準溶液の調製

亜鉛(Zn)(JIS K 8005又はJIS H 2107)の約1.0 gを正しくはかりとり、ビーカー(300 mL)に移し、時計皿で覆って塩酸10 mLを少しずつ加え、加温して完全に溶かし、約5 mLになるまで濃縮した後、メスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{Zn}は、次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{Zn}=\frac{\text{亜鉛採取量(g)}}{1.000}\times\frac{\text{亜鉛純度(\%)}}{100}$$

(b) 標定

亜鉛標準溶液10 mLを正しくはかりとり、滴定用フラスコに移し入れ、水40 mLを加えて約50 ℃に加温し､塩化アンモニウム-アンモニア緩衝溶液(pH10)5 mL及び指示薬としてエリオクロムブラックT溶液2～3滴を加えて、調製したEDTA標準溶液(0.01 mol/L)で、溶液の赤みが消えて完全に青になるまで滴定する。この時のEDTA標準溶液(0.01 mol/L)滴定量をC mLとする。EDTA標準溶液(0.01 mol/L)1 mLのカルシウム及びマグネシウム相当量F_{Ca}(mg)及びF_{Mg}(mg)は、次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$F_{Ca}(\text{mg})=\frac{10\times1\times f_{Zn}}{C}\times0.613 \qquad F_{Mg}(\text{mg})=F_{Ca}\times0.606$$

但し、0.613＝Caの原子量(40.078)／Znの原子量(65.39)

(5) リン酸イオンが高濃度で共存する場合、終点判定が困難になるので、操作(2)及び(5)で検液にクエン酸ナトリウム溶液(0.5 mol/L)1 mLを加えてよくかき混ぜ、滴定操作をゆっくり行うとよい。クエン酸ナトリウム溶液(0.5 mol/L)は、クエン酸三ナトリウム二水和物14.7 gを水に溶かして100 mLとして用いる。

(6) カルシウム及びマグネシウム含有量が0.02～1.0 %以外の場合は検塩又は検液の採取量を増減する。

(7) 加温して滴定するのは、この滴定の反応が遅いので、それを促進するためである。滴定は常温で行ってもよいが、終点近くなった時はゆっくり滴定する必要がある。加温する場合の液温は60 ℃を超えてはならない。リン酸を含む場合も同様な注意が必要である。

(8) マグネシウムを含まない時は、水酸化ナトリウム溶液(4 %)を加えて直ちに滴定をはじめてもよい。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(9) ニトリロトリエタノール(1+10)溶液の添加は、共存する鉄による指示薬の変色の妨害を防ぐためであるから、鉄を含まない場合は加えなくてもよい。

(10) 終点判定は光度判定でもよい。但し、測定波長は530又は630 nm付近とし、変色後安定してから吸光度を読み、吸光度の変曲点を終点とする。

(11) 4.5.1.5(1)の計算式は次式を整理したものである。

$$\text{カルシウム(\%)} = \frac{A \times F_{Ca} \times \dfrac{100}{1{,}000}}{\text{検塩量(g)} \times \dfrac{50\ (\text{検液採取量 mL})}{500\ (\text{検塩溶解時の溶液量 mL})}}$$

$$\text{マグネシウム(\%)} = \frac{(B-A) \times F_{Mg} \times \dfrac{100}{1{,}000}}{\text{検塩量(g)} \times \dfrac{50\ (\text{検液採取量 mL})}{500\ (\text{検塩溶解時の溶液量 mL})}}$$

4.5.2 カルシウム及びマグネシウム(ICP発光分光分析法)

4.5.2.1 要旨

検塩を水に溶かした後、高周波により形成されたアルゴンの誘導結合プラズマ(ICP)中に噴霧し、カルシウム及びマグネシウムの特定波長の発光を測定してカルシウム、マグネシウムを定量する。適用範囲は0.01～0.10 %とする。

4.5.2.2 装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置

高塩濃度用プラズマトーチ及び高塩濃度用ネブライザーを取り付けて使用する。装置については、その装置に定められた操作方法に従って機器を調節する。

4.5.2.3 試薬

(1) カルシウム標準原液(0.4 mg/mL)

炭酸カルシウム($CaCO_3$)約2 gを110～150 ℃で2時間乾燥し、デシケーター中で放冷する。その約1.0 gを正しくはかりとり、ビーカー(200 mL)に移し入れ時計皿で覆ってから塩酸(1+1)5 mLを加えて溶かし、加温して二酸化炭素を追い出した後、室温まで冷却し、メスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{Ca}は次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{Ca} = \text{炭酸カルシウム採取量(g)} / 1.000$$

(2) カルシウム標準溶液(0.1 mg/mL)

(1)の標準原液25 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、塩酸(1+1)1 mLを加え、標線まで水を加える。

(3) マグネシウム標準原液(1 mg/mL)

金属マグネシウム約1.0 gを正しくはかりとり、ビーカー(200 mL)に移し入れ時計皿で覆ってから塩酸15 mLに溶かしてメスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{Mg}は次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{Mg} = \text{金属マグネシウム採取量(g)} / 1.000$$

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(4) マグネシウム標準溶液(0.1 mg/mL)
(3)の標準原液10 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、塩酸(1+1)5 mLを加え、標線まで水を加える。

(5) 塩化ナトリウム　　標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)を用いる。

(6) アルゴンガス

4.5.2.4 操作

(1) 4.1に従い調製した検液を測定用検液とする[(1),(2),(3)]。

(2) 装置を調整し、検液をプラズマトーチ中に噴霧させ、カルシウムは波長393.367 nm、マグネシウムは波長279.553 nm[(4)]の発光強度を測定し[(5)]、別に作成した検量線から目的成分の含有量(mg)を求める。

4.5.2.5 検量線の作成

(1) カルシウム標準溶液(0.1 mg/mL)及びマグネシウム標準溶液(0.1 mg/mL)をメスフラスコ(100 mL)に段階的(0～20 mL)に正しくはかりとり[(6)]、更に塩化ナトリウム2.0 gを加える。

(2) 塩化ナトリウムを溶かした後、水を標線まで加え、操作の(2)を行い、目的成分の含有量(mg)と発光強度との関係線を作成し、検量線とする。

4.5.2.6 計算と表示

(1) カルシウム及びマグネシウムは、次式[(7)]によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

カルシウム又はマグネシウム(%)＝含有量(mg)×0.5×f／検塩量(g)

f: それぞれの成分の標準溶液のファクター

(2) 許容差

カルシウム及びマグネシウム(%)	許容差(%)
0.01～0.10	0.010

4.5.2.7 備考

(1) 0.01 %未満のカルシウム及びマグネシウムを分析する時は、5.1.2に従い測定する。
0.10 %以上の場合は、検液を希釈して測定する。この場合、検量線溶液中塩化ナトリウム濃度を検液中濃度に合わせて調製する。

(2) 検液中に不溶解分がある場合は、乾いたろ紙(5種C)でろ過する。この時、最初のろ液5 mLは捨て、これ以降のろ液を検液とする。

(3) 検液噴霧中にネブライザーが詰まる時は、検液のろ過操作を行う。

(4) 高次のスペクトル線が使用可能な装置では、高次のスペクトル線を用いてもよい。但し、使用波長は他元素の近接線の影響がないことを確かめておく。

(5) 発光強度を測定する時は、バックグランド補正を必ず行い発光強度を求める。

(6) 検量線作成における標準溶液の濃度範囲は、使用装置における測定元素の感度及び測定試料中の成分含有量に合わせて調整する。

(7) 4.5.2.6(1)の計算式は次式を整理したものである。

$$\text{カルシウム又はマグネシウム(\%)}=\frac{\dfrac{\text{含有量(mg)}}{1{,}000}\times 100\times f}{\text{検塩量(g)}\times\dfrac{100\text{(検量線溶液量 mL)}}{500\text{(検塩溶解時の溶液量 mL)}}}$$

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

4.6 硫酸イオン

4.6.1 硫酸イオン(クロム酸バリウム吸光光度法)

4.6.1.1 要旨

検液にクロム酸バリウム懸濁液を加えて硫酸バリウムを沈殿させ、硫酸イオンと置換したクロム酸イオンの吸光度を測定し、間接的に硫酸イオンを定量する。本法の適用範囲は、硫酸イオン0.01～0.40 %とする。

4.6.1.2 装置及び器具

(1) 光電分光光度計又は光電光度計

(2) 共栓すり合わせ平底試験管[1]

内径約23 mm、容量50 mLで容量目盛があるものを使用する。

4.6.1.3 試薬

(1) クロム酸バリウム懸濁液[2]

クロム酸バリウム($BaCrO_4$)をメノウ乳鉢ですりつぶした後、2.5 gを酢酸(1+35)100 mLと塩酸(1+50)100 mLの混合溶液200 mLに加えて懸濁液を調製する。

(2) カルシウムを含むアンモニア水

塩化カルシウム二水和物($CaCl_2 \cdot 2H_2O$)1.85 gをアンモニア水(1+4)500 mLに溶かし、ポリエチレン瓶に保存する。

(3) エタノール

(4) 硫酸イオン標準原液(1 mg/mL)

硫酸カリウム(K_2SO_4)約2 gを110 ℃で約1時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、その約1.8 gを正しくはかりとり、水に溶かしてからメスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{SO_4}は次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{SO_4}$$＝硫酸カリウム採取量(g)／1.814

(5) 硫酸イオン標準溶液(0.1 mg/mL)

(4)の標準原液50 mLをメスフラスコ(500 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

(6) 塩化ナトリウム溶液(10 %)

塩化ナトリウム(NaCl)50 gを水に溶かして500 mLとする。

4.6.1.4 操作

(1) 検液25 mL[3]を共栓すり合わせ平底試験管(50 mL)に正しくはかりとり、よく振り混ぜて均一に懸濁させたクロム酸バリウム懸濁液3 mLをメスピペットですばやくとって加え、1分間振り混ぜて2分間放置し、更に1分間振り混ぜて2分間放置する。

(2) 次に、カルシウムを含むアンモニア水の上澄み液1 mLをスポイト式ピペットで静かに加え[4]、エタノール10 mLを加えた後、水を標線まで加える。これを更に1分間振り混ぜた後10分間放置する。

(3) 次に乾燥ろ紙(5種C)でろ過し[5]、最初のろ液5 mLを捨て、これ以降のろ液をビーカー(50 mL)に受ける。このろ液の一部を吸収セルに移し、水を対照として吸光度を370又は400 nmの波長で測定し、別に作成した検量線から硫酸イオン量(mg)を求める。

4.6.1.5 検量線の作成

(1) 硫酸イオン標準溶液(0.1 mg/mL) 0, 2, 4, 6, 8, 10 mL(それぞれ硫酸イオン0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 mgを含む)あるいは0, 5, 10, 15, 20 mL(それぞれ硫酸イオン0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 mgを含む)をそれぞれ共栓すり合わせ平底試験管(50 mL)に正しくはかりとる。

(2) 塩化ナトリウム溶液(10 %)5 mLを加えた後、水を加えて25 mLとし、操作の(1)～(3)(硫酸イオン1.0 mg

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

以下では波長370 nm、それ以上では波長400 nmを使用する)を行い、吸光度と硫酸イオン量(mg)との関係線を作成し、検量線とする。なお、検量線の作成は試料溶液測定時に行う。

4.6.1.6 計算と表示

(1) 硫酸イオンは、次式[(6)]によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{硫酸イオン(\%)} = \text{硫酸イオン量(mg)} \times f_{SO_4} \times 2 / \text{検塩量(g)}$$

(2) 許容差

硫酸イオン(%)	許容差(%)
0.40未満	0.040

4.6.1.7 備考

(1) メスフラスコ(50 mL)を使用してもよい。

(2) 不純なクロム酸バリウムを使用すると空実験値が大きくなる。クロム酸バリウムの純度に疑問がある時は、以下に従って精製を行う。

クロム酸バリウム($BaCrO_4$)13 gに塩酸(1+5)100 mLを加えて温めて溶かし、水を加えて全容を約700 mLとする。これを70～80 ℃に加熱し、アンモニア水(1+7)を滴加してクロム酸バリウムを再沈殿させる。この溶液の一部をとり、ブロムチモールブルー溶液(ブロムチモールブルー0.1 gをエタノール50 mLに溶かし、水を加えて100 mLとした溶液)を加えた時に青色となるまでアンモニア水を加え続ける。沈殿を毎回約500 mLの温水で2～3回洗い、上澄液を捨てた後ガラスろ過器(1G4)で吸引ろ過し、少量の水で2～3回洗い、110 ℃で約1時間乾燥してからメノウ乳鉢で細粉とし、広口試薬瓶に入れてデシケーター中に保存する。

(3) 硫酸イオン含有量が0.4 %以上の時は検液採取量を減らし、これに合わせて検量線作成時の塩化ナトリウム溶液(10 %)添加量も減らして操作する。

(4) 検液にクロム酸バリウム懸濁液を加えて硫酸バリウムを沈殿させる時の溶液のpHは2.0～3.5、カルシウムを含むアンモニア水を加えた後のpHは9.0～10.0の範囲にあることが必要である。範囲外である時は、試薬の再調製又は検液の中和を行う。

(5) この操作でろ液が濁っている時は操作を初めからやり直す。ろ過の代わりに遠心沈殿法によってもよい。この場合、遠心分離機はタイマー付きで3,000回転/分以上の回転数のあるものを使用し、10 mLの遠沈管に懸濁液をとり、2,500～3,000回転/分で10分間遠沈を行い、上澄み液を用いて分析する。

(6) 4.6.1.6(1)の計算式は次式を整理したものである。

$$\text{硫酸イオン(\%)} = \frac{\dfrac{\text{硫酸イオン量(mg)}}{1{,}000} \times 100 \times f_{SO_4}}{\text{検塩量(g)} \times \dfrac{25(\text{検液採取量 mL})}{500(\text{検塩溶解時の溶液量 mL})}}$$

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

4.6.2 硫酸イオン(イオンクロマトグラフ法)

4.6.2.1 要旨

検塩を水に溶かし、イオンクロマトグラフ法により硫酸イオンを定量する。本法の適用範囲は、硫酸イオン0.01 %～0.40 %とする。

4.6.2.2 装置

(1) イオンクロマトグラフ

次の(a)～(d)の条件を満たすもので、硫酸イオンを検出できるもの。装置の構成は図2に示すように、溶離液槽、ポンプ、試料導入器、分離カラム、サプレッサ、再生液槽、検出器及び記録計からなる。

(a) 分離カラム

硫酸イオンが分離可能なカラムを用いる。

(b) サプレッサ

溶離液中の陽イオンと再生液中の水素イオンを交換するイオン交換膜型又はイオン交換樹脂カラム型などの装置を用いる。

(c) 検出器

電気伝導度検出器を用いる。

(d) 試料導入器

50又は100 μLのサンプルループ付きインジェクションバルブを用いる。

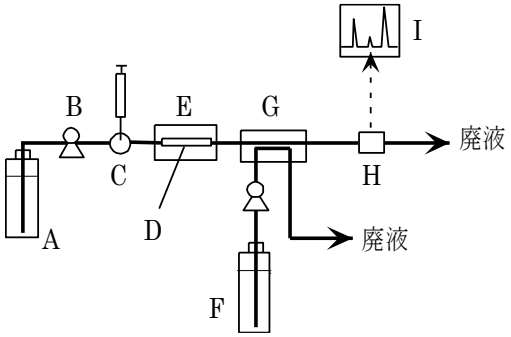


図2　イオンクロマトグラフ構成例

A：溶離液槽	F：再生液槽
B：ポンプ	G：サプレッサ
C：試料導入器	H：検出器
D：分離カラム	I：記録計
E：カラム槽	

4.6.2.3 試薬

(1) 水

蒸留水又はそれ以上の純度の水を用いる。

(2) 溶離液[1]

使用する装置及び分離カラムに適合した種類(例：炭酸ナトリウム/炭酸水素ナトリウム)、濃度の溶液を脱気[2]してから用いる。

(3) 再生液

使用するサプレッサに適合した種類(例：硫酸)、濃度の溶液を用いる。

(4) 硫酸イオン標準溶液(4 μg/mL)

4.6.1.3(5)の標準溶液(0.1 mg/mL)10 mLをメスフラスコ(250 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

4.6.2.4 操作

(1) 検液10 mLをメスフラスコ(500 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加えて硫酸イオンの検液とする。(試料濃度0.04 %)[3],[4]

(2) 定められた操作方法に従って機器を調整した後、検液を注入してクロマトグラムを求め[5],[6]、硫酸イオンに相当するピークの高さ又は面積を読み取る。

(3) 別に作成した検量線から硫酸イオン量(μg)を求める。

4.6.2.5 検量線の作成

硫酸イオン標準溶液(4 μg/mL)を1～50 mLの範囲でメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり[7],[8]、標線まで水を加えて操作の(2)を行い、硫酸イオン量(μg)とピーク高さ又はピーク面積との関係線を作成し[6]、検量線とする。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

4.6.2.6 計算と表示

(1) 硫酸イオンは、次式[9]によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

硫酸イオン(%)＝硫酸イオン量(μg)×0.025×f_{SO_4}／検塩量(g)

(2) 許容差

硫酸イオン(%)	許容差(%)
0.10未満	0.010
0.10～0.40	0.020

4.6.2.7 備考

(1) 溶離液に水酸化カリウム溶液を使用する場合は、試料中のマグネシウムが水酸化物として析出することにより、カラムの劣化を早める可能性があるので注意する。

(2) 脱気は減圧法、超音波法又はこの二法の組み合わせによって行うか、インライン式の脱気装置を接続するとよい。

(3) 硫酸イオンが微量である時は、試料濃度を高くしてもよい。但し、分離の状態が良好であることを確認する。

(4) 検液中の不溶解分はカラムの劣化を早めるので、水で洗浄したメンブランフィルター(孔径0.45 μm以下)又はガラス繊維ろ紙[4.3.2(2)]でろ過してから用いる。

(5) 測定後、蒸留水を注入し、カラム中に直前に注入した試料成分が残っていないことを確かめる。この操作は標準溶液、検液の注入ごとに行う必要はないが、適当な間隔で行うことが望ましい。

(6) クロマトグラフ用のデータ処理装置を用いてもよい。

(7) 検量線作成における標準溶液の濃度及び採取量は、使用装置における硫酸イオンの感度及び推定濃度に合わせ調整する。

(8) 2成分以上同時に定量する時は、標準溶液の混合溶液を用いてもよい。

(9) 4.6.2.6(1)の計算式は次式を整理したものである。

$$\text{硫酸イオン(\%)} = \frac{\dfrac{\text{硫酸イオン量(μg)}}{1{,}000\times1{,}000}\times\dfrac{1}{100}\times f_{SO_4}\times 100}{\dfrac{\text{検塩量(g)}\times 10(\text{検液採取量 mL})}{500(\text{検塩溶解時の溶液量 mL})}\times\dfrac{1}{500}}$$

4.7 カリウム(フレーム光度法)

4.7.1 要旨

検液をフレーム中に噴霧し、この時生じる波長766.5又は769.8 nmの輝線の強度を測定してカリウムを定量する。本法の適用範囲は、カリウム0.01～0.30 %とする。

4.7.2 装置

(1) フレーム分光光度計、フレーム光度計又は原子吸光分析装置は使用する機器に示されている取扱方法に従って調整し、波長を766.5又は769.8 nmに合わせる。機器によってはカリウム測定用干渉フィルターを使用する。燃料ガスは使用する機器に適合したプロパンガス、都市ガス又はアセチレンガスを用いる。

4.7.3 試薬

(1) カリウム標準原液(1 mg/mL)

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

塩化カリウム(KCl)約3 gを500～600 ℃で40～50分間加熱し、デシケーター中で放冷した後、その約1.91 gを正しくはかりとり、水に溶かしてからメスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液はポリエチレン瓶に保存する。この溶液のファクターf_Kは次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_K = \text{塩化カリウム採取量(g)} / 1.907$$

(2) カリウム標準溶液(0.1 mg/mL)

(1)の標準原液50 mLを正しくはかりとり、メスフラスコ(500 mL)に移し入れ、標線まで水を加える。

(3) 塩化ナトリウム

標準試薬塩化ナトリウム(JIS K 8005)を用いる。

4.7.4 操作

(1) 検液25 mLを正しくはかりとり[1]、メスフラスコ(100 mL)に移し入れ標線まで水を加え、カリウムの検液とする。

(2) 装置を調整し[2]、検液をフレーム中に噴霧し[3]、波長766.5又は769.8 nmにおける指示値(又は干渉フィルターを使用した時の指示値)を読み、別に作成した検量線からカリウム量(mg)を求める。

4.7.5 検量線の作成[1]

(1) 表4に示すように、それぞれのメスフラスコ(100 mL)に塩化ナトリウム0.5 gをはかりとり、水を加えて溶かした後、カリウム標準溶液(0.1 mg/mL)を正しくはかりとり、標線まで水を加える。

(2) 操作(2)に従い、まずNo.1を噴霧して指示値がゼロを示すように調節する。

(3) 次にNo.2～No.7を順次噴霧してカリウム量(mg)と指示値の関係線を作成し[4]、検量線とする。なお検量線の作成は試料溶液測定時に行う。

表4 検量線用標準溶液

No.	カリウム標準溶液(0.1 mg/mL)添加量	塩化ナトリウム添加量(g)	カリウム量(mg)
1	0	0.5	0
2	1.0	0.5	0.1
3	2.0	0.5	0.2
4	4.0	0.5	0.4
5	6.0	0.5	0.6
6	10.0	0.5	1.0
7	15.0	0.5	1.5

4.7.6 計算と表示

(1) カリウムは、次式[5]によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{カリウム(\%)} = \text{カリウム量(mg)} \times 2 \times f_K / \text{検塩量(g)}$$

(2) 許容差

カリウム(%)	許容差(%)
0.10未満	0.010
0.10～0.30	0.020

4.7.7 備考

(1) カリウム含有量が多い検塩(0.3 %以上)の場合には、検液の採取量を減らす。この場合、検量線用標準溶液中の塩化ナトリウム添加量も検液の採取量に合わせて減らす。

(2) 原子吸光分析装置を用いアセチレン-空気フレームで測定する場合、機器の感度を下げるためにフレームを水平方向に回転させて測定する。これにより、検量線の曲がりが小さくなる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(3) 試料溶液、燃料の流入量及び電圧の変動などにより指針が変動する場合、カリウム定量用検液とそれに最も近い検量線用標準溶液とを交互に繰り返して入れ、なるべく手早く行ってこれらの条件の変動を少なくする。

(4) 指示値をメーターで示す装置ではゼロ、100合わせを行って検量線を作成してもよい。

(5) 4.7.6(1)の計算式は次式を整理したものである。

$$\text{カリウム}(\%) = \frac{\dfrac{\text{カリウム量(mg)}}{1{,}000} \times 100 \times f_{\mathrm{K}}}{\text{検塩量(g)} \times \dfrac{25\ (\text{検液採取量 mL})}{500(\text{検塩溶解時の溶液量 mL})}}$$

4.8 塩化ナトリウム(結合計算法)

4.8.1 要旨

塩化ナトリウム及びナトリウムは他の各成分の分析結果(報告値)から計算によって求める。

4.8.2 塩化ナトリウムの算出[1),2)]

(1) はじめに

$$\alpha = \mathrm{Ca}(\%) \times 2.92 + \mathrm{Mg}(\%) \times 4.81 - \mathrm{SO_4}(\%) \times 1.22$$

の値を求め、αが正、ゼロ又は負の値に従って、次のいずれかによって計算する。

(2) αの値が正である時

$$\text{塩化ナトリウム}(\%) = \mathrm{Cl}(\%) \times 1.6485 - \mathrm{K}(\%) \times 1.49 - \alpha$$

(3) αの値がゼロ又は負である時

$$\text{塩化ナトリウム}(\%) = \mathrm{Cl}(\%) \times 1.6485 - \mathrm{K}(\%) \times 1.49$$

(4) 計算においては、それぞれの掛け算について小数第3位まで算出し、α及び塩化ナトリウムは第2位に丸める[3)]。

4.8.3 総計

(1) 前項によって求めた塩化ナトリウムより、次式によってNa(%)を計算し、小数第3位まで算出し、第2位に丸める[3),4)]。

$$\mathrm{Na}(\%) = \text{塩化ナトリウム}(\%) \times 0.3934$$

但し、αが負の時は $\mathrm{Na}(\%) = [\text{塩化ナトリウム}(\%) + |\alpha|] \times 0.3934$

(2) 総計は次式によって求める。

$$\text{総計}(\%) = \text{乾燥減量}(\%) + \text{不溶解分}(\%) + \mathrm{Cl}(\%) + \mathrm{Ca}(\%) + \mathrm{Mg}(\%) + \mathrm{SO_4}(\%) + \mathrm{K}(\%) + \mathrm{Na}(\%)$$

(3) 総計は、99.50～100.20 %の間に入ることが多く、この範囲を操作が正しく実施されたことの目安とすることができる。

4.8.4 備考

(1) 4.8.2の計算式中の各成分(%)に対する係数の値は各成分のNaClに対する当量である。すなわち、

Clの係数 ： NaCl(58.443)／Cl(35.453)＝1.6485

Caの係数 ： 2NaCl(58.443×2)／Ca(40.078)＝2.92

Mgの係数 ： 2NaCl(58.443×2)／Mg(24.305)＝4.81

$\mathrm{SO_4}$の係数： 2NaCl(58.443×2)／$\mathrm{SO_4}$(96.062)＝1.22

Kの係数 ： NaCl(58.443)／K(39.098)＝1.49

(2) 塩化ナトリウムが99 %以上の塩の塩化ナトリウムは、100(%)から不純物を差し引いて求めてもよい。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

計算においてはあらかじめ分析結果を%表示に統一し、それぞれの掛け算について小数第4位まで算出し、第3位に丸める。計算法は以下に従う。

(a) カルシウム及びマグネシウムと結合する塩化物イオン、又は硫酸イオンと結合するナトリウムの計算

（ｉ）はじめに

4.8.2(1)の計算により α の値を求め、 α が正、ゼロ又は負の値に従って次のいずれかによって計算する。

（ii） α の値が正である時

カルシウム及びマグネシウムと結合する塩化物イオンの値を計算する。

$$\mathrm{Cl(Ca,\ Mg)}(\%) = \alpha \times \frac{\mathrm{Cl}(35.453)}{\mathrm{NaCl}(58.443)} = \alpha \times 0.6066$$

（iii） α の値がゼロである時

カルシウム及びマグネシウムと結合する塩化物イオンの値もゼロである。

（iv） α の値が負である時

硫酸イオンと結合するナトリウムの値を計算する。

$$\mathrm{Na(SO_4)}(\%) = |\alpha| \times \frac{\mathrm{Na}(22.990)}{\mathrm{NaCl}(58.443)} = |\alpha| \times 0.3934$$

(b) カリウムと結合する塩化物イオンの計算

$$\mathrm{Cl(K)}(\%) = \mathrm{K}(\%) \times \frac{\mathrm{Cl}(35.453)}{\mathrm{K}(39.098)} = \mathrm{K}(\%) \times 0.907$$

(c) 塩化ナトリウムの算出

分析結果(%)及び前項で求めた成分(%)の和を100.000(%)から差し引き、小数第2位に丸めて塩化ナトリウム(%)とする。

塩化ナトリウム(%)＝100.000(%)－{乾燥減量(%)＋不溶解分(%)＋SO_4(%)＋Ca(%)＋Mg(%)＋K(%)＋[Cl(Ca, Mg)又は$Na(SO_4)$](%)＋Cl(K)(%)}

(3) 分析値の桁数が信頼性に乏しい場合は、有効数字の最下位の位が最も高いものに対し、ひと桁小さい位まで算出して、最後に最下位の桁を丸めてもよい。

(4) 4.8.3(1)の計算式中の係数はNaClに対するNaを計算するための係数である。すなわち、

Na(22.990)／NaCl(58.443)＝0.3934

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

5. 主要微量成分

主要微量成分は、塩中の塩化ナトリウム量(%)を算出する際に使用される成分の含有量が少ない場合の分析方法を示す。

5.1 カルシウム及びマグネシウム

5.1.1 カルシウム及びマグネシウム(原子吸光法)

5.1.1.1 要旨

検液をアセチレン-空気のフレーム中に噴霧し、カルシウム及びマグネシウムによる原子吸光をそれぞれ波長422.7及び285.2 nmで測定してカルシウム及びマグネシウムを定量する。本法の適用範囲は、カルシウム5～60 mg/kg、マグネシウム2～30 mg/kgとする。

5.1.1.2 装置及び器具

(1) 原子吸光分析装置

装置については、その装置に定められた操作方法に従って機器を調整する。ガスはアセチレンガスを用いる。

(2) カルシウム、マグネシウム中空陰極ランプ

5.1.1.3 試薬

(1) カルシウム標準溶液(0.04 mg/mL)

4.5.2.3(1)の標準原液(0.4 mg/mL)10 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、塩酸(1+1)1 mLを加え、標線まで水を加える。

(2) マグネシウム標準溶液(0.02 mg/mL)

4.5.2.3(3)の標準原液(1 mg/mL)10 mLをメスフラスコ(500 mL)に正しくはかりとり、塩酸(1+1)5 mLを加え、標線まで水を加える。

(3) 添加用標準溶液

メスフラスコ(100 mL)を2個用意してNo.1，No.2とし、表5に従い目的元素の標準溶液を正しくはかりとり、標線まで水を加える。

表5 標準溶液の採取量

添加用標準溶液番号	カルシウム		マグネシウム	
	標準溶液採取量(mL)	濃 度 (μg/mL)	標準溶液採取量(mL)	濃 度 (μg/mL)
No.1	5	2.0	5	1.0
No.2	10	4.0	10	2.0

5.1.1.4 操作

(1) 4.1に従い調製した検液25 mLをそれぞれ3個のメスフラスコ(50 mL)に正しくはかりとり[(1)]、うち1個は標線まで水を加え(検液)、他の2個は添加用標準溶液No.1，No.2の5 mLを正しく加えた後、標線まで水を加える。これをそれぞれ標準添加検液No.1，No.2とする。

(2) 原子吸光分析装置を調整し、カルシウムは波長を422.7 nmに設定する。検液をアセチレン-空気フレーム中に噴霧させ、光度計の指示値を記録する。同様に標準添加検液No.1，No.2の順で噴霧し、指示値を記録する。

(3) マグネシウムは、波長を285.2 nmに設定し、(2)に準じて操作する。

(4) グラフ用紙の横軸にカルシウム及びマグネシウムの添加量(Ca：0, 10, 20 μg、Mg：0, 5, 10 μg)を目盛

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

り、指示値を縦軸に目盛り、3点を直線で結び、その延長線が横軸と交わった点を原点からのμg単位で目的成分の含有量を読み取る(2)。

5.1.1.5 計算と表示

カルシウム及びマグネシウムは、次式(3)によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

カルシウム又はマグネシウム(mg/kg)＝含有量(μg)×20×f／検塩量(g)

f: それぞれの成分の標準溶液のファクター

5.1.1.6 備考

(1) カルシウム及びマグネシウム含有量が適用範囲を超える時は、検液採取量を増減する。

(2) プロットした3点の直線性が悪い場合は、標準添加検液の調製を初めからやり直す。

(3) 5.1.1.5 の計算式は次式を整理したものである。

$$\text{カルシウム又はマグネシウム(mg/kg)} = \frac{\text{含有量(μg)}}{\text{検塩量(g)} \times \dfrac{\text{25(検液採取量 mL)}}{\text{500(検塩溶解時の溶液量 mL)}}} \times f$$

5.1.2 カルシウム及びマグネシウム(ICP発光分光分析法)

5.1.2.1 要旨

検塩を水に溶かした後、高周波により形成されたアルゴンの誘導結合プラズマ(ICP)中に噴霧し、カルシウム及びマグネシウムの特定波長の発光を測定してカルシウム及びマグネシウムを定量する。適用範囲は、カルシウム1～100 mg/kg、マグネシウム0.1～100 mg/kgとする。

5.1.2.2 装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置　　4.5.2.2(1)の装置を用いる。

5.1.2.3 試薬

(1) カルシウム標準溶液(5 μg/mL)

5.1.1.3(1)の標準溶液(0.04 mg/mL)25 mLをメスフラスコ(200 mL)にはかりとり、塩酸(1+1)2 mLを加えた後、水を標線まで加える。

(2) マグネシウム標準溶液(0.5 μg/mL)

5.1.1.3(2)の標準溶液(0.02 mg/mL)5 mLをメスフラスコ(200 mL)にはかりとり、塩酸(1+1)2 mLを加えた後、水を標線まで加える。

(3) 塩化ナトリウム　　標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)を用いる。

5.1.2.4 操作(1)

(1) 検塩5 gをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、塩酸(1+1)1 mL加えた後、標線まで水を加える(2)。

(2) 装置を調整し、検液をプラズマトーチ中に噴霧させ(3)、カルシウムの波長393.367 nmとマグネシウムの波長279.553 nmの発光強度を測定し(4),(5)、別に作成した検量線から目的成分の含有量(μg)を求める。

5.1.2.5 検量線の作成(1),(6)

(1) カルシウム標準溶液(5 μg/mL)及びマグネシウム標準溶液(0.5 μg/mL)をメスフラスコ(100 mL)に段階的(1.0～10 mL)に正しくはかりとり、塩酸(1+1)1 mL加え、更に塩化ナトリウム5 gを加える。

(2) 塩化ナトリウムを溶かした後、水を標線まで加え、操作の(2)を行い、カルシウム量(μg)又はマグネシ

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

ウム量(μg)の発光強度を測定する。

(3) 各濃度水準の発光強度から(1)で標準溶液を添加しないで調製した溶液の発光強度を差し引き、濃度と発光強度の関係線を作成し、検量線とする。

5.1.2.6 計算と表示

カルシウム及びマグネシウムは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

カルシウム又はマグネシウム(mg/kg)＝含有量(μg)×f／検塩量(g)

f: それぞれの成分の標準溶液のファクター

5.1.2.7 備考

(1) カルシウムが10 mg/kg及びマグネシウムが1 mg/kg以上の場合は、4.1に従い検液を調製し、その検液を直接測定する。この場合、検量線溶液に加える塩化ナトリウム量を2 gとし、カルシウム標準液(0.04 mg/mL)を0.5～5 mL、マグネシウム標準液(0.02 mg/mL)を1～10 mLの範囲で段階的にはかりとり検量線を作成する。

(2) 検液中に不溶解分がある場合は、乾いたろ紙(5種C)でろ過する。この時、最初のろ液5 mLは捨て、これ以降のろ液を検液とする。

(3) 検液噴霧中にネブライザーが詰まる時は、検液のろ過操作を行う。

(4) 高次のスペクトル線が使用可能な装置では、高次のスペクトル線を用いてもよい。但し、使用波長は他元素の近接線の影響がないことを確かめておく。

(5) 発光強度を測定する時は、バックグランド補正を必ず行い発光強度を求める。

(6) 検量線作成における標準溶液の濃度範囲は、使用装置における測定元素の感度及び測定試料中の成分含有量に合わせて調整する。

5.2 硫酸イオン(イオンクロマトグラフ法)

5.2.1 要旨

検塩を水に溶かし、イオンクロマトグラフ法により硫酸イオンを定量する。本法の適用範囲は、硫酸イオン20～200 mg/kgとする。

5.2.2 装置

(1) イオンクロマトグラフ　　4.6.2.2(1)の装置を用いる。

5.2.3 試薬

(1) 水　　4.6.2.3(1)を用いる。

(2) 溶離液　　4.6.2.3(2)を用いる。

(3) 再生液　　4.6.2.3(3)を用いる。

(4) 硫酸イオン標準溶液(10 μg/mL)

4.6.1.3(4)の標準原液(1 mg/mL)5 mLをメスフラスコ(500 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

(5) 硫酸イオン標準溶液(1 μg/mL)

(4)の標準溶液(10 μg/mL)10 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

5.2.4 操作

(1) 4.1に従い調製した検液5 mLをメスフラスコ(200 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加えて検液とする。(試料濃度0.05 %)[1]

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(2) 定められた操作方法に従って機器を調節した後、検液を注入してクロマトグラムを求め(1)、硫酸イオンに相当するピークの高さ又は面積を読み取る。
(3) 別に作成した検量線から硫酸イオン量(μg)を求める。

5.2.5 検量線の作成

硫酸イオン標準溶液(1 μg/mL)を1～10 mLの範囲でメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり(1)、標線まで水を加えて操作(2)を行い、硫酸イオン量(μg)とピーク高さ又はピーク面積との関係線を作成し、検量線とする。

5.2.6 計算と表示

硫酸イオンは、次式(2)によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

硫酸イオン(mg/kg)＝硫酸イオン量(μg)×200×f_{SO_4}／検塩量(g)

5.2.7 備考

(1) 4.6.2.7(1)～(8)を参照する。
(2) 5.2.6の計算式は次式を整理したものである。

$$\text{硫酸イオン(mg/kg)}=\frac{\text{硫酸イオン量(μg)}\times\dfrac{1}{1{,}000\times100}\times f_{SO_4}}{\dfrac{\text{検塩量(g)}}{1{,}000\times500}\times\dfrac{5}{200}}$$

5.3 カリウム

5.3.1 カリウム(原子吸光法)

5.3.1.1 要旨

検液をアセチレン-空気フレーム中に噴霧し、カリウムによる原子吸光を波長766.5又は769.8 nmで測定してカリウムを定量する。本法の適用範囲は、カリウム10～250 mg/kgとする。

5.3.1.2 装置及び器具(1)

(1) 原子吸光分析装置　　5.1.1.2(1)の装置を用いる。
(2) カリウム中空陰極ランプ

5.3.1.3 試薬

(1) カリウム標準溶液(10 μg/mL)
4.7.3(1)の標準原液(1 mg/mL)5 mLをメスフラスコ(500 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。
(2) 塩化セシウム溶液(20 mgCs/mL)
塩化セシウム(CsCl)6.4 gをはかりとり、水に溶かして250 mLとする。

5.3.1.4 操作

(1) 4.1に従い調製した検液10 mL(2)をメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、塩化セシウム溶液5 mLを加え、標線まで水を加えてカリウムの検液とする。
(2) 原子吸光分析装置を調整し、波長766.5又は769.8 nmに設定する。検液をアセチレン-空気フレーム中に噴霧させ、光度計の指示値を読み、別に作成した検量線からカリウム量(μg)を求める。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

5.3.1.5 検量線の作成

(1) 表6に示すように、メスフラスコ(100 mL)にそれぞれの溶液をはかりとり、標線まで水を加える。

表6 検量線用標準溶液

No.	カリウム標準溶液(10 μg/mL)添加量(mL)	塩化セシウム溶液添加量(mL)	カリウム量(μg)
1	0	5.0	0
2	1.0	5.0	10
3	2.0	5.0	20
4	3.0	5.0	30
5	4.0	5.0	40
6	5.0	5.0	50

(2) No.1～No.6を順次噴霧してカリウム量(μg)と指示値の関係線を作成し、検量線とする。なお検量線の作成は試料溶液測定時に行う。

5.3.1.6 計算と表示

カリウムは、次式(3)によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{カリウム(mg/kg)} = \text{カリウム量(μg)} \times 50 \times f_K / \text{検塩量 (g)}$$

5.3.1.7 備考

(1) 測定に用いるガラス製器具からのコンタミネーションを避けるため、あらかじめ希薄な酸で洗浄した器具を用いるとよい。

(2) カリウム含有量が適用範囲を超える場合は、検液採取量を減らす。

(3) 5.3.1.6の計算式は次式を整理したものである。

$$\text{カリウム(mg/kg)} = \frac{\dfrac{\text{カリウム量(μg)}}{1{,}000} \times f_K}{\dfrac{\text{検塩量(g)}}{1{,}000} \times \dfrac{10}{500}}$$

5.3.2 カリウム(フレーム光度法)

5.3.2.1 要旨

検液をアセチレン-空気フレーム中に噴霧し、この時生じる波長766.5又は769.8 nmの輝線の強度を測定してカリウムを定量する。本法の適用範囲は、カリウム10～100 mg/kgとする。

5.3.2.2 装置

(1) 原子吸光分析装置　　5.1.1.2(1)の装置を用いる。

5.3.2.3 試薬

(1) カリウム標準溶液(10 μg/mL)　　5.3.1.3(2)を用いる。

(2) 塩化ナトリウム　　標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)を用いる。

5.3.2.4 操作(1)

(1) 試料1 gを正しくはかりとり、水に溶かしてメスフラスコ(100 mL)に移し入れ、標線まで水を加えてカリウムの検液とする。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(2) 装置をフレーム光度法用に調整し、波長は766.5又は769.8 nmに設定する。検液をアセチレン-空気フレーム中に噴霧させ、光度計の指示値を読み、別に作成した検量線からカリウム量(μg)を求める。

5.3.2.5 検量線の作成

(1) 表7に示すように、それぞれのメスフラスコ(100 mL)に塩化ナトリウム1.0 gをはかりとり、水を加えて溶かした後、カリウム標準溶液(10 μg/mL)を正しくはかりとり、標線まで水を加える。

(2) 操作(2)に従い、No.1～No.7を順次噴霧して指示値を求め、No.1の指示値をそれぞれの指示値から差し引き、カリウム量(μg)と指示値の関係線を作成し、検量線とする。なお検量線の作成は試料溶液測定時に行う。

表7 検量線用標準溶液

No.	カリウム標準溶液(10 μg/mL)添加量(mL)	塩化ナトリウム添加量(g)	カリウム量(μg)
1	0	1.0	0
2	1.0	1.0	10
3	2.0	1.0	20
4	4.0	1.0	40
5	6.0	1.0	60
6	8.0	1.0	80
7	10.0	1.0	100

5.3.2.6 計算と表示

カリウムは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{カリウム(mg/kg)} = \text{カリウム量(μg)} \times f_K \,/\, \text{検塩量(g)}$$

5.3.2.7 備考

(1) 測定に用いるガラス製器具からのコンタミネーションを避けるため、あらかじめ希薄な酸で洗浄した器具を用いるとよい。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

6. 特殊微量成分

6.1 重金属(硫化ナトリウム比濁法)

6.1.1 要旨

検塩を硝酸に溶かし、中和した後微酸性とし、硫化ナトリウムを加えて生ずる呈色を含有量既知の鉛イオン溶液と比較し、重金属含有量の限度判定を行う。

6.1.2 器具

(1) 共栓すり合わせ試験管

内径1.5 cm、全長約20 cmで、各管の同一容量時の液高の差が2 %以内、かつ5 mLごとに目盛を付けたものを用いる。

6.1.3 試薬

(1) 硝酸(1+13)

(2) パラニトロフェノール溶液(0.25 %)

パラニトロフェノール(p-$C_6H_4OH \cdot NO_2$)0.25 gを水に溶かして100 mLとする。

(3) 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(2 %)

塩化ヒドロキシルアンモニウム[$(NH_3OH)Cl$](塩酸ヒドロキシルアミン)2 gを水に溶かして100 mLとする。この溶液は使用のつど調製する。

(4) 酢酸(1+20)

(5) 硫化ナトリウム溶液

硫化ナトリウム九水和物($Na_2S \cdot 9H_2O$)5 gを水10 mLとグリセリン30 mLの混合溶液に溶かし褐色瓶に入れる。この溶液は使用のつど調製する。

(6) 鉛標準原液(0.1 mg/mL)[1]

硝酸鉛[$Pb(NO_3)_2$]0.160 gを正しくはかりとり、硝酸(1+2)25 mLに溶かす。これをメスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。

(7) 鉛標準溶液(0.01 mg/mL)

(6)の標準原液10 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。この溶液は使用のつど調製する。

(8) 水酸化ナトリウム溶液(8 %)

水酸化ナトリウム(NaOH)80 gを水に溶かして1 Lとする。この溶液のファクターf_{NaOH}は次のようにして定める。

検液を調製する時用いた硝酸(1+13)10 mLを滴定用フラスコ(200 mL)に正しくはかりとり、パラニトロフェノール溶液(0.25 %)1滴を加え、液がかすかに黄色となるまで水酸化ナトリウム溶液(8 %)で滴定し(滴定量a mL)、次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{NaOH} = 5 / a \text{ (水酸化ナトリウム溶液滴定量 mL)}$$

次式によって操作で使用する水酸化ナトリウム溶液(8 %)使用量b(mL)を求める。

$$b\text{(mL)} = 3.8 / f_{NaOH}$$

6.1.4 操作[2]

(1) 検塩10 gをビーカー(100 mL)に正しくはかりとり、硝酸(1+13)40 mLに溶かし、静かに約5分間煮沸した後冷却し、これをメスフラスコ(50 mL)に移し入れ、標線まで水を加えて検液とする[3]。

(2) 検液10 mLをビーカー(100 mL)に正しくはかりとり、パラニトロフェノール溶液(0.25 %)1滴及び水酸化ナトリウム溶液(8 %)の一定量b mLを加えた後、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(2 %)0.5 mLを

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

加えてかき混ぜ、20分間静置する。

(3) 次に(4)液がかすかに黄色になるまで水酸化ナトリウム溶液(8 %)をかき混ぜながら注意して滴加し、正しく中和した後共栓すり合わせ試験管に移し入れる。

(4) 共栓すり合わせ試験管には酢酸(1+20)2.0 mLを加え、水で全量を20 mLとし、これに硫化ナトリウム溶液1滴を加えて振り混ぜ、10分間放置する。

(5) 生じた色を本操作と同時に行った比較標準溶液の色と比較する。

6.1.5 比較標準溶液

鉛標準溶液(0.01 mg/mL)のL／10 mL(Lは重金属限度量 mg/kg)と検液5 mLをビーカー(100 mL)に正しくはかりとり、硝酸(1+13)4 mL を加えた後、操作(2)～(4)を行い発色させる。

6.1.6 表示

比較標準溶液の発色が、検液の発色より暗色であるか又は等しい時は限度内とする。

6.1.7 備考

(1) 6.13.1.3(1)の標準原液を用いてもよい。

(2) 分析操作はすべて直射日光を避けて行う。

(3) 検液中に懸濁物が認められる時は、ろ過して使用する。

(4) すでに溶液が黄色になっている場合は、硝酸(1+13)を溶液が透明になるまで滴加し、(3)の操作を行う。

6.2 ストロンチウム

6.2.1 ストロンチウム(原子吸光法)

6.2.1.1 要旨

検塩を水に溶かし、アセチレン-空気フレーム中に噴霧させ、波長460.7 nmの原子吸光を測定してストロンチウムを定量する。本法の適用範囲は、ストロンチウム0.5～50 mg/kgとする。

6.2.1.2 装置

(1) 原子吸光分析装置　　5.1.1.2(1)の装置を用いる。

(2) ストロンチウム中空陰極ランプ

6.2.1.3 試薬

(1) ストロンチウム標準原液(1 mg/mL)

硝酸ストロンチウム[$Sr(NO_3)_2$]約2.4 gを正しくはかりとり、メスフラスコ(1 L)に移し入れ標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{Sr}は、次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{Sr}$＝硝酸ストロンチウム採取量(g)／2.415

(2) ストロンチウム標準溶液(20 μg/mL)

(1)の標準原液5 mLをメスフラスコ(250 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

(3) 塩化ナトリウム溶液(20 %)

標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)50 gを水に溶かして250 mLとする。

(4) 塩化ランタン溶液

塩化ランタン七水和物($LaCl_3 \cdot 7H_2O$)25 gを水に溶かして100 mLとする。この溶液1 mLはLa約0.1 gを含む。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

6.2.1.4 操作

(1) 検塩10 gを正しくはかりとり、水に溶かして[1]メスフラスコ(100 mL)に移し入れ、塩化ランタン溶液10 mLを加えた後標線まで水を加え、ストロンチウムの検液とする。

(2) 原子吸光分析装置を調整し、波長を460.7 nmに設定する。検液をアセチレン-空気フレーム中に噴霧させ光度計の指示値を読み、別に作成した検量線からストロンチウム量(μg)を求める。

6.2.1.5 検量線の作成

ストロンチウム標準溶液(20 μg/mL)の0.25～25 mLをメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり、塩化ナトリウム溶液(20 %)50 mLを加え、更に塩化ランタン溶液10 mLを加えた後、標線まで水を加え、操作の(2)を行い、ストロンチウム量(μg)と指示値の関係線を作成し、検量線とする。

6.2.1.6 計算と表示

ストロンチウムは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{ストロンチウム(mg/kg)} = \text{ストロンチウム量(μg)} \times f_{Sr} / \text{検塩量(g)}$$

6.2.1.7 備考

(1) 検塩中に不溶解分がある時は、ろ紙でろ過し、洗浄後水で正しく100 mLとする。

6.2.2 ストロンチウム(ICP発光分光分析法)

6.2.2.1 要旨

検塩を硝酸で処理した後、高周波により形成されたアルゴンの誘導結合プラズマ(ICP)中に噴霧し、ストロンチウムによる波長407.771 nmの発光を測定してストロンチウムを定量する。

6.2.2.2 装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置[1]

高塩濃度用プラズマトーチ及び高塩濃度用ネブライザーを取り付けて使用する。装置については、2本のスペクトル線の同時測定が可能な装置とし、その装置に定められた操作方法に従って機器を調節する。

6.2.2.3 試薬

(1) イットリウム溶液(10 μg/mL)

酸化イットリウム(Y_2O_3)の0.318 gをはかりとり、高純度硝酸(JIS K 9901)5 mLを加えて加熱溶解し、冷却後メスフラスコ(250 mL)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液5 mLをメスフラスコ(500 mL)にはかりとり、標線まで水を加える。

(2) ストロンチウム標準溶液(20 μg/mL)　6.2.1.3(2)を用いる。

(3) 塩化ナトリウム　標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)を用いる。

(4) アルゴンガス

(5) 硝酸(1+1)

6.2.2.4 操作[3],[4]

(1) 検塩約10 gを正しくはかりとり、水40 mLと硝酸(1+1)10 mLを加えて溶かし、加熱して10分間煮沸する。

(2) 冷却後、メスフラスコ(100 mL)に移し入れ、イットリウム溶液(10 μg/mL)10 mLを加えた後、標線まで水を加えて検液とする[2]。

(3) 装置を調整し、検液をプラズマトーチ中に噴霧させ[3]、ストロンチウムの波長407.771 nmと同時に波長371.029 nmのイットリウムの発光強度を測定する[4],[5]。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(4) ストロンチウムの発光強度をイットリウムの発光強度で除し、発光強度比を求め、別に作成した検量線からストロンチウム量(μg)を求める。

6.2.2.5 検量線の作成[6]

(1) ストロンチウム標準溶液(20 μg/mL)をメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり[7]、硝酸(1+1)10 mLとイットリウム溶液(10 μg/mL)10 mLを加え、更に塩化ナトリウム10 gを加える。

(2) 塩化ナトリウムを溶かした後、水を標線まで加え、操作の(3)～(4)を行い、ストロンチウム量(μg)と発光強度比との関係線を作成し、検量線とする。

6.2.2.6 計算と表示

ストロンチウムは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

ストロンチウム(mg/kg)＝ストロンチウム量(μg)×f_{Sr}／検塩量(g)

6.2.2.7 備考

(1) 2本以上の波長の同時測定ができない装置では、ストロンチウムとイットリウムの発光強度を順次測定し、発光強度比を求める。

(2) 検液中に不溶解分がある場合は、乾いたろ紙(5種C)でろ過する。この時、最初のろ液5 mLは捨て、これ以降のろ液を検液とする。

(3) 検液噴霧中にネブライザーが詰まる時は、検塩量を減らすか、又はろ過操作を行う。

(4) 発光強度を測定する時は、バックグランド補正を必ず行い発光強度を求める。

(5) 高次のスペクトル線が使用可能な装置では、高次のスペクトル線を用いてもよい。但し、使用波長は他元素の近接線の影響がないことを確かめておく。

(6) 他の元素を同時に試験する場合には、混合標準液を用い、それぞれの金属元素の測定条件で検量線を作成するとよい。

(7) 検量線作成における標準溶液の濃度及び採取量は、使用装置におけるストロンチウムの感度に合わせて調整する。

6.3 バナジウム

6.3.1 バナジウム(N-ベンゾイル-N-フェニルヒドロキシルアミン吸光光度法)

6.3.1.1 要旨

検塩を水に溶かし、バナジウムを水酸化鉄(Ⅲ)と共沈濃縮を行った後、バナジウム(Ⅴ)に酸化し、N-ベンゾイル-N-フェニルヒドロキシルアミンを加えて生成する赤紫色のバナジウム錯体を抽出し、その吸光度を測定してバナジウムを定量する。本法の適用範囲は、バナジウム0.04～0.6 mg/kgとする。

6.3.1.2 装置

(1) 光電分光光度計又は光電光度計

(2) 分液ロート[1),2)]

6.3.1.3 試薬

(1) バナジウム標準原液(0.1 mg/mL)

バナジン酸アンモニウム(NH_4VO_3)の約0.23 gを正しくはかりとり、硫酸(1+1)10 mL、熱水200 mLを加えて溶かし、放冷後メスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_Vは次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

f_V＝バナジン酸アンモニウム採取量(g)／0.230

(2) バナジウム標準溶液(2 μg/mL)

(1)の標準原液2 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

(3) ベンゾイルフェニルヒドロキシルアミン(BPHA)溶液(0.1 %)

N-ベンゾイル-N-フェニルヒドロキシルアミン($C_6H_5CONC_6H_5OH$)0.3 gをクロロホルム300 mLに溶かし、褐色瓶に保存する。

(4) 硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)溶液

硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)・12水和物[$Fe(SO_4)_2NH_4 \cdot 12H_2O$](鉄みょうばん)21.5 gに水200 mL及び硫酸(1+1)2 mLを加え、加熱して溶かし、冷却後水を加えて250 mLとする。この溶液1 mLは鉄(Ⅲ)10 mgを含む。

(5) 過酸化水素水(30 %)

(6) 過マンガン酸カリウム溶液(0.3 %)

過マンガン酸カリウム($KMnO_4$)0.3 gを水に溶かして100 mLとする。

(7) リン酸

(8) アンモニア水(1+1)

(9) 硝酸アンモニウム溶液(1 %)

硝酸アンモニウム(NH_4NO_3)1 gを水に溶かして100 mLとする。

(10) 塩酸

(11) 塩酸(1+4)

(12) 硫酸(1+4)

6.3.1.4 操作

(1) 検塩50 gを正しくはかりとりビーカー(500 mL)に移し入れ、水300 mL及び塩酸10 mLを加え加熱して溶かし、過酸化水素水(30 %)2～3滴を加え、分解による気泡の発生がほぼ終わるまで煮沸する。

(2) 溶液を60 ℃位に冷却し、硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)溶液5 mLを加えた後、アンモニア水(1+1)を加えて中和し、更に2～3滴過剰に加える。一旦煮沸し、アンモニア臭がほとんどなくなったら、約80 ℃で20分間放置して沈殿を熟成させる。

(3) 沈殿は熱いうちにろ紙(5種A)でろ過し、温硝酸アンモニウム溶液(1 %)で数回洗う。ろ紙上に60 ℃以上の熱塩酸(1+4)を加えて沈殿を溶かし、ビーカー(100 mL)に受け、更にろ紙を温水で数回洗い同じビーカーに受ける。

(4) これに硫酸(1+4)2 mLを加えてから加熱し、溶液が約5 mLになるまで濃縮する。

(5) 冷却後分液ロート(100 mL)に移し入れ、水10 mL、リン酸5 mL及び過マンガン酸カリウム溶液(0.3 %)2～3滴を加えて振り混ぜ、微紅色を保つように1分間静置してバナジウム(Ⅴ)に酸化し、水を加えて全容を30 mLとする。

(6) BPHA溶液10 mLを正しく加え、次に塩酸20 mL[3]を加え過剰の過マンガン酸を還元し、直ちに30秒間振り混ぜてバナジウム(Ⅴ)-BPHA錯体を抽出する[4]。

(7) 静置して2層に分離後、クロロホルム層を乾燥ろ紙でろ過し、バナジウムの検液とする。

(8) この溶液の一部を吸収セルに移し、水を対照として波長530 nmの吸光度を測定し、別に作成した検量線からバナジウムの定量値(μg)を求める。

(9) 検塩を加えずに同一操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いてバナジウム量(μg)を求める。

6.3.1.5 検量線の作成

バナジウム標準溶液(2 μg/mL)の1～15 mLを分液ロート(100 mL)に段階的に正しくはかりとり、硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)溶液1 mL及び硫酸(1+4)2 mLを加え、操作の(5)～(8)を行い、バナジウム量(μg)と吸光度との

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

関係線を作成し、検量線とする。

6.3.1.6 計算と表示

バナジウムは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{バナジウム(mg/kg)} = \text{バナジウム量(μg)} \times f_V \,/\, \text{検塩量(g)}$$

6.3.1.7 備考

(1) BPHA溶液を加える前の水層は30 mLとしてあるので、あらかじめ分液ロートに目印を付けておく。

(2) 使用後の分液ロートは例えばアセトン洗い、水洗いなどを行って適当な酸希釈溶液(1+10程度)に浸し、実験したバナジウム、鉄その他による汚染が残らないように十分に気をつける。

(3) バナジウムを抽出する際の塩酸濃度が抽出錯体の吸光度に影響するため、加える塩酸の容積は一定にする。

(4) バナジウム(V)は塩酸酸性では徐々に還元が進むので、塩酸を加えた後、すばやく抽出操作を行う。

6.3.2 バナジウム(ICP発光分光分析法)

6.3.2.1 要旨

検塩を硝酸で処理した後、高周波により形成されたアルゴンの誘導結合プラズマ(ICP)中に噴霧し、バナジウムによる波長309.311 nmの発光を測定してバナジウムを定量する。

6.3.2.2 装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置　　6.2.2.2(1)の装置を用いる。

6.3.2.3 試薬

(1) イットリウム溶液(10 μg/mL)　　6.2.2.3(1)を用いる。

(2) バナジウム標準溶液(10 μg/mL)
6.3.1.3(1)の標準原液(0.1 mg/mL)10 mLをメスフラスコ100 mLに正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLを加え、標線まで水を加える。

(3) 塩化ナトリウム　　標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)を用いる。

(4) アルゴンガス

(5) 硝酸(1+1)

6.3.2.4 操作(1)

(1) 6.2.2.4(1)～(2)の操作を行い、測定用検液を調製する。

(2) 装置を調整し、検液をプラズマトーチ中に噴霧させ、バナジウムの波長309.311 nmと同時に波長371.029 nmのイットリウムの発光強度を測定する。

(3) バナジウムの発光強度をイットリウムの発光強度で除し、発光強度比を求め、別に作成した検量線からバナジウム量(μg)を求める。

6.3.2.5 検量線の作成(1)

(1) バナジウム標準溶液(10 μg/mL)をメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLとイットリウム溶液(10 μg/mL)10 mLを加え、更に塩化ナトリウム10 gを加える。

(2) 塩化ナトリウムを溶かした後、水を標線まで加え、操作の(2)～(3)を行い、バナジウム量(μg)と発光強度比との関係線を作成し、検量線とする。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

6.3.2.6 計算と表示

バナジウムは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

バナジウム(mg/kg)＝バナジウム量(μg)×f_V／検塩量(g)

6.3.2.7 備考

(1) 測定における一般的な注意は6.2.2.7を参照する。但し、ストロンチウムをバナジウムに読みかえる。

6.4 クロム

6.4.1 クロム(ジフェニルカルバジド吸光光度法)

6.4.1.1 要旨

検塩を水に溶かし、硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)でクロム(Ⅲ)とし、水酸化鉄(Ⅲ)と共沈濃縮を行った後、クロム(Ⅵ)に酸化しジフェニルカルバジドを加え、生成する赤紫色化合物の吸光度を測定してクロム(全クロム)を定量する。本法の適用範囲は、クロム0.04～0.5 mg/kgとする。

6.4.1.2 装置及び器具

(1) 光電分光光度計又は光電光度計

6.4.1.3 試薬

(1) クロム標準原液(0.1 mg/mL)

二クロム酸カリウム($K_2Cr_2O_7$)を100～110 ℃で3～4時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、約0.28 gを正しくはかりとり、水に溶かしてメスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{Cr}は次式によって小数第3位まで算出し、第2位に丸める。

f_{Cr}＝二クロム酸カリウム採取量(g)／0.283

(2) クロム標準溶液(1 μg/mL)

(1)の標準原液1 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

(3) ジフェニルカルバジド溶液(0.4 %)

1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド(ジフェニルカルバジド)[$(C_6H_5NHNH)_2CO$]0.4 gをアセトン50 mLに溶かし、水を加えて100 mLとする。この溶液は冷暗所に保存し、保存期限は約1週間である。

(4) 硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)溶液

硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物[$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2\cdot 6H_2O$]3.5 gをはかりとり、硫酸(1+1)1 mLを加えた後、水を加えて溶かして100 mLとする。

(5) 硝酸アンモニウム溶液(1 %)

6.3.1.3(9)を用いる。

(6) 尿素溶液(20 %)

尿素(NH_2CONH_2)20 gを水に溶かして100 mLとする。

(7) 亜硝酸ナトリウム溶液(2 %)

亜硝酸ナトリウム($NaNO_2$)2 gを水に溶かして100 mLとする。この溶液は使用のつど調製する。

(8) 塩酸

(9) アンモニア水(1+1)

(10) 硝酸

(11) 過マンガン酸カリウム溶液(0.3 %)　　6.3.1.3(6)を用いる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

6.4.1.4 操作

(1) 検塩50 gを正しくはかりとりビーカー(500 mL)に入れ、水300 mL、塩酸10 mLを加えて加熱溶解し、数分間煮沸した後室温まで冷却し、アンモニア水(1+1) 5 mLを加えて酸性度を弱める。

(2) 硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)溶液1 mLを加え2～3分放置後、硝酸2 mLを加え数分間煮沸してクロムを還元し、鉄(Ⅱ)を酸化する。

(3) 溶液を60 ℃位に冷却し、アンモニア水(1+1)を加えて中和し、更に2～3滴過剰に加える。一旦煮沸しアンモニア臭がほとんど無くなったら約80 ℃で20分間静置して沈殿を熟成させる。

(4) 沈殿は熱いうちにろ紙(5種A)でろ過し、温硝酸アンモニウム溶液(1 %)で数回洗う。ろ紙上に温硫酸(1+15)5 mL[2]を加えて沈殿を溶かし、ビーカー(100 mL)に受け、更にろ紙を温水で洗い同じビーカーに受ける。

(5) 溶液を加熱しながら過マンガン酸カリウム溶液(0.3 %)を滴加し、微紅色が保つように数分間煮沸する。

(6) 冷却後、尿素溶液(20 %)10 mLを加え、激しくかき混ぜながら溶液の微紅色が消えるまで亜硝酸ナトリウム溶液(2 %)を滴加する。

(7) 溶液はメスフラスコ(50 mL)に移し入れ、水を加えて約45 mLとし、液温を約15 ℃に保ち[1]ジフェニルカルバジド溶液(0.4 %)1 mLを加え、標線まで水を加えて10分間放置し[2]、クロムの検液とする。

(8) この溶液の一部を吸収セルに移し、水を対照として波長545 nmの吸光度を測定し、別に作成した検量線からクロムの定量値(μg)を求める。

(9) 検塩を加えずに同一操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いてクロム量(μg)を求める。

6.4.1.5 検量線の作成

クロム標準溶液(1 μg/mL)の2～25 mLをメスフラスコ(50 mL)に段階的に正しくはかりとり、硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)溶液2 mL、硫酸(1+15)5 mL及び水を加えて約45 mLとし、操作の(5)以下を行い、クロム量(μg)と吸光度との関係線を作成し、検量線とする。

6.4.1.6 計算と表示

クロムは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{クロム(mg/kg)} = \text{クロム量(μg)} \times f_{Cr} / \text{検塩量(g)}$$

6.4.1.7 備考

(1) 発色条件は硫酸濃度 0.1 mol/L程度が適当で、又発色は液温に若干影響されるので約 15 ℃に保って行う。

(2) 呈色は、5～15 分間は吸光度が変化しない。

6.4.2 クロム(ICP発光分光分析法)

6.4.2.1 要旨

検塩を硝酸で処理した後、高周波により形成されたアルゴンの誘導結合プラズマ(ICP)中に噴霧し、クロムによる波長206.149 nmの発光を測定して全クロムを定量する。

6.4.2.2 装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置　　6.2.2.2(1)の装置を用いる。

6.4.2.3 試薬

(1) イットリウム溶液(10 μg/mL)　　6.2.2.3(1)を用いる。

(2) クロム標準溶液(1 μg/mL)　　6.4.1.3(2)を用いる。

(3) 塩化ナトリウム　　標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)を用いる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(4) アルゴンガス
(5) 硝酸(1+1)

6.4.2.4 操作(1)

(1) 6.2.2.4(1)～(2)の操作を行い測定用検液を調製する。
(2) 装置を調整し、検液をプラズマトーチ中に噴霧させ、クロムの波長206.149 nmと同時に波長371.029 nmのイットリウムの発光強度を測定する。
(3) クロムの発光強度をイットリウムの発光強度で除し、発光強度比を求め、別に作成した検量線からクロム量(μg)を求める。

6.4.2.5 検量線の作成(1)

(1) クロム標準溶液(1 μg/mL)をメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLとイットリウム溶液(10 μg/mL)10 mLを加え、更に塩化ナトリウム10 gを加える。
(2) 塩化ナトリウムを溶かした後、水を標線まで加え、操作の(2)～(3)を行い、クロム量(μg)と発光強度比との関係線を作成し、検量線とする。

6.4.2.6 計算と表示

クロムは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{クロム(mg/kg)} = \text{クロム量(μg)} \times f_{Cr} / \text{検塩量(g)}$$

6.4.2.7 備考

(1) 測定における一般的な注意は6.2.2.7を参照する。但し、ストロンチウムをクロムに読みかえる。

6.5 マンガン

6.5.1 マンガン(原子吸光法)

6.5.1.1 要旨

検塩を水に溶かし、水酸化物共沈法によりマンガンを水酸化鉄(Ⅲ)とともに沈殿させる。この沈殿をろ別し酸に溶かした後、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で測定して、マンガンを定量する。本法の適用範囲は、マンガン 0.2～20 mg/kgとする。

6.5.1.2 装置及び器具

(1) 原子吸光分析装置　　5.1.1.2(1)の装置を用いる。
(2) マンガン中空陰極ランプ

6.5.1.3 試薬

(1) 硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)溶液　　6.3.1.3(4)を用いる。
(2) アンモニア水(2+3)
(3) 塩酸
(4) マンガン標準原液(0.1 mg/mL)
マンガン(Mn)(99.9 %以上)約0.10 gを正しくはかりとり、水10 mLと硝酸(1+2)25 mLを加え加熱して溶かし、更に煮沸した後(窒素酸化物を除く)冷却し、メスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{Mn}は次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

$$f_{Mn}=\frac{\text{マンガン採取量(g)}}{0.100}\times\frac{\text{マンガン純度(\%)}}{100}$$

(5) マンガン標準溶液(10 μg/mL)

(4)の標準原液10 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

(6) 過酸化水素水(30 %)

6.5.1.4 操作

(1) 検塩5～20 gを正しくはかりとり50～100 mLの水を加えて溶かし、塩酸5 mLを加えて約5分間煮沸する。

(2) 液温が約50 ℃になるまで冷却し、硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)溶液1 mLを正しく加え、かき混ぜながらアンモニア水(2+3)を加えて微アルカリ性とし、水酸化鉄(Ⅲ)の沈殿を生成させる。

(3) これに過酸化水素水(30 %)を4～5滴加えてよくかき混ぜ、再び加熱し、沸騰したら直ちに加熱をやめ、約5分間放置する。

(4) 沈殿はろ紙(5種A)でろ過し、熱水で数回洗う。ろ紙上に60 ℃以上の熱塩酸(1+4)20 mLを4～5回に分けて加え、沈殿を溶かし、もとのビーカーに受け、ろ紙は熱水で数回洗い、同じビーカーに受ける。

(5) これを洗液と共にメスフラスコ(50 mL)に移し入れ、標線まで水を加えマンガンの検液とする。

(6) 原子吸光分析装置を調整し、波長279.5 nmに設定する。検液をアセチレン-空気フレーム中に噴霧させ、光度計の指示値を読み、別に作成した検量線からマンガンの定量値(μg)を求める。

(7) 検塩の場合と同量の水をとり塩酸5 mLを加え、(2)～(6)の操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いてマンガン量(μg)を求める。

6.5.1.5 検量線の作成

マンガン標準溶液(10 μg/mL)の1～10 mLをメスフラスコ(50 mL)に段階的に正しくはかりとり、硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)溶液1 mLを正しく加え、塩酸(1+4)20 mLを加えて標線まで水を加え、操作の(6)を行い、マンガン量(μg)と指示値の関係線を作成し、検量線とする。

6.5.1.6 計算と表示

マンガンは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{マンガン(mg/kg)}=\text{マンガン量(μg)}\times f_{Mn}\div\text{検塩量(g)}$$

6.5.2 マンガン(ICP発光分光分析法)

6.5.2.1 要旨

検塩を硝酸で処理した後、高周波により形成されたアルゴンの誘導結合プラズマ(ICP)中に噴霧し、マンガンによる波長257.610 nmの発光を測定してマンガンを定量する。

6.5.2.2 装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置　　6.2.2.2(1)の装置を用いる。

6.5.2.3 試薬

(1) イットリウム溶液(10 μg/mL)　　6.2.2.3(1)を用いる。

(2) マンガン標準溶液(1 μg/mL)

6.5.1.3(5)の標準溶液(10 μg/mL)10 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

(3) 塩化ナトリウム　　標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)を用いる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(4) アルゴンガス
(5) 硝酸(1+1)

6.5.2.4 操作[1]

(1) 6.2.2.4(1)～(2)に従い操作する。
(2) 装置を調整し、検液をプラズマトーチ中に噴霧させ、マンガンの波長257.610 nmと同時に波長371.029 nmのイットリウムの発光強度を測定する。
(3) マンガンの発光強度をイットリウムの発光強度で除し、発光強度比を求め、別に作成した検量線からマンガン量(μg)を求める。

6.5.2.5 検量線の作成[1]

(1) マンガン標準溶液(1 μg/mL)をメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLとイットリウム溶液(10 μg/mL)10 mLを加え、更に塩化ナトリウム10 gを加える。
(2) 塩化ナトリウムを溶かした後、水を標線まで加え、操作の(2)～(3)を行い、マンガン量(μg)と発光強度比との関係線を作成し、検量線とする。

6.5.2.6 計算と表示

マンガンは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{マンガン(mg/kg)} = \text{マンガン量(μg)} \times f_{Mn} / \text{検塩量(g)}$$

6.5.2.7 備考

(1) 測定における一般的な注意は6.2.2.7を参照する。但し、ストロンチウムをマンガンと読みかえる。

6.6 鉄

6.6.1 鉄(フェナントロリン吸光光度法)

6.6.1.1 要旨

検塩を水に溶かし、塩酸で処理した後塩化ヒドロキシルアンモニウムと1,10-フェナントロリンを加え、次に緩衝溶液を加えてpHを4に調整し、生成する赤橙色の鉄(Ⅱ)錯体の吸光度を測定して鉄を定量する。本法の適用範囲は、鉄5～50 mg/kgとする。

6.6.1.2 装置

(1) 光電分光光度計又は光電光度計

6.6.1.3 試薬[1]

(1) アンモニア水(2＋3)
(2) 酢酸-酢酸アンモニウム緩衝溶液(pH4)
酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)100 gを水約100 mLに溶かし、酢酸340 mLを加える。
(3) 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(10 %)
塩化ヒドロキシルアンモニウム[$(NH_3OH)Cl$](塩酸ヒドロキシルアミン)5 gを水に溶かして50 mLとする。この溶液は使用のつど調製する。
(4) 1,10-フェナントロリン溶液(0.2 %)
1,10-フェナントロリン一水和物($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$) 0.5 gを水に溶かして250 mLとする。
(5) 鉄標準原液(0.1 mg/mL)[2]
鉄(Fe)(99.9 %以上)約0.10 gを正しくはかりとり、塩酸(1+1)30 mLを加え加熱して溶かし、冷却後メス

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

フラスコ(1 L)に移し入れ標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{Fe}は次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{Fe} = \frac{\text{鉄採取量(g)}}{0.100} \times \frac{\text{鉄純度(\%)}}{100}$$

(6) 塩酸(1+1)

6.6.1.4 操作

(1) 検塩10 g[(3)]をビーカー(200 mL)に正しくはかりとり、水50 mLと塩酸(1+1)10 mLを加えて溶かし、5分間煮沸してからろ過する。

(2) 冷却した後、メスフラスコ(100 mL)に移し入れ、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(10 %)0.5 mLと1,10-フェナントロリン溶液(0.2 %)5 mLを正しく加えて振り混ぜる。

(3) アンモニア水(2+3)10 mL[(4)]と酢酸-酢酸アンモニウム緩衝溶液(pH4)10 mLをそれぞれ正しく加え、標線まで水を加えてよく振り混ぜた後、約40分間放置し、鉄の検液とする。

(4) この溶液の一部を吸収セルに移し、水を対照として波長510 nm付近の吸光度を測定し、別に作成した検量線から鉄の定量値(mg)を求める。

(5) 水50 mLをとり、塩酸(1+1)10 mLを加えた後、(2)～(4)の操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いて鉄量(mg)を求める。

6.6.1.5 検量線の作成

鉄標準原液(0.1 mg/mL)の0.5～5 mLをメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり、水を加えて60 mLとし、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(10 %)0.5 mL及び1,10-フェナントロリン溶液(0.2 %)5 mLをそれぞれ正しく加え、操作の(3)以下を行い、鉄量(mg)と吸光度との関係線を作成し、検量線とする。

6.6.1.6 計算と表示

鉄は、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

鉄(mg/kg)＝鉄量(mg)×1,000×f_{Fe}／検塩量(g)

6.6.1.7 備考

(1) イオン交換樹脂法によって精製した水を使用する時は、あらかじめ孔径0.45 μm以下のメンブランフィルター等でろ過した水を使用する。

(2) 鉄標準原液(0.1 mg/mL)は次のようにして調製してもよい。
硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物[$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$]1.755 gを正しくはかりとり、水150 mL及び硫酸(1+1)10 mLを加え加熱して溶かし、これに過酸化水素水10 mLを静かに加えて酸化した後、煮沸して過剰の過酸化水素を分解してから冷却し、メスフラスコ(250 mL)に移し入れ、標線まで水を加える。これを原液として水で正しく10倍に希釈し、鉄標準原液(0.1 mg/mL)とする。

(3) 鉄含有量が適用範囲を超える時は検塩量を増減する。

(4) アンモニア水(2+3)10 mLを加えた時、ほぼ中性であることが必要である。pHの確認には、pH試験紙を用いるとよい。

6.6.2 鉄(ICP発光分光分析法)

6.6.2.1 要旨

検塩を硝酸で処理した後、高周波により形成されたアルゴンの誘導結合プラズマ(ICP)中に噴霧し、鉄による波長238.204 nmの発光を測定して鉄を定量する。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

6.6.2.2　**装置**

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置　　6.2.2.2(1)の装置を用いる。

6.6.2.3　**試薬**

(1) イットリウム溶液(10 μg/mL)　　6.2.2.3(1)を用いる。

(2) 鉄標準溶液(10 μg/mL)

6.6.1.3(5)の標準原液(0.1 mg/mL)10 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

(3) 塩化ナトリウム　　標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)を用いる。

(4) アルゴンガス

(5) 硝酸(1+1)

6.6.2.4　**操作**(1)

(1) 6.2.2.4(1)～(2)の操作を行い、測定用検液を調製する。

(2) 装置を調整し、検液をプラズマトーチ中に噴霧させ、鉄の波長238.204 nmと同時に波長371.029 nmのイットリウムの発光強度を測定する。

(3) 鉄の発光強度をイットリウムの発光強度で除し、発光強度比を求め、別に作成した検量線から鉄量(μg)を求める。

6.6.2.5　**検量線の作成**(1)

(1) 鉄標準溶液(10 μg/mL)をメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLとイットリウム溶液(10 μg/mL)10 mLを加え、更に塩化ナトリウム10 gを加える。

(2) 塩化ナトリウムを溶かした後、水を標線まで加え、操作の(2)～(3)を行い、鉄量(μg)と発光強度比との関係線を作成し、検量線とする。

6.6.2.6　**計算と表示**

鉄は、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$鉄(mg/kg) = 鉄量(\mu g) \times f_{Fe} / 検塩量(g)$$

6.6.2.7　**備考**

(1) 測定における一般的な注意は6.2.2.7を参照する。但し、ストロンチウムを鉄と読みかえる。

6.7　ニッケル

6.7.1　ニッケル(原子吸光法)

6.7.1.1　**要旨**

検塩を水に溶かし、希硝酸で処理した後アンモニア水でpHを約4に調整し、これにAPDC溶液を加え、ニッケル-APDC錯体としてDIBKに抽出する。これを直接アセチレン-空気フレーム中に噴霧し、ニッケルによる原子吸光を波長232.0 nmで測定してニッケルを定量する(1)。本法の適用範囲は、ニッケル0.1～1 mg/kgとする。

6.7.1.2　**装置及び器具**

(1) 原子吸光分析装置　　5.1.1.2(1)の装置を用いる。

(2) ニッケル中空陰極ランプ

(3) 分液ロート(200 mL)

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

6.7.1.3　試薬

(1) ニッケル標準原液(0.1 mg/mL)

ニッケル(Ni)(99.9 %以上)約0.1 gを正しくはかりとり、硝酸(1+1)25 mLを加え加熱して溶かし、煮沸して窒素酸化物を除いてから冷却し、メスフラスコ(1 L)に移し入れ標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{Ni}は次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{Ni}=\frac{\text{ニッケル採取量(g)}}{0.100}\times\frac{\text{ニッケル純度(\%)}}{100}$$

(2) ニッケル標準溶液(2 μg/mL)

(1)の標準原液10 mLをメスフラスコ(500 mL)に正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLを加え、標線まで水を加える。

(3) 1-ピロリジンカルボジチオ酸アンモニウム溶液(2 %)(APDC溶液)

1-ピロリジンカルボジチオ酸アンモニウム(ピロリジン-N-ジチオカルバミド酸アンモニウム)(APDC) 2 gを水で溶かし100 mLとし、分液ロート(200 mL)に移し入れる。これにDIBK 30 mLを加えて約5分間振り混ぜ、静置して2層に分離後、水層を分離して用いる。

(4) クエン酸水素二アンモニウム溶液(0.5 mol/L)

クエン酸水素二アンモニウム[$(NH_4)_2HC_6H_5O_7$]56 gを水で溶かして500 mLとする。これを分液ロート(1 L)に移し入れ、APDC溶液10 mL及びDIBK 30 mLを加えて1分間振り混ぜ、静置して2層に分離後、DIBK層を捨てる。もう一度同じ操作を行い、分離した水層を用いる。

(5) アンモニア水(1+1)

(6) 硝酸(1+1)

(7) 2,6-ジメチル-4-ヘプタノン[ジイソブチルケトン(DIBK)][$((CH_3)_2CHCH_2)_2CO$]

(8) メチルオレンジ溶液(0.2 %)

メチルオレンジ0. 2 gを水100 mLに溶かし、褐色瓶に保存する。

6.7.1.4　操作

(1) 検塩20 gをビーカー(200 mL)に正しくはかりとり、水70 mL及び硝酸(1+1)10 mLを加えて溶かし、加熱して約5分間煮沸する。

(2) 冷却後、分液ロート(200 mL)に移し入れ、これにクエン酸水素二アンモニウム溶液(0.5 mol/L)5 mLを加え、次いでメチルオレンジ溶液(0.2 %)2～3滴を加え、更に溶液の色が黄色になるまでアンモニア水(1+1)を加える。

(3) APDC溶液(2 %)5 mL及びDIBK 10 mLを加えて、約5分間振り混ぜる。静置して2層に分離後、DIBK層を共栓容器に取り出し、これを測定用検液とする。

(4) 原子吸光分析装置を調整し、波長232.0 nmに設定する。測定用検液をアセチレン-空気フレーム中に噴霧させ光度計の指示値を読み、別に作成した検量線からニッケルの定量値(μg)を求める。

(5) 検塩を加えずに同一操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いてニッケル量(μg)を求める。

6.7.1.5　検量線の作成

ニッケル標準溶液(2 μg/mL)の1～10 mLをビーカー(200 mL)に段階的に正しくはかりとり、水70 mL及び硝酸(1+1)10 mLを加えた後、操作の(2)～(4)を行い、ニッケル量(μg)と指示値の関係線を作成し、検量線とする。

6.7.1.6　計算と表示

ニッケルは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

ニッケル(mg/kg)＝ニッケル量(μg)×f_{Ni}／検塩量(g)

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

6.7.1.7 備考

(1) 本法によれば、銅、亜鉛、カドミウム及び鉛が同一の検液を用いて定量できる。

6.7.2 ニッケル(ICP発光分光分析法)

6.7.2.1 要旨

検塩を硝酸で処理した後、高周波により形成されたアルゴンの誘導結合プラズマ(ICP)中に噴霧し、ニッケルによる波長221.647 nmの発光を測定してニッケルを定量する。

6.7.2.2 装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置　　6.2.2.2(1)の装置を用いる。

6.7.2.3 試薬

(1) イットリウム溶液(10 μg/mL)　　6.2.2.3(1)を用いる。

(2) ニッケル標準溶液(10 μg/mL)
6.7.1.3(1)の標準原液(0.1 mg/mL)10 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

(3) 塩化ナトリウム　　標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)を用いる。

(4) アルゴンガス

(5) 硝酸(1+1)

6.7.2.4 操作(1)

(1) 6.2.2.4(1)～(2)の操作を行い、測定用検液を調製する。

(2) 装置を調整し、検液をプラズマトーチ中に噴霧させ、ニッケルの波長221.647 nmと同時に波長371.029 nmのイットリウムの発光強度を測定する。

(3) ニッケルの発光強度をイットリウムの発光強度で除し、発光強度比を求め、別に作成した検量線からニッケル量(μg)を求める。

6.7.2.5 検量線の作成(1)

(1) ニッケル標準溶液(10 μg/mL)をメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLとイットリウム溶液(10 μg/mL)10 mLを加え、更に塩化ナトリウム10 gを加える。

(2) 塩化ナトリウムを溶かした後、水を標線まで加え、操作の(2)～(3)を行い、ニッケル量(μg)と発光強度比との関係線を作成し、検量線とする。

6.7.2.6 計算と表示

ニッケルは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{ニッケル(mg/kg)} = \text{ニッケル量(μg)} \times f_{\mathrm{Ni}} / \text{検塩量(g)}$$

6.7.2.7 備考

(1) 測定における一般的な注意は6.2.2.7を参照する。但し、ストロンチウムをニッケルに読みかえる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

6.8 銅

6.8.1 銅(ジエチルジチオカルバミド酸吸光光度法)

6.8.1.1 要旨

検塩を水に溶かし、希硝酸で処理した後pHを約9に調整し、ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム溶液を加え、生成する黄褐色の銅錯体を酢酸ブチルで抽出し、その吸光度を測定して銅を定量する。本法の適用範囲は銅0.1～4 mg/kgとする。

6.8.1.2 装置及び器具

(1) 光電分光光度計又は光電光度計

(2) 分液ロート(200 mL)[1]

6.8.1.3 試薬

(1) 硝酸(1+1)

(2) メタクレゾールパープル溶液(0.1 %)

メタクレゾールパープル0.1 gをエタノール50 mLに溶かし、水を加えて100 mLとする。

(3) EDTA溶液

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物(EDTA)5 g、クエン酸水素二アンモニウム20 gを水約80 mLに溶かし、アンモニア水5 mLを加え、水で100 mLとする。

(4) ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム溶液(0.1 %)

N,N-ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物[$(C_2H_5)_2NCS_2Na\cdot 3H_2O$]0.1 gを水に溶かして100 mLとし、冷暗所に保存する。この溶液は、1週間は安定である。

(5) 銅標準原液(0.1 mg/mL)[2]

銅(Cu)(JIS K 8005)約0.1 gを正しくはかりとり、硝酸(1+1)20 mLを加え加熱して溶かし、冷却してからメスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{Cu}は次式によって小数第4位まで求め、第3位に丸める。

$$f_{Cu}=\frac{\text{銅採取量(g)}}{0.100}\times\frac{\text{銅純度(\%)}}{100}$$

(6) 銅標準溶液(2 μg/mL)

(5)の標準原液5 mLをメスフラスコ(250 mL)に正しくはかりとり、硝酸(1+1)5 mLを加えた後、標線まで水を加える。

(7) アンモニア水(1＋1)

(8) 酢酸ブチル($CH_3COOCH_2CH_2CH_2CH_3$)

6.8.1.4 操作

(1) 検塩10 gをビーカー(200 mL)に正しくはかりとり、水約40 mL及び硝酸(1+1)を10 mL加えて溶かし、10分間以上煮沸した後[3]、冷却する。

(2) これにEDTA溶液10 mLとメタクレゾールパープル溶液(0.1 %)2～3滴を加え、アンモニア水(1＋1)を液が黄色から紫色に変わるまで滴加する[4]。

(3) ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム溶液(0.1 %)10 mLを加えて分液ロート(200 mL)に移し入れる。ビーカーを少量の水で洗ってこれに加え、水で約100 mLとする。

(4) 酢酸ブチル10 mLを正しく加え、3分間激しく振り混ぜる。静置して2層に分離後、酢酸ブチル層を無水硫酸ナトリウム約1 gを入れた三角フラスコ(20 mL)中に移し入れ、軽く振って脱水し[5]、これを銅の検液とする。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(5) この溶液の一部を吸収セルに移し、酢酸ブチルを対照として波長440 nmの吸光度を測定し、別に作成した検量線から銅の定量値(μg)を求める。
(6) 検塩を加えずに同一操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いて銅量(μg)を求める。

6.8.1.5 検量線の作成

銅標準溶液(2 μg/mL)の1～20 mLをビーカー(200 mL)に段階的に正しくはかりとり、水を加えて約40 mLとし、硝酸(1+1)10 mLを加えた後、操作の(2)以下を行い、吸光度と銅量(μg)の関係線を作成し、検量線とする。

6.8.1.6 計算と表示

銅は、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$銅(mg/kg)＝銅量(\mu g)\times f_{Cu}／検塩量(g)$$

6.8.1.7 備考

(1) 分液ロート(100 mL)を用いてもよい。この場合、6.8.1.4の操作における検塩量と水、試薬の液量を1/2にして操作する。
(2) 銅標準原液(0.1 mg/mL)は硫酸銅(Ⅱ)五水和物($CuSO_4\cdot 5H_2O$)0.393 gを正しくはかりとり、水に溶かしてメスフラスコ(1 L)に移し入れ、硝酸(1+1)20 mLを加えた後、標線まで水を加えて調製してもよい。
(3) 検塩中ににがり成分が多く含まれる場合、煮沸が不十分であるとメタクレゾールパープルが本来のpH域で変色しないこと(pH5以下で青色)があるので注意する。
(4) メタクレゾールパープル溶液(0.1 %)を加えずに、pH計を用いてpHを調整してもよい。
(5) 乾いたろ紙でろ過してもよい。

6.8.2 銅(原子吸光法)

6.8.2.1 要旨

検塩を水に溶かし、希硝酸で処理した後アンモニア水でpHを約4に調整し、これにAPDC溶液を加え、銅-APDC錯体としてDIBKに抽出する。これを直接アセチレン-空気フレーム中に噴霧し、銅による原子吸光を波長324.8 nmで測定して銅を定量する[1]。本法の適用範囲は、銅0.05～0.5 mg/kgとする。

6.8.2.2 装置及び器具

(1) 原子吸光分析装置　　5.1.1.2(1)の装置を用いる。
(2) 銅中空陰極ランプ
(3) 分液ロート(200 mL)

6.8.2.3 試薬

(1) 銅標準溶液(1 μg/mL)
6.8.1.3(5)の標準原液(0.1 mg/mL)5 mLをメスフラスコ(500 mL)に正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLを加え、標線まで水を加える。
(2) 1-ピロリジンカルボジチオ酸アンモニウム溶液(2 %)(APDC溶液)
6.7.1.3(3)を用いる。
(3) クエン酸水素二アンモニウム溶液(0.5 mol/L)
6.7.1.3(4)を用いる。
(4) アンモニア水(1+1)
(5) 硝酸(1+1)
(6) 2,6-ジメチル-4-ヘプタノン[ジイソブチルケトン(DIBK)] [$((CH_3)_2CHCH_2)_2CO$]

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(7) メチルオレンジ溶液(0.2 %)　　6.7.1.3(8)を用いる。

6.8.2.4　**操作**

(1) 6.7.1.4(1)～(3)の操作を行い、測定用検液を調製する。

(2) 原子吸光分析装置を調整し、波長324.8 nmに設定する。検液をアセチレン-空気フレーム中に噴霧させ光度計の指示値を読み、別に作成した検量線から銅の定量値(μg)を求める。

(3) 検塩を加えずに同一操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いて銅量(μg)を求める。

6.8.2.5　**検量線の作成**

(1) 銅標準溶液(1 μg/mL)の1～10 mLをビーカー(200 mL)に段階的に正しくはかりとり、水70 mL及び硝酸(1+1)10 mLを加えた後、6.7.1.4(2)～(3)の操作を行い、測定用検液を調製する。

(2) 操作の(2)を行い、銅量(μg)と指示値の関係線を作成し、検量線とする。

6.8.2.6　**計算と表示**

銅は、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$銅(mg/kg)＝銅量(\mu g)\times f_{Cu}／検塩量(g)$$

6.8.2.7　**備考**

(1) 本法によれば、ニッケル、亜鉛、カドミウム及び鉛が同一の検液を用いて定量できる。

6.8.3　銅(ICP発光分光分析法)

6.8.3.1　**要旨**

検塩を硝酸で処理した後、高周波により形成されたアルゴンの誘導結合プラズマ(ICP)中に噴霧し、銅による波長 324.754 nmの発光を測定して銅を定量する。

6.8.3.2　**装置**

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置　　6.2.2.2(1)の装置を用いる。

6.8.3.3　**試薬**

(1) イットリウム溶液(10 μg/mL)　　6.2.2.3(1)を用いる。

(2) 銅標準溶液(10 μg/mL)
6.8.1.3(5)の標準原液(0.1 mg/mL)10 mLをメスフラスコ100 mLに正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLを加え、標線まで水を加える。

(3) 塩化ナトリウム　　標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)を用いる。

(4) アルゴンガス

(5) 硝酸(1+1)

6.8.3.4　**操作**(1)

(1) 6.2.2.4(1)～(2)の操作を行い、測定用検液を調製する。

(2) 装置を調整し、検液をプラズマトーチ中に噴霧させ、銅の波長324.754 nmと同時に波長371.029 nmのイットリウムの発光強度を測定する。

(3) 銅の発光強度をイットリウムの発光強度で除し、発光強度比を求め、別に作成した検量線から銅量(μg)を求める。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

6.8.3.5 検量線の作成(1)

(1) 銅標準溶液(10 μg/mL)をメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLとイットリウム溶液(10 μg/mL)10 mLを加え、更に塩化ナトリウム10 gを加える。

(2) 塩化ナトリウムを溶かした後、水を標線まで加え、操作の(2)～(3)を行い、銅量(μg)と発光強度比との関係線を作成し、検量線とする。

6.8.3.6 計算と表示

銅は、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{銅(mg/kg)} = \text{銅量(μg)} \times f_{Cu} / \text{検塩量(g)}$$

6.8.3.7 備考

(1) 測定における一般的な注意は6.2.2.7を参照する。但し、ストロンチウムを銅に読みかえる。

6.9 亜鉛

6.9.1 亜鉛(原子吸光法)

6.9.1.1 要旨

検塩を水に溶かし、希硝酸で処理した後アンモニア水でpHを約4に調整し、これにAPDC溶液を加え、亜鉛-APDC錯体としてDIBKに抽出する。これを直接アセチレン-空気フレーム中に噴霧し、亜鉛による原子吸光を波長213.9 nmで測定して亜鉛を定量する(1)。本法の適用範囲は、亜鉛0.02～0.2 mg/kgとする。

6.9.1.2 装置及び器具

(1) 原子吸光分析装置　　5.1.1.2(1)の装置を用いる。

(2) 亜鉛中空陰極ランプ

(3) 分液ロート(200 mL)

6.9.1.3 試薬

(1) 亜鉛標準原液(0.1 mg/mL)

亜鉛(Zn)(JIS K 8005又はJIS H 2107)約0.1 gを正しくはかりとり、硝酸(1+1)25 mLを加え加熱して溶かし、煮沸して窒素酸化物を除いてから冷却し、メスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{Zn}は次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{Zn} = \frac{\text{亜鉛採取量(g)}}{0.100} \times \frac{\text{亜鉛純度(\%)}}{100}$$

(2) 亜鉛標準溶液(1 μg/mL)

(1)の標準原液5 mLをメスフラスコ(500 mL)に正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLを加え、標線まで水を加える。

(3) 1-ピロリジンカルボジチオ酸アンモニウム溶液(2 %)(APDC溶液)

6.7.1.3(3)を用いる。

(4) クエン酸水素二アンモニウム溶液(0.5 mol/L)

6.7.1.3(4)を用いる。

(5) アンモニア水(1+1)

(6) 硝酸(1+1)

(7) 2,6-ジメチル-4-ヘプタノン[ジイソブチルケトン(DIBK)] [$((CH_3)_2CHCH_2)_2CO$]

(8) メチルオレンジ溶液(0.2 %)　　6.7.1.3(8)を用いる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

6.9.1.4　操作

(1) 6.7.1.4(1)～(3)の操作を行い、測定用検液を調製する。

(2) 原子吸光分析装置を調整し、波長213.9 nmに設定する。検液をアセチレン-空気フレーム中に噴霧させ光度計の指示値を読み、別に作成した検量線から亜鉛の定量値(μg)を求める。

(3) 検塩を加えずに同一操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いて亜鉛量(μg)を求める。

6.9.1.5　検量線の作成

(1) 亜鉛標準溶液(1 μg/mL)の1～10 mLをビーカー(200 mL)に段階的に正しくはかりとり、水70 mL及び硝酸(1+1)10 mLを加えた後、6.7.1.4(2)～(3)の操作を行い、測定用検液を調製する。

(2) 操作の(2)を行い、亜鉛量(μg)と指示値の関係線を作成し、検量線とする。

6.9.1.6　計算と表示

亜鉛は、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$亜鉛(mg/kg) = 亜鉛量(\mu g) \times f_{Zn} / 検塩量(g)$$

6.9.1.7　備考

(1) 本法によれば、ニッケル、銅、カドミウム及び鉛が同一の検液を用いて定量できる。

6.9.2　亜鉛(ICP発光分光分析法)

6.9.2.1　要旨

検塩を硝酸で処理した後、高周波により形成されたアルゴンの誘導結合プラズマ(ICP)中に噴霧し、亜鉛による波長 213.856 nmの発光を測定して亜鉛を定量する。

6.9.2.2　装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置　　6.2.2.2(1)の装置を用いる。

6.9.2.3　試薬

(1) イットリウム溶液(10 μg/mL)　　6.2.2.3(1)を用いる。

(2) 亜鉛標準溶液(1 μg/mL)　　6.9.1.3(2)を用いる。

(3) 塩化ナトリウム　　標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)を用いる。

(4) アルゴンガス

(5) 硝酸(1+1)

6.9.2.4　操作[1]

(1) 6.2.2.4(1)～(2)の操作を行い、測定用検液を調製する。

(2) 装置を調整し、検液をプラズマトーチ中に噴霧させ、亜鉛の波長213.856 nmと同時に波長371.029 nmのイットリウムの発光強度を測定する。

(3) 亜鉛の発光強度をイットリウムの発光強度で除し、発光強度比を求め、別に作成した検量線から亜鉛量(μg)を求める。

6.9.2.5　検量線の作成[1]

(1) 亜鉛標準溶液(1 μg/mL)をメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLとイットリウム溶液(10 μg/mL)10 mLを加え、更に塩化ナトリウム10 gを加える。

(2) 塩化ナトリウムを溶かした後、水を標線まで加え、操作の(2)～(3)を行い、亜鉛量(μg)と発光強度比との関係線を作成し、検量線とする。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

6.9.2.6 計算と表示

亜鉛は、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$亜鉛(mg/kg)＝亜鉛量(\mu g)\times f_{Zn}／検塩量(g)$$

6.9.2.7 備考

(1) 測定における一般的な注意は6.2.2.7を参照する。但し、ストロンチウムを亜鉛に読みかえる。

6.10 カドミウム

6.10.1 カドミウム(原子吸光法)

6.10.1.1 要旨

検塩を水に溶かし、希硝酸で処理した後アンモニア水でpHを約4に調整し、これにAPDC溶液を加え、カドミウム-APDC錯体としてDIBKに抽出する。これを直接アセチレン-空気フレーム中に噴霧し、カドミウムによる原子吸光を波長228.8 nmで測定してカドミウムを定量する(1)。本法の適用範囲は、カドミウム0.02～0.2 mg/kgとする。

6.10.1.2 装置及び器具

(1) 原子吸光分析装置　　5.1.1.2(1)の装置を用いる。
(2) カドミウム中空陰極ランプ
(3) 分液ロート(200 mL)

6.10.1.3 試薬

(1) カドミウム標準原液(0.1 mg/mL)
カドミウム(Cd)(99.9 %以上)約0.1 gを正しくはかりとり、硝酸(1+1)25 mLを加え加熱して溶かし、煮沸して窒素酸化物を除いてから冷却し、メスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{Cd}は次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{Cd}＝\frac{カドミウム採取量(g)}{0.100}\times\frac{カドミウム純度(\%)}{100}$$

(2) カドミウム標準溶液(1 μg/mL)
(1)の標準原液5 mLをメスフラスコ(500 mL)に正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLを加え、標線まで水を加える。
(3) 1-ピロリジンカルボジチオ酸アンモニウム溶液(2 %)(APDC溶液)
6.7.1.3(3)を用いる。
(4) クエン酸水素二アンモニウム溶液(0.5 mol/L)
6.7.1.3(4)を用いる。
(5) アンモニア水(1+1)
(6) 硝酸(1+1)
(7) 2,6-ジメチル-4-ヘプタノン[ジイソブチルケトン(DIBK)] [$((CH_3)_2CHCH_2)_2CO$]
(8) メチルオレンジ溶液(0.2 %)　　6.7.1.3(8)を用いる。

6.10.1.4 操作

(1) 6.7.1.4(1)～(3)の操作を行い、測定用検液を調製する。
(2) 原子吸光分析装置を調整し、波長228.8 nmに設定する。検液をアセチレン-空気フレーム中に噴霧させ光度計の指示値を読み、別に作成した検量線からカドミウムの定量値(μg)を求める。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(3) 検塩を加えずに同一操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いてカドミウム量(μg)を求める。

6.10.1.5 検量線の作成

(1) カドミウム標準溶液(1 μg/mL)の1～10 mLをビーカー(200 mL)に段階的に正しくはかりとり、水70 mL及び硝酸(1+1)10 mLを加えた後、6.7.1.4(2)～(3)の操作を行い、測定用検液を調製する。

(2) 操作の(2)を行い、カドミウム量(μg)と指示値の関係線を作成し、検量線とする。

6.10.1.6 計算と表示

カドミウムは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

カドミウム(mg/kg)＝カドミウム量(μg)×f_{Cd}／検塩量(g)

6.10.1.7 備考

(1) 本法によれば、ニッケル、銅、亜鉛及び鉛が同一の検液を用いて定量できる。

6.10.2 カドミウム(ICP発光分光分析法)

6.10.2.1 要旨

検塩を硝酸で処理した後、高周波により形成されたアルゴンの誘導結合プラズマ(ICP)中に噴霧し、カドミウムによる波長 214.438 nmの発光を測定してカドミウムを定量する。

6.10.2.2 装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置　　6.2.2.2(1)の装置を用いる。

6.10.2.3 試薬

(1) イットリウム溶液(10 μg/mL)　　6.2.2.3(1)を用いる。

(2) カドミウム標準溶液(1 μg/mL)　　6.10.1.3(2)を用いる。

(3) 塩化ナトリウム　　標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)を用いる。

(4) アルゴンガス

(5) 硝酸(1+1)

6.10.2.4 操作

(1) 6.2.2.4(1)～(2)の操作を行い、測定用検液を調製する。

(2) 装置を調整し、検液をプラズマトーチ中に噴霧させ、カドミウムの波長214.438 nmと同時に波長371.029 nmのイットリウムの発光強度を測定する。

(3) カドミウムの発光強度をイットリウムの発光強度で除し、発光強度比を求め、別に作成した検量線からカドミウム量(μg)を求める。

6.10.2.5 検量線の作成[1]

(1) カドミウム標準溶液(1 μg/mL)をメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLとイットリウム溶液(10 μg/mL)10 mLを加え、更に塩化ナトリウム10 gを加える。

(2) 塩化ナトリウムを溶かした後、水を標線まで加え、操作の(2)～(3)を行い、カドミウム量(μg)と発光強度比との関係線を作成し、検量線とする。

6.10.2.6 計算と表示

カドミウムは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

カドミウム(mg/kg)＝カドミウム量(μg)×f_{Cd}／検塩量(g)

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

6.10.2.7　**備考**

(1) 測定における一般的な注意は6.2.2.7を参照する。但し、ストロンチウムをカドミウムに読みかえる。

6.11　水銀(還元気化原子吸光法)

6.11.1　要旨

検塩を水に溶かし、塩素酸カリウムで前処理した後、水銀(Ⅱ)を塩化スズ(Ⅱ)で還元し、発生する水銀蒸気による原子吸光を波長253.7 nmで測定して全水銀を定量する。本法の適用範囲は、水銀0.1～1.25 mg/kgとする。

6.11.2　装置及び器具

(1) 原子吸光分析装置又は水銀専用原子吸光分析装置

装置については、その装置に定められた操作方法に従って機器を調整する。

(2) 水銀還元気化装置(原子吸光分析装置と併用する)[1]

装置の一例を、図3，4に示す。

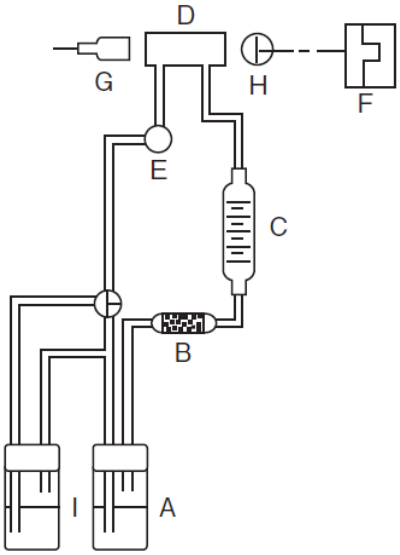


図3　密閉循環方式の構成の一例

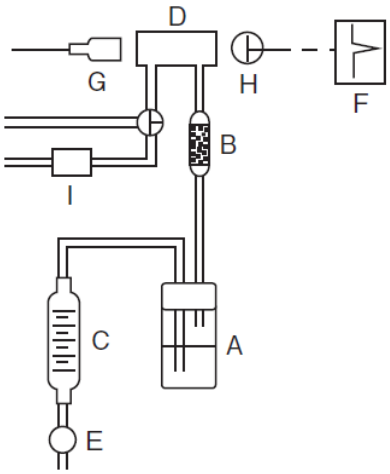


図4　開放送気方式の構成の一例

A　：　還元容器
B　：　乾燥管
C　：　流量計
D　：　吸収セル
E　：　空気ポンプ
F　：　記録計
G　：　水銀中空陰極ランプ
H　：　原子吸光用検出器
I　：　水銀除去装置

(3) 陰極ランプ又は水銀ランプ

(4) 還元容器

ガラス瓶又は三角フラスコ(300～350 mL)(250 mLの位置に印を付けておく。)

(5) 吸収セル

長さ100～300 mm程度の石英、ガラス又はプラスチック製で、両端に石英窓を付けたもの。

(6) 空気ポンプ

0.3～3 L/minの送気能力を持つダイアフラムポンプ。但し水銀蒸気に接する部分が金属製の場合であれば、コロジオンを塗布しておく。

(7) 流量計　　0.5～5 L/minの流量が測定できるもの。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(8) 乾燥管

乾燥管又はU字管に、粒状過塩素酸マグネシウム又は塩化カルシウムを充填しておくか、コールドトラップで代用してもよい。なお、吸収セルの部分に小型電球を点灯するなどして、吸収セル内の温度が周囲の温度より約10 ℃高くなるようにしておけば乾燥管を用いなくてよい。

(9) 連結管

軟質塩化ビニル管を使用する。(水銀還元気化装置は還元容器、吸収セル、空気ポンプ、流量計、乾燥管及び連結管から構成されている。装置については使用する装置の使用説明書によって調整する。)

6.11.3 試薬[2]

(1) 水銀標準原液(0.5 mg/mL)

塩化水銀(Ⅱ)($HgCl_2$)約0.34 gを正しくはかりとり、水に溶かし硝酸(1+1)5 mLを加えた後、メスフラスコ(500 mL)に移し入れ、標線まで水を加えて褐色瓶に保存する。この溶液の保存期限は1ヶ月以内とする。この溶液のファクターf_{Hg}は次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{Hg}=\text{塩化水銀(Ⅱ)採取量(g)}/0.339$$

(2) 水銀標準溶液(1 μg/mL)

(1)の標準原液1 mLを正しくはかりとり、メスフラスコ(500 mL)に移し入れ硝酸(1+1)5 mLを加え、標線まで水を加える。この溶液は使用のつど調製する。

(3) 塩素酸カリウム溶液(10 %)

塩素酸カリウム($KClO_3$)10 gを水で溶かして100 mLとする。

(4) 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(10 %)

塩化ヒドロキシルアンモニウム[$(NH_3OH)Cl$](塩酸ヒドロキシルアミン)10 gを水に溶かして100 mLとする。この溶液は使用のつど調製する。

(5) 塩化スズ(Ⅱ)溶液

塩化スズ(Ⅱ)二水和物($SnCl_2\cdot 2H_2O$)10 gに硫酸(1+20)60 mLを加え、加熱しながら溶かす。放冷した後、水を加えて100 mLとし、小粒のスズ2～3粒加えて褐色瓶に入れ保存する。精製の必要がある場合は窒素を通気する。この溶液の保存期限は1週間以内とする。

(6) 塩酸(1+1)

6.11.4 操作[3],[4]

(1) 検塩10 gを正しくはかりとり、ビーカー(200 mL)に移し入れ、水約60 mLを加えて溶かす。

(2) 塩酸(1+1)4 mL及び塩素酸カリウム溶液(10 %)3 mLを加え、約90 ℃で30分間加熱する。冷却後、メスフラスコ(100 mL)に移し入れ、標線まで水を加える。

(3) この溶液20 mLを正しくはかりとり還元用ガラス瓶(300～350 mL)又は三角フラスコ(300～350 mL)に移し入れ、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(10 %)20 mLを加え、水で250 mLとする[5]。 あわせて通気回路を組立てる。

(4) 素早く塩化スズ(Ⅱ)溶液5 mLを加え、あらかじめ調整した最適流量で空気ポンプを作動して空気を循環させる。

(5) 波長253.7 nmの指示値を読み、別に作成した検量線から水銀の定量値(μg)を求める。

(6) 次にバイパスコックを回して、指示値がもとに戻るまで通気させる。

(7) 検塩を加えずに同一操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いて水銀量(μg)を求める。

6.11.5 検量線の作成

水銀標準溶液(1 μg/mL)の2～25 mLをビーカー(200 mL)に段階的に正しくはかりとり、水50 mLを加えた後、操作の(2)～(6)を行い、水銀量(μg)と指示値の関係線を作成し、検量線とする。検量線の作成は試料測定

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

時に行う。

6.11.6　計算と表示

水銀は、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$水銀(mg/kg)＝水銀量(\mu g)\times f_{Hg}／検塩量(g)$$

6.11.7　備考

(1) 測定後気体を大気に放出する際の水銀除去には、過マンガン酸カリウムを含む硫酸(1+4)100 mLを入れたガス洗浄瓶、活性炭又はキレート樹脂を詰めたガラス管を用いる。市販の装置には水銀除去装置が通常附属している。

(2) 使用する試薬は、原子吸光測定用などの水銀含有量の少ないものを用いる。

(3) 有機物が含まれていない検塩については、操作(1)～(3)を省略し、還元用ガラス瓶(300～350 mL)又は三角フラスコ(300～350 mL)に直接検塩10 gをはかりとり、水を加えて溶かし、塩酸(1+1)4 mLを加えた後、250 mLとなるまで水を加え、(4)～(7)の操作を行ってもよい。

(4) 原子吸光法の代わりに水素化物発生ICP発光分光分析法により測定できる。
6.11.4(1)～(2)の操作を行って検塩を処理した溶液(100 mL)25 mLをビーカー(100 mL)に正しくはかりとり、これに塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(10 %)25 mLを正しく加えて混合する。この溶液を測定用検液とし、ヒ素の水素化物発生ICP発光分光分析法の操作6.14.2.4(3)に準じて操作して水銀量を測定する。検量線溶液は、検塩量と同量の塩化ナトリウムを添加して調製する。

(5) 水銀専用原子吸光分析装置を使用する場合には、6.11.4 (2)の溶液20 mLを正しくはかりとり、これをメスフラスコ(250 mL)に移し入れ、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(10%)20 mLを加え、標線まで水を加える。この溶液より、装置条件に適した量をはかりとり、6.11.4 (4)以降の操作を行う。

6.12　アルミニウム

6.12.1 アルミニウム(蛍光光度法)

6.12.1.1　要旨

検塩を塩酸に溶かし、不溶解物があれば分離した後、溶液の一部をとり酢酸アンモニウム溶液を加えてpHを4.5に調整する。この溶液に8-ヒドロキシキノリン-5-スルホン酸溶液を加え、紫外線を照射し、発生する蛍光を測定してアルミニウムを定量する。本法の適用範囲はアルミニウム0.1～40 mg/kgとする。

6.12.1.2　装置及び器具

(1) 高圧加熱分解容器
内部がテフロン製で容量約23 mL前後のものを用いる。

(2) 蛍光分光光度計又は蛍光光度計
光源に水銀ランプを用いる。この装置は使用する前に、あらかじめフルオレッセインナトリウム溶液(0.4 mg/mL)を用い、その蛍光強度が目盛100になるように校正する。

(3) マイクロピペット
全容が100～1,000 μL及び10～100 μLで、容量可変のもの2種類を用いる。

(4) 試薬瓶、メスフラスコ、全量ピペット
ポリエチレン、ポリプロピレン等の有機高分子化合物製のものを用いる。

(5) 棒瓶
容量10～20 mL、ふた付きで(4)と同様の材質のものを用いる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(6) 電気定温乾燥器

6.12.1.3 **試薬**

(1) 塩酸(1+1)及び塩酸(1+19)

(2) L-アスコルビン酸溶液(0.35 %)

L-アスコルビン酸0.35 gを水に溶かして100 mLとする。

(3) 酢酸アンモニウム溶液(1 mol/L)(1)

酢酸(10+26)20 mLにアンモニア水(1+1)を滴加して中和(2)し、水を加えて100 mLとする。

(4) ヒドロキシキノリン-スルホン酸溶液(0.008 %)

8-ヒドロキシキノリン-5-スルホン酸0.100 gを正しくはかりとり、水に溶かしてメスフラスコ(250 mL)に移し入れ、標線まで水を加えて原液(0.04 %)とする。更にこの溶液の20 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

(5) フルオレッセインナトリウム溶液(0.4 mg/mL)

フルオレッセインナトリウム40 mgを正しくはかりとり、水に溶かしてメスフラスコ(100 mL)に移し入れ、標線まで水を加える。

(6) 硫酸(0.003 mol/L)

硫酸(1+29)を調製した後、この5 mLを水を加えて1 Lとする。

(7) アルミニウム標準原液(100 μg/mL)

硫酸カリウムアルミニウム・12水和物[$AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$](カリウムみょうばん)約0.18 gを正しくはかりとり、硫酸(0.003 mol/L)で溶かし、メスフラスコ(100 mL)に移し入れ、標線まで硫酸(0.003 mol/L)を加える。この溶液のファクターf_{Al}は次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{Al}$＝硫酸カリウムアルミニウム・12水和物採取量(g)／0.176

(8) アルミニウム標準溶液(0.5 μg/mL)

(7)の標準原液0.50 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで硫酸(0.003 mol/L)を加える。

(9) アルミニウム標準溶液(0.25 μg/mL)

(7)の標準原液0.25 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで硫酸(0.003 mol/L)を加える。

(10) アルミニウム標準溶液(0.1 μg/mL)

(7)の標準原液0.10 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで硫酸(0.003 mol/L)を加える。

6.12.1.4 **操作**

(1) 検塩約0.40 g(3)を正しくはかりとり、高圧加熱分解容器(4)に移し入れ、塩酸(1+1)8.0 mLを加え、ふたをして電気定温乾燥器内で120 ℃で30分間保ち、加熱分解する。

(2) 室温まで冷却した後、水を加えて15 mLとし、可溶性塩類を完全に溶かす。

(3) 不溶解分が認められない場合(5)は、メスフラスコ(100 mL)に移し入れ、塩酸(1+1)2 mLを加えてから、標線まで水を加える。

(4) この溶液の1.0 mLを棒瓶に正しくはかりとり、硫酸(0.003 mol/L)1.0 mL(6)、L-アスコルビン酸溶液(0.35 %)0.5 mLを加え(7)、更に酢酸アンモニウム溶液(1 mol/L)1.0 mLを加えて、pHを4.5に調整する。

(5) これに水0.5 mLを加えて全量を4.0 mLとした後、ヒドロキシキノリン-スルホン酸溶液(0.008 %)1.0 mLを加え、ふたをして振り混ぜ、約6分間放置し、アルミニウムの検液(8)とする。

(6) 蛍光分光光度計を調整し、フルオレッセインナトリウム溶液(0.4 mg/mL)を用いて目盛校正を行った後、検液の一部を蛍光分光光度計用石英セルに移し、波長365 nmの紫外線を照射し、発生する490 nm

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

の蛍光強度を測定し、別に作成した検量線からアルミニウムの定量値(μg)を求める。

(7) 塩酸(1+19)1.0 mLを棒瓶にはかりとり、(4)～(6)の操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いてアルミニウム量(μg)を求める。

6.12.1.5 検量線の作成

塩酸(1+19)1.0 mLを3本の棒瓶にはかりとり、アルミニウム標準溶液 (0.10, 0.25, 0.50 μg/mL)の1.0 mLを硫酸(0.003 mol/L)1.0 mLの代わりに棒瓶に加え、操作の(4)～(6)を行い、蛍光強度とアルミニウム量(μg)の関係線を作成し、検量線とする。

6.12.1.6 計算と表示

アルミニウムは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

アルミニウム(mg/kg)＝アルミニウム量(μg)×f_{Al}／検塩量(g)

6.12.1.7 備考

(1) 試薬の酢酸アンモニウムにはアルミニウムを多量に含むものがあるので注意を要する。試薬中のアルミニウム含有量が無視できる程度の場合は、市販試薬の酢酸アンモニウムを用いてもよい。

(2) アンモニア水(1+1)による中和は、pH計を用いてpH7にする。この時のアンモニア水(1+1)添加量は約13 mLになる。

(3) アルミニウム含有量が適用範囲を超える時は、検塩量を減らす。

(4) 検塩をテフロン容器などの中で簡単に溶解でき、不溶解分が認められないような場合は、高圧加熱分解容器を用いる必要はない。

(5) 室温に冷却後、不溶解分がある場合は以下の操作を行う。

(a) 溶液の残さを少量の水で洗って50 mL又は100 mLのポリエチレン製遠沈管に移し入れ、毎分2,000～3,000回転程度で約10分間遠心分離し、上澄み液をメスフラスコ(100 mL)に移し入れる。

(b) 遠沈管に水約15 mLを加えてよく振り混ぜた後再び遠心分離し、上澄み液を同じメスフラスコに移し入れる。この操作を少なくとも2回行い、不溶解分中の塩化ナトリウムをできるだけ除く。以下操作の(3)以下を行い溶解したアルミニウムを定量する。更に不溶解分中のアルミニウムを定量する場合は以下の操作を行う。但し、雰囲気からのアルミニウムの汚染を防止するため、クリーンベンチ内、又はそれに相当する雰囲気中で操作する。

(c) 不溶解分をできるだけ少量の水で高圧加熱分解容器中に移し入れ、フッ化水素酸(1+1)約1 mLと硫酸(1+2)50 μLを加え、ふたをしないで約120 ℃のホットプレート上で乾固するまで加熱する。多くの場合はこれで分解するが、そうでない場合はふたをして加熱するとよい。

(d) 冷却後、塩酸(1+1)10.0 mLを加えて塩類を溶解し、メスフラスコ(100 mL)に移し入れ、標線まで水を加える。

(e) 以下操作の(4)以下を行い、不溶解分中のアルミニウムを定量する。

(f) (b)及び(e)の測定値を合わせて全アルミニウム量とする。

(6) 操作(4)で、硫酸(0.003 mol/L)1.0 mL加えたところで、塩酸濃度を0.3 mol/Lになるようにする。

(7) L-アスコルビン酸を加えることによって、鉄(Ⅲ)を還元し、その妨害をなくす。

(8) 塩化ナトリウムは検液5 mL中5 mg以下にすること。多量に共存すると蛍光強度が低下し、定量値に負の誤差を与える。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

6.12.2 アルミニウム(ICP発光分光分析法)

6.12.2.1 要旨

検塩を硝酸で処理した後、高周波により形成されたアルゴンの誘導結合プラズマ(ICP)中に噴霧し、アルミニウムによる波長 309.271 nmの発光を測定してアルミニウムを定量する。

6.12.2.2 装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置　　6.2.2.2(1)の装置を用いる。

6.12.2.3 試薬

(1) イットリウム溶液(10 μg/mL)　　6.2.2.3(1)を用いる。

(2) アルミニウム標準溶液(10 μg/mL)
6.12.1.3(7)の標準原液(100 μg/mL)10 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

(3) 塩化ナトリウム　　標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)を用いる。

(4) アルゴンガス

(5) 硝酸(1+1)

6.12.2.4 操作[1]

(1) 6.2.2.4(1)～(2)の操作を行い、測定用検液を調製する。

(2) 装置を調整し、検液をプラズマトーチ中に噴霧させ、アルミニウムの波長309.271 nmと同時に波長371.029 nmのイットリウムの発光強度を測定する。

(3) アルミニウムの発光強度をイットリウムの発光強度で除し、発光強度比を求め、別に作成した検量線からアルミニウム量(μg)を求める。

6.12.2.5 検量線の作成[1]

(1) アルミニウム標準溶液(10 μg/mL)をメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLとイットリウム溶液(10 μg/mL)10 mLを加え、更に塩化ナトリウム10 gを加える。

(2) 塩化ナトリウムを溶かした後、水を標線まで加え、操作の(2)～(3)を行い、アルミニウム量(μg)と発光強度比との関係線を作成し、検量線とする。

6.12.2.6 計算と表示

アルミニウムは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{アルミニウム (mg/kg)} = \text{アルミニウム量(μg)} \times f_{Al} / \text{検塩量(g)}$$

6.12.2.7 備考

(1) 測定における一般的な注意は6.2.2.7を参照する。但し、ストロンチウムをアルミニウムに読みかえる。

6.13 鉛

6.13.1 鉛(原子吸光法)

6.13.1.1 要旨

検塩を水に溶かし、希硝酸で処理した後アンモニア水でpHを約4に調整し、これにAPDC溶液を加え、鉛-APDC錯体としてDIBKに抽出する。これを直接アセチレン-空気フレーム中に噴霧し、鉛による原子吸光を

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

波長283.3 nmで測定して鉛を定量する(1)。本法の適用範囲は、鉛0.5～5.0 mg/kgとする。

6.13.1.2 装置及び器具

(1) 原子吸光分析装置　　5.1.1.2(1)の装置を用いる。

(2) 鉛中空陰極ランプ

(3) 分液ロート(200 mL)

6.13.1.3 試薬

(1) 鉛標準原液(0.1 mg/mL)

鉛(Pb)(99.9 %以上)約0.1 gを正しくはかりとり、硝酸(1+1)25 mLを加えて加熱して溶かし、煮沸して窒素酸化物を除いてから冷却し、メスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{Pb}は次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{Pb}=\frac{\text{鉛採取量(g)}}{0.100}\times\frac{\text{鉛純度(\%)}}{100}$$

(2) 鉛標準溶液(50 μg/mL)

(1)の標準原液50 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLを加え、標線まで水を加える。

(3) 1-ピロリジンカルボジチオ酸アンモニウム溶液(2 %)(APDC溶液)

6.7.1.3(3)を用いる。

(4) クエン酸水素二アンモニウム溶液(0.5 mol/L)

6.7.1.3(4)を用いる。

(5) アンモニア水(1+1)

(6) 硝酸(1+1)

(7) 2,6-ジメチル-4-ヘプタノン[ジイソブチルケトン(DIBK)] [$((CH_3)_2CHCH_2)_2CO$]

(8) メチルオレンジ溶液(0.2 %)　　6.7.1.3(8)を用いる。

6.13.1.4 操作

(1) 6.7.1.4(1)～(3)の操作を行い、測定用検液を調製する。

(2) 原子吸光分析装置を調整し、波長283.3 nmに設定する。検液をアセチレン-空気フレーム中に噴霧させ光度計の指示値を読み、別に作成した検量線から鉛の定量値(μg)を求める。

(3) 検塩を加えずに同一操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いて鉛量(μg)を求める。

6.13.1.5 検量線の作成

(1) 鉛標準溶液(50 μg/mL)の1～10 mLをビーカー(200 mL)に段階的に正しくはかりとり、水70 mL及び硝酸(1+1)10 mLを加えた後、6.7.1.4(2)～(3)の操作を行い、測定用検液を調製する。

(2) 操作の(2)を行い、鉛量(μg)と指示値の関係線を作成し、検量線とする。

6.13.1.6 計算と表示

鉛は、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

鉛(mg/kg)＝鉛量(μg)×f_{Pb}／検塩量(g)

6.13.1.7 備考

(1) 本法によれば、ニッケル、銅、亜鉛及びカドミウムが同一の検液を用いて定量できる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

6.13.2　鉛(ICP発光分光分析法)

6.13.2.1　要旨

検塩を硝酸で処理した後、高周波により形成されたアルゴンの誘導結合プラズマ(ICP)中に噴霧し、鉛による波長 220.351 nmの発光を測定して鉛を定量する。

6.13.2.2　装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置　　6.2.2.2(1)の装置を用いる。

6.13.2.3　試薬

(1) イットリウム溶液(10 μg/mL)　　6.2.2.3(1)を用いる。
(2) 鉛標準溶液(50 μg/mL)　　6.13.1.3(2)を用いる。
(3) 塩化ナトリウム　　標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)を用いる。
(4) アルゴンガス
(5) 硝酸(1+1)

6.13.2.4　操作[(1),(2)]

(1) 6.2.2.4(1)～(2)の操作を行い、測定用検液を調製する。
(2) 装置を調整し、検液をプラズマトーチ中に噴霧させ、鉛の波長220.351 nmと同時に波長371.029 nmのイットリウムの発光強度を測定する。
(3) 鉛の発光強度をイットリウムの発光強度で除し、発光強度比を求め、別に作成した検量線から鉛量(μg)を求める。

6.13.2.5　検量線の作成[(1)]

(1) 鉛標準溶液(50 μg/mL)をメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり、硝酸(1+1)10 mLとイットリウム溶液(10 μg/mL)10 mLを加え、更に塩化ナトリウム10 gを加える。
(2) 塩化ナトリウムを溶かした後、水を標線まで加え、操作の(2)～(3)を行い、鉛量(μg)と発光強度比との関係線を作成し、検量線とする。

6.13.2.6　計算と表示

鉛は、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{鉛(mg/kg)} = \text{鉛量(μg)} \times f_{Pb} / \text{検塩量(g)}$$

6.13.2.7　備考

(1) 測定における一般的な注意は6.2.2.7を参照する。但し、ストロンチウムを鉛に読みかえる。
(2) 水素化物発生装置による測定が可能な場合は、水素化物法を用いてもよい。この場合、検液調製においてイットリウム溶液を加えなくてよい。

6.14　ヒ素

6.14.1　ヒ素(ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法)

6.14.1.1　要旨

検塩を水に溶かし、ヒ素を水素化ヒ素として発生させ、ジエチルジチオカルバミド酸銀-ピリジン溶液に吸収させ、生成する赤紫色化合物の吸光度を測定してヒ素を定量する。本法の適用範囲は、ヒ素0.2～1 mg/kgとする。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

6.14.1.2　**装置及び器具**

(1) 水素化ヒ素発生装置　　装置の一例を図5に示す。

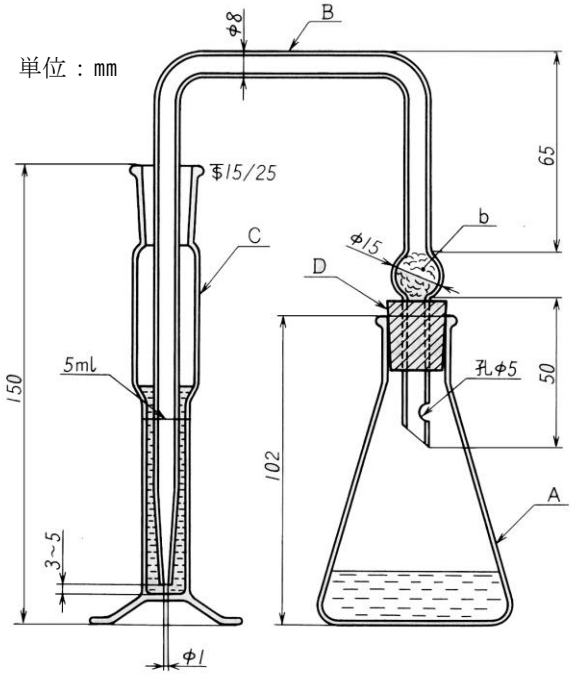
(2) 光電分光光度計又は光電光度計

6.14.1.3　**試薬**(1)

(1) ヒ素標準原液(0.1 mg/mL)

三酸化二ヒ素(As_2O_3)(JIS K 8005)約0.13 gを正しくはかりとり、水酸化ナトリウム溶液(4 %)2.5 mLを加えて溶かし、メスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{As}は次式によって小数第3位まで算出し、第2位に丸める。

$$f_{As}$$＝三酸化二ヒ素採取量(g)／0.132



A：水素化ヒ素発生用三角フラスコ(300 mL)
B：導管
b：酢酸鉛溶液(10 %)で湿したガラス繊維又は脱脂綿(過剰の溶液をよく絞って除く)
C：水素化ヒ素吸収管
D：ゴム栓

図5　水素化ヒ素発生装置の一例
(引用文献：(財)日本規格協会発行 JIS K 0102-98 工場排水試験方法)

(2) ヒ素標準溶液(2 μg/mL)

(1)の標準原液2 mLを正しくはかりとり、メスフラスコ(100 mL)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液は使用のつど調製する。

(3) ヨウ化カリウム(20 %)

ヨウ化カリウム(KI)20 gを水に溶かして100 mLとし、褐色瓶に入れ暗所に保存する。

(4) 塩化スズ(Ⅱ)溶液

塩化スズ(Ⅱ)二水和物($SnCl_2 \cdot 2H_2O$)40 gに塩酸75 mLを加え、加熱しながら溶かす。冷却後、水を加えて100 mLとし、小粒のスズ2～3粒加えて褐色瓶に入れ保存する。

(5) 亜鉛

ヒ素分析用(砂状)(JIS K 8012)を用いる。

(6) 酢酸鉛溶液(10 %)(脱脂綿又はガラス繊維浸漬用)

酢酸鉛三水和物 [$Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$]10 gをはかりとり、水100 mL及び酢酸2滴を加えて溶かす。

(7) ジエチルジチオカルバミド酸銀溶液(2)

N,N-ジエチルジチオカルバミド酸銀($C_5H_{10}AgNS_2$)0.25 gをピリジン100 mLに溶かし、褐色瓶に入れ暗所に保存する。

(8) 塩酸

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

ヒ素分析用(JIS K 8180)を用いる。

6.14.1.4　操作

(1) 検塩10 gを正しくはかりとり、水素化ヒ素発生用三角フラスコ(300 mL)に移し入れ、水90 mL及び塩酸30 mLを加えて溶かす。

(2) ヨウ化カリウム溶液(20 %)5 mL及び塩化スズ(Ⅱ)溶液5 mLを加えて15分間放置する。

(3) 水素化ヒ素吸収管に、ジエチルジチオカルバミド酸銀溶液5 mLを正しく加え、発生容器と導管を連結する。各部の気密を確かめた後、発生容器にロートを用いて亜鉛15 gを手早く投入し、栓をした後発生瓶を約25 ℃の水浴中に浸し、60分間放置して発色させる。

(4) この溶液の一部を吸収セルに移し、水を対照として波長535 nmの吸光度を測定し、別に作成した検量線からヒ素の定量値(μg)を求める。

(5) 検塩を加えずに同一操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いてヒ素量(μg)を求める。

6.14.1.5　検量線の作成

ヒ素標準溶液(2 μg/mL)の1～5 mLを水素化ヒ素発生用三角フラスコ(300 mL)に段階的に正しくはかりとり、水を加えて約90 mLとし、塩酸30 mLを加え、操作の(2)～(4)を行い、ヒ素量(μg)と吸光度の関係線を作成し、検量線とする。

6.14.1.6　計算と表示

ヒ素は、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{ヒ素(mg/kg)} = \text{ヒ素量(μg)} \times f_{As} / \text{検塩量(g)}$$

6.14.1.7　備考

(1) 試薬類は原子吸光分析用又はヒ素量の少ない物を使用する。

(2) ジエチルジチオカルバミド酸銀溶液は下記のように調製してもよい。

ジエチルジチオカルバミド酸銀0.25 gとブルシン二水和物($C_{23}H_{26}N_2O_4 \cdot H_2O$)0.1 gに、クロロホルム100 mLを加え、よくかき混ぜて溶かす。溶解中にクロロホルムが揮散した時は、クロロホルムを加え100 mLとする。

6.14.2　ヒ素(水素化物発生ICP発光分光分析法)

6.14.2.1　要旨

塩酸で処理した試料溶液中のヒ素を水素化物発生装置で水素化ヒ素とし、これを高周波により形成されたアルゴンの誘導結合プラズマ(ICP)中に噴霧し、ヒ素による波長 193.696 nmの発光を測定してヒ素を定量する。

6.14.2.2　装置及び器具

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置

(2) 水素化物発生装置

(1)の装置に接続可能な連続式の装置を用いる。その一例を図 6 に示す。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

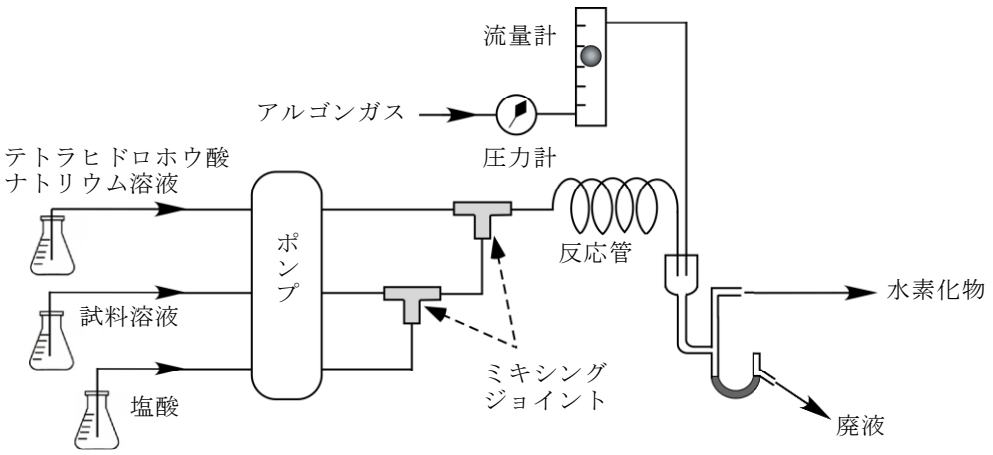


図 6　連続式水素化物発生装置の一例

6.14.2.3　**試薬**

(1) 塩酸(1+1)　　ヒ素分析用(JIS K 8180)を希釈して用いる。

(2) テトラヒドロホウ酸ナトリウム溶液(10 g/L)[1]

テトラヒドロホウ酸ナトリウム($NaBH_4$)5 gを水酸化ナトリウム溶液(0.1 mol/L)に溶かして 500 mLとする。この溶液は使用時に調製する。

(3) ヒ素標準溶液(0.2 μg/mL)

6.14.1.3(2)のヒ素標準溶液(2 μg/mL)10 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

(4) アルゴンガス

6.14.2.4　**操作**

(1) 検塩約10 gを正しくはかりとり、水40 mLと塩酸(1+1)10 mLを加えて溶かし、加熱して10分間煮沸する。

(2) 冷却後、メスフラスコ(100 mL)に移し入れ、標線まで水を加えて検液とする。

(3) 水素化物発生装置と誘導結合プラズマ発光分光分析装置を接続し、テトラヒドロホウ酸ナトリウム溶液(10 g/L)と塩酸[1]をセットし、それぞれの装置に定められた操作に従って稼動させる。

(4) 検液を水素化物発生装置に連続的に導入して水素化ヒ素を発生させてプラズマ中に噴霧し、波長193.696 nmの発光強度を測定し、別に作成した検量線からヒ素の定量値(μg)を求める。

(5) 検塩を加えずに同一操作を行って求めた空試験値を、定量値から差し引いてヒ素量(μg)を求める。

6.14.2.5　**検量線の作成**

(1) ヒ素標準溶液(0.2 μg/mL)の2～20 mLをメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり[2]、塩酸(1+1)10 mLを加え、更に塩化ナトリウム10 gを加える。

(2) 塩化ナトリウムを溶かした後、水を標線まで加え、操作の(3)～(4)を行い、ヒ素含有量(μg)と発光強度比との関係線を作成し、検量線とする。

6.14.2.6　**計算と表示**

ヒ素は、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{ヒ素(mg/kg)} = \text{ヒ素量(μg)} \times f_{As} / \text{検塩量(g)}$$

6.14.2.7　**備考**

(1) 水素化物発生装置によって塩酸及びテトラヒドロホウ酸ナトリウム溶液の濃度は異なるので、使用す

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

る装置に適した濃度で調製する。

(2) 検量線作成における標準溶液の濃度及び採取量は、使用装置におけるヒ素の感度に合わせて調整する。

6.15 臭化物イオン(イオンクロマトグラフ法)

6.15.1 要旨

検塩を水に溶かし、イオンクロマトグラフ法により臭化物イオンを定量する。本法の適用範囲は臭化物イオン250～2,500 mg/kgとする。

6.15.2 装置及び器具

(1) イオンクロマトグラフ

4.6.2.2(1)の装置を用いる。但し、分離カラムは臭化物イオンが分離可能なカラムを用い、検出器は紫外線吸収検出器[1]を用いてもよい。

6.15.3 試薬

(1) 水　4.6.2.3(1)を用いる。

(2) 溶離液[2]　4.6.2.3(2)を用いる。

(3) 再生液　4.6.2.3(3)を用いる。

(4) 臭化物イオン標準原液(1 mg/mL)

臭化ナトリウム(NaBr)約2 gを110 ℃で約2時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、その約1.3 gを正しくはかりとり、水に溶かしてからメスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{Br}は次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{Br}=臭化ナトリウム採取量(g)／1.288$$

(5) 臭化物イオン標準溶液(10 μg/mL)[3]

(4)の標準原液5 mLをメスフラスコ(500 mL)にはかりとり、標線まで水を加える。

6.15.4 操作

(1) 4.1に従い調製した検液の10 mLを正しくはかりとり、メスフラスコ(500 mL)に移し入れ、標線まで水を加えて検液とする。(試料濃度0.04 %)[3]

(2) 定められた操作方法に従って機器を調整した後、検液を注入してクロマトグラムを求め[3],[4]、臭化物イオンに相当するピークの高さ又は面積を読み取る。

(3) 別に作成した検量線から臭化物イオン量(μg)を求める。

6.15.5 検量線の作成

臭化物イオン標準溶液(10 μg/mL)をメスフラスコ(100 mL)に1～10 mLの範囲で段階的に正しくはかりとり[3]、標線まで水を加えて操作の(2)を行い、臭化物イオン量(μg)とピーク高さ又はピーク面積との関係線を作成し[3]、検量線とする。

6.15.6 計算と表示

臭化物イオンは、次式[5]によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$臭化物イオン(mg/kg)＝臭化物イオン量(μg)\times250\times f_{Br}／検塩量(g)$$

6.15.7 備考

(1) 紫外線吸収検出器を用いる場合、波長は210 nm付近を使用する。この検出器を用いることにより、近接する塩化物イオンのピークを避けることができ、臭化物イオン量が微量の場合に適している。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(2) 溶離液は、臭化物イオンが分離可能であるものを用いる。

(3) その他一般的な注意は、4.6.2.7(1)～(8)を参照する。但し、硫酸イオンを臭化物イオンと読みかえる。

(4) 塩化物イオンピークが臭化物イオンピークと重ならないことを、あらかじめ確かめておく。

(5) 6.15.6の計算式は次式を整理したものである。

$$\text{臭化物イオン(mg/kg)} = \frac{\text{臭化物イオン量(μg)} \times \dfrac{1}{1{,}000\times100} \times f_{Br}}{\dfrac{\text{検塩量(g)}}{1{,}000} \times \dfrac{10}{500\times500}}$$

6.16 リン酸イオン(モリブデンブルー吸光光度法)

6.16.1 要旨

検塩を水に溶かし、溶存するリン酸イオンと七モリブデン酸六アンモニウム及びタルトラトアンチモン(Ⅲ)酸カリウムが反応して生成するヘテロポリ化合物をL-アスコルビン酸で還元し、生成したモリブデンブルーの吸光度を測定してリン酸イオンを定量する。本法の適用範囲は、リン酸イオン1～40 mg/kgとする。

6.16.2 装置

(1) 光電分光光度計又は光電光度計

6.16.3 試薬

(1) リン酸イオン標準原液(0.1 mg/mL)

リン酸二水素カリウム(KH_2PO_4)約1 gを110 ℃で約3時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、その約0.14 gを正しくはかりとり、水に溶かしてメスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加え、冷暗所に保存する。この溶液のファクターf_{PO_4}は次式によって小数第4位まで求め、第3位に丸める。

$$f_{PO_4} = \text{リン酸二水素カリウム採取量(g)} / 0.1433$$

(2) リン酸イオン標準溶液(5 μg/mL)

(1)のリン酸イオン標準原液(0.1 mg/mL)10 mLを正しくはかりとり、メスフラスコ(200 mL)に移し入れ、標線まで水を加える。この標準溶液は使用のつど調製する。

(3) L-アスコルビン酸溶液(7.2 %)

L-アスコルビン酸7.2 gを水に溶かして100 mLとし、冷暗所に保存する。この溶液は約１週間使用できる。

(4) 七モリブデン酸六アンモニウム溶液

七モリブデン酸六アンモニウム四水和物[$(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot4H_2O$]6 gとビス[(+)-タルトラト]二アンチモン(Ⅲ)酸二カリウム三水和物(酒石酸アンチモニルカリウム)($C_8H_4K_2O_{12}Sb_2\cdot3H_2O$)0.24 gを水約300 mLに溶かし、硫酸(2+1)120 mLを加えた後、水を加えて全容を500 mLとする。

(5) 七モリブデン酸六アンモニウム-L-アスコルビン酸混合溶液

(4)の七モリブデン酸六アンモニウム溶液と(3)のL-アスコルビン酸溶液(7.2 %)を5:1の体積比で、使用のつど混ぜ合わせる。

6.16.4 操作[(1),(2),(3)]

(1) 検塩2.5 gを正しくはかりとり、約30 mLの水に溶かしメスフラスコ(50 mL)に移し入れ、水を加えて約40 mLとする。

(2) 七モリブデン酸六アンモニウム-L-アスコルビン酸混合溶液3.5 mLを加え、標線まで水を加え、検量線

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

作成時とほぼ同じ温度で15分間放置し、リン酸イオンの検液とする。

(3) この溶液の一部を吸収セルに移し、水を対照として波長880 nm(又は710 nm)の吸光度を測定し、別に作成した検量線からリン酸イオンの定量値(μg)を求める。

(4) 検塩を加えずに水を加えて同一操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いてリン酸イオン量(μg)を求める。

6.16.5 検量線の作成

リン酸イオン標準溶液(5 μg/mL)の1～20 mLをメスフラスコ(50 mL)に段階的に正しくはかりとり、操作の(2)～(3)を行い、リン酸イオン量(μg)と吸光度の関係線を作成し、検量線とする。

6.16.6 計算と表示

リン酸イオンは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{リン酸イオン(mg/kg)} = \text{リン酸イオン量(μg)} \times f_{PO4} / \text{検塩量 (g)}$$

6.16.7 備考

(1) 検塩中にヒ素(V)が含まれている場合は、リン酸イオンと同様に発色し妨害する。しかし、リン酸イオン量に対し約1/25以下のヒ素量であれば、その影響は無視できる。

(2) 検塩中のリン酸イオン量が2 mg/kg以下の場合、以下の操作を行うとよい。

検塩5.0 gを水に溶かして100 mLとし、その50 mLを分液ロート(200 mL)に正しくはかりとり、モリブデン酸アンモニウム-L-アスコルビン酸混合溶液4 mLを加え、15分間放置してモリブデンブルーを発色させる。2,6-ジメチル-4-ヘプタノン[ジイソブチルケトン(DIBK)]10 mLを正しく加え、約1分間激しく振り混ぜ、静置して2層が分離した後、DIBK層を試験管に移し入れ、その一部を吸収セルに移し、DIBKを対照として710 nmの吸光度を測定する。

検量線は、リン酸イオン標準溶液(1 μg/mL)2～10 mLをメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり、塩化ナトリウム5 g加えて溶かした後、水を標線まで加える。各溶液の50 mLを分液ロート(200 mL)に正しくはかりとり、上記と同じ操作を行って検量線を作成する。なお、検量線をリン酸イオン10 μg以上まで作成した場合、二次曲線となる傾向がある。

(3) 検塩を水に溶かした場合は、リン酸カルシウム等の沈殿生成を防ぐために長時間放置しないでなるべく早く分析操作を行う。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

7. 添加物

添加物は、塩の固結防止、成分強化及び調味料添加などの目的で食品添加物として塩に加えられた化合物を示す。本項では、主な添加物の分析方法について示しており、リン酸塩については6.16の方法に準じてリン酸を測定して求めるとよい。

7.1 塩基性炭酸マグネシウム(中和滴定法、キレート滴定法)

7.1.1 要旨

検塩を一定量の塩酸に溶かし、水酸化ナトリウム溶液で滴定して塩基性炭酸マグネシウム[$3MgCO_3 \cdot Mg(OH)_2 \cdot 3H_2O$]量を求める。又、原料塩中のマグネシウム量が0.01 %未満の場合、EDTA溶液で滴定してマグネシウム量を求め、計算によって塩基性炭酸マグネシウム量を求める。本法の適用範囲は塩基性炭酸マグネシウム0.02～1.0 %とする。

7.1.2 装置及び器具

(1) ビュレット

(2) 滴定用フラスコ

三角フラスコ(200 mL)、コニカルビーカー(200 mL)又はビーカー(200 mL)を用いる。

7.1.3 試薬

(1) 炭酸ナトリウム標準溶液(0.05 mol/L)

標準試薬炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)(JIS K 8005)約6 gをあらかじめ500～600 ℃で40～50分間加熱した後デシケーター中で放冷し、その中から約5.30 gを正しくはかりとり、水に溶かしてメスフラスコ(1 L)中に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクター$f_{Na_2CO_3}$は次式によって小数第5位まで算出し、第4位に丸める。

$$f_{Na_2CO_3} = \frac{\text{炭酸ナトリウム採取量(g)}}{5.2994} \times \frac{\text{炭酸ナトリウム純度(\%)}}{100}$$

(2) メチルレッド混合指示薬

メチルレッド0.02 g及びブロムクレゾールグリーン0.1 gをエタノール100 mLに溶かす。

(3) フェノールフタレイン指示薬

フェノールフタレイン0.5 gをエタノール50 mLに溶かし、水を加えて100 mLとし、この溶液の色がわずかに赤色を呈するまで、水酸化ナトリウム溶液(0.02 mol/L)を滴加する。水酸化ナトリウム溶液(0.02 mol/L)は(5)を水で希釈して用いる。

(4) 塩酸標準溶液(0.1 mol/L)

塩酸9.0 mLを水1 Lに加える。この溶液のファクターf_{HCl}は次のようにして求める。炭酸ナトリウム標準溶液(0.05 mol/L)25 mLを滴定用フラスコに正しくはかりとり、メチルレッド混合指示薬2滴を加えて塩酸標準溶液(0.1 mol/L)で滴定し、溶液の色が灰紫色に変じた時滴定を止め、液を加熱煮沸し、冷却した後溶液の色が戻っていたならば更に滴定を続け、灰紫色が変化しなくなった点を終点とする。この溶液のファクターf_{HCl}は次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{HCl} = f_{Na_2CO_3} \times 25.00 / \text{塩酸標準溶液滴定値(mL)}$$

(5) 水酸化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)

水酸化ナトリウム32.5 gに水50 mLを加えて溶かし、ポリエチレン瓶(100 mL)に移し入れ、時々振り混ぜながら約1週間放置した後、上澄液約8 mLをはかりとり、あらかじめ煮沸して冷却した水1 Lに加えて水酸化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)とする。この溶液のファクターf_{NaOH}は次のようにして定める。塩酸標準溶

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

液(0.1 mol/L)5 mLを滴定用フラスコに正しくはかりとり、水を加えて25 mLとし、フェノールフタレイン指示薬2滴を加えて水酸化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)で滴定し(1)、赤色になった点を終点とする。この滴定量から溶液のファクターf_{NaOH}を次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{NaOH}=5\times f_{HCl}/\text{水酸化ナトリウム標準溶液滴定値(mL)}$$

7.1.4 操作(2),(3)

(1) 試料をよく混合してその約10 gを正しくはかりとり、ビーカー(300 mL)に移し入れ、水100 mL及び塩酸標準溶液(0.1 mol/L)を正しく50 mL加え、約2分間煮沸して溶かす。冷却した後、メスフラスコ(250 mL)に移し入れ、標線まで水を加える。

(2) この溶液50 mLを滴定用フラスコに正しくはかりとり、メチルレッド混合指示薬(4)2滴を加えてから水酸化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)で滴定し、灰紫色になった点を終点(8)とする。この時の使用量をB mLとする。

7.1.5 計算と表示(5),(6),(7)

(1) 塩基性炭酸マグネシウムは、次式(8)によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{塩基性炭酸マグネシウム(\%)}=2.28\times(10\times f_{HCl}-B\times f_{NaOH})/\text{検塩量(g)}$$

(2) 許容差

塩基性炭酸マグネシウム(%)	許容差(%)
0.20未満	0.05
0.20～1.00	0.10

7.1.6 備考

(1) 滴定の終点判定では、指示薬の代わりにpH電極を用いた電位差滴定法による終点判定を用いてよい。但し、メチルレッド混合指示薬を用いている場合はpH4.8付近、フェノールフタレイン指示薬を用いている場合はpH8.3付近の変曲点を終点とする。

(2) 原料塩中のマグネシウム量が0.01 %未満の場合、下記の操作を行って塩基性炭酸マグネシウム量(%)を求めてもよい。

(a) 2個の滴定用フラスコに7.1.4(1)の検液50 mLをそれぞれ正しくはかりとり、4.5.1.4に準じて操作する。この時のカルシウムに相当するEDTA標準溶液(0.01 mol/L)使用量をC mLとし、マグネシウムとカルシウムの合量に相当するEDTA標準溶液(0.01 mol/L)使用量をD mLとする。

(b) 次式によって小数第3位まで算出し、第2位に丸めて塩基性炭酸マグネシウム量(%)を求める。

$$\text{塩基性炭酸マグネシウム(\%)}=\frac{F_{Mg}\times(D-C)\times 0.5}{\text{検塩量(g)}}\times 3.758=F_{Mg}\times(D-C)\times 1.879/\text{検塩量(g)}$$

この式中の係数は次式を整理したものである。

$$3.758=\frac{\frac{1}{4}\times 3MgCO_3\cdot Mg(OH)_2\cdot 3H_2O\text{の式量(g)}}{\text{Mgの原子量(g)}}=\frac{91.327}{24.305}$$

(3) 炭酸カルシウムが混在する場合、備考(2)により添加量を求めることができる。但し、原料塩中のマグネシウム量が0.01 %未満の場合に限る。

(4) 塩基性炭酸マグネシウムとリン酸水素二ナトリウムが合わせて添加されている場合は、操作(2)の水酸化ナトリウム溶液による滴定に用いる指示薬にフェノールフタレイン指示薬を用いる。この場合の終点のpHは8～9付近となる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(5) 検塩の原料塩の塩基度が塩基性炭酸マグネシウムとして0.0023 %以下のものに適用する。塩基性炭酸マグネシウム添加前の検塩が得られる場合はその20 gをはかりとり、ビーカー(300 mL)に移し入れ、水100 mLを加え、フェノールフタレイン指示薬1滴及び塩酸標準溶液(0.1 mol/L)0.1 mLを正しく加えて約2分間煮沸し、冷却した時アルカリ性を呈しないものとする。もしアルカリ性を呈した場合には、その液に塩酸標準溶液(0.1 mol/L)5 mLを正しく追加し、更に2分間煮沸してから冷却し、水酸化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)で滴定し、赤色になった点を終点とする。この時の使用量をB_1 mLとする。検塩の塩基度に相当する塩基性炭酸マグネシウム補正値を次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸めて7.1.5(1)の測定値から差し引き、添加した塩基性炭酸マグネシウム量(%)を求める。

$$\text{塩基性炭酸マグネシウム補正値(\%)} = \frac{0.00457\times(5.1\times f_{HCl} - B_1\times f_{NaOH})}{20}\times 100$$

$$= 0.0228\times(5.1\times f_{HCl} - B_1\times f_{NaOH})$$

(6) 塩基性炭酸マグネシウムを添加物として含む塩の主成分(カルシウム、マグネシウム、硫酸イオン及びカリウム)の分析は、7.1.4(1)で調製した検液について行う。分析結果は、以下のように添加物に相当するマグネシウム量を求めて分析結果から差し引き、4.8.4(2)に従って成分結合の計算を行い塩化ナトリウムを求める。

(a) 塩基性炭酸マグネシウム中のマグネシウム[Mg($MgCO_3$)]は次式により小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$Mg(MgCO_3)(\%) = 3MgCO_3\cdot Mg(OH)_2\cdot 3H_2O\times 0.2661$$

式中の係数はMgの$3MgCO_3\cdot Mg(OH)_2\cdot 3H_2O$に対する当量である。

$$0.2661 = \frac{Mg(24.305)}{\frac{1}{4}\times 3MgCO_3\cdot Mg(OH)_2\cdot 3H_2O(91.327)}$$

(b) 4.8.4(2)よる成分結合の計算を行う時の α の値は、4.8.2(1)の計算式中のMg(%)の代わりに[Mg－Mg($MgCO_3$)]%を用いて求める。

(c) 塩化ナトリウムは4.8.4(2)(c)の計算式中のMg(%)の代わりに[Mg－Mg($MgCO_3$)](%)を用いて計算する。

(7) 塩基性炭酸マグネシウムの組成が$3MgCO_3\cdot Mg(OH)_2\cdot 3H_2O$でない場合は、組成に合わせた係数を用いて添加量を求める。

$4MgCO_3\cdot Mg(OH)_2\cdot 4H_2O$の場合の式を以下に示す。

(a) 7.1.5(1)式

$$\text{塩基性炭酸マグネシウム(\%)} = \frac{2.34\times(10\times f_{HCl} - \mathrm{B}\times f_{NaOH})}{\text{検塩量(g)}}$$

(b) 7.1.6(2)(b)式

塩基性炭酸マグネシウム(%)

$$= \frac{F_{Mg}\times(D - C)\times 0.5}{\text{検塩量(g)}}\times\frac{\frac{1}{5}\times 4MgCO_3\cdot Mg(OH)_2\cdot 4H_2O(93.5275)}{Mg(24.305)}$$

$$= F_{Mg}\times(D - C)\times 1.924 / \text{検塩量(g)}$$

(c) 7.1.6(5)式

$$\text{塩基性炭酸マグネシウム補正値(\%)} = 0.0234\times(5.1\times f_{HCl} - B_1\times f_{NaOH})$$

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(d) 7.1.6(6)(a)式

$$Mg(MgCO_3)(\%) = 4MgCO_3 \cdot Mg(OH)_2 \cdot 4H_2O \times 0.2599$$

式中の係数は、Mgの$4MgCO_3 \cdot Mg(OH)_2 \cdot 4H_2O$に対する当量である。

$$0.2599 = \frac{Mg(24.305)}{\frac{1}{5} \times 4MgCO_3 \cdot Mg(OH)_2 \cdot 4H_2O(93.5275)}$$

(8) 7.1.5(1)の計算式は下式を整理したものである。

$$\text{塩基性炭酸マグネシウム}(\%) = \frac{0.00457 \times (50 \times \frac{50}{250} \times f_{HCl} - B \times f_{NaOH})}{\text{検塩量(g)} \times \frac{50}{250}} \times 100$$

7.2 炭酸カルシウム(中和滴定法、キレート滴定法)

7.2.1 要旨

検塩を一定量の塩酸に溶かし、水酸化ナトリウム溶液で滴定して炭酸カルシウム相当量を求める。なお、原料塩中のカルシウム量が0.01 %未満の場合は、キレート滴定法により求める。本法の適用範囲は炭酸カルシウム0.01～1.0 %とする。

7.2.2 装置及び器具

(1) ビュレット

(2) 滴定用フラスコ

三角フラスコ(200 mL)、コニカルビーカー(200 mL)又はビーカー(200 mL)を用いる。

7.2.3 試薬

(1) 炭酸ナトリウム標準溶液(0.05 mol/L) 7.1.3(1)を用いる。

(2) メチルレッド混合指示薬 7.1.3(2)を用いる。

(3) 塩酸標準溶液(0.1 mol/L) 7.1.3(4)を用いる。

(4) 水酸化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L) 7.1.3(5)を用いる。

7.2.4 操作[(1),(2)]

(1) 試料をよく混合してその約20 gを正しくはかりとり、ビーカー(300 mL)に移し入れ、水100 mL及び塩酸標準溶液(0.1 mol/L)を正しく20 mL加え、約2分間煮沸して溶かす。冷却した後、メスフラスコ(250 mL)に移し入れ、標線まで水を加える。

(2) この溶液50 mLを滴定用フラスコに正しくはかりとり、メチルレッド混合指示薬2滴を加えてから水酸化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)で滴定し、灰紫色になった点を終点とする[(3)]。この時の使用量をB mLとする。

7.2.5 計算と表示[(1),(2),(4),(5)]

(1) 炭酸カルシウムは、次式[(6)]によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{炭酸カルシウム}(\%) = 2.50 \times (4 \times f_{HCl} - B \times f_{NaOH}) / \text{検塩量(g)}$$

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(2) 許容差

炭酸カルシウム(%)	許容差(%)
0.20未満	0.05
0.20～1.00	0.10

7.2.6 備考

(1) 原料塩中のカルシウム量が0.01 %未満の場合、下記の操作を行って炭酸カルシウム量(%)を求めてもよい。

(a) 滴定用フラスコに7.1.4(1)の検液50 mLを正しくはかりとり、4.5.1.4(2)～(4)に準じて操作する。この時のEDTA標準溶液(0.01 mol/L)使用量をC mLとする。

(b) 次式によって小数第3位まで算出し、第2位に丸めて炭酸カルシウム量(%)を求める。

$$\text{炭酸カルシウム(\%)} = \frac{F_{Ca} \times C \times 0.5}{\text{検塩量(g)}} \times 2.497 = F_{Ca} \times C \times 1.249 / \text{検塩量(g)}$$

この式中の係数は次式を整理したものである。

$$2.497 = CaCO_3(100.09) / Ca(40.08)$$

(2) 塩基性炭酸マグネシウムと混在している場合、原料塩中のカルシウム量が0.01 %未満であれば備考(1)の方法によって求めることができる。

(3) 滴定の終点判定では、指示薬の代わりにpH電極を用いた電位差滴定法による終点判定を用いてよい。但し、メチルレッド混合指示薬を用いている場合はpH4.8付近、フェノールフタレイン指示薬を用いている場合はpH8.3付近の変曲点を終点とする。

(4) 検塩の原料塩の塩基度が炭酸カルシウムとして0.0025 %以下のものに適用する。炭酸カルシウム添加前の検塩が得られる場合はその20 gをはかりとり、ビーカー(300 mL)に移し入れ、水100 mLを加え、メチルレッド混合指示薬2滴及び塩酸標準溶液(0.1 mol/L)0.1 mLを正しく加えて約2分間煮沸し、冷却した時アルカリ性を呈しないものとする。もしアルカリ性を呈した場合には、その液に塩酸標準溶液(0.1 mol/L)5 mLを正しく追加し、更に2分間煮沸してから冷却し、水酸化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)で滴定し、赤色になった点を終点とする。この時の使用量をB_1 mLとする。検塩の塩基度に相当する炭酸カルシウム補正値を次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸めて7.2.5(1)の測定値から差し引き、添加した炭酸カルシウム(%)を求める。

$$\text{炭酸カルシウム補正値(\%)} = \frac{0.00500 \times (5.1 \times f_{HCl} - B_1 \times f_{NaOH})}{20} \times 100$$

$$= 0.025 \times (5.1 \times f_{HCl} - B_1 \times f_{NaOH})$$

(5) 炭酸カルシウムを添加物として含む塩の主成分(カルシウム、マグネシウム、硫酸イオン及びカリウム)の分析は、7.2.4(1)で調製した検液について行う。分析結果は、以下のように添加物に相当するカルシウム量を求めて分析結果から差し引き、4.8.4(2)に従って成分の結合計算を行い、塩化ナトリウムを求める。

(a) 炭酸カルシウム中のカルシウム[Ca($CaCO_3$)]は次式により小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$Ca(CaCO_3)(\%) = CaCO_3 \times 0.4004$$

式中の係数は$CaCO_3$に対する当量である。　　$0.4004 = Ca(40.08) / CaCO_3(100.09)$

(b) 4.8.4(2)による成分結合の計算を行う時のaの値は、4.8.2(1)の計算式中のCa(%)の代わりに[Ca($CaCO_3$)] %を用いて求める。

(c) 塩化ナトリウムは4.8.4(2)(c)の計算式中のCa(%)の代わりに[Ca－Ca($CaCO_3$)](%)を用いて計算する。

(6) 7.2.5(1)の計算式は下式を整理したものである。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

$$炭酸カルシウム(\%)=\frac{0.0050\times\left(20\times\frac{50}{250}\times f_{HCl}-B\times f_{NaOH}\right)}{検塩量(g)\times\frac{50}{250}}\times 100$$

7.3 クエン酸、リンゴ酸及び乳酸(HPLC法)

7.3.1 要旨

検塩を水に溶かし、高速液体クロマトグラフ法によりクエン酸、リンゴ酸及び乳酸を定量する。本法の適用範囲はクエン酸、リンゴ酸、乳酸それぞれ0.01～0.10 %とする。

7.3.2 装置

(1) 高速液体クロマトグラフ

次の(a)～(d)の条件を満たすもので、クエン酸、リンゴ酸及び乳酸を検出できるもの。装置の構成は図7に示したように、溶離液槽、ポンプ、試料導入部、分離カラム、検出器及び記録計とからなる。

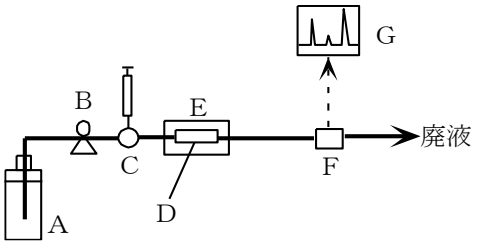


図7 高速液体クロマトグラフ構成例
A：溶離液槽　E：恒温槽
B：ポンプ　F：検出器
C：試料導入器　G：記録計
D：分離カラム

(a) 分離カラム(1)

内径4.5～6 mm、長さ150～250 mmの逆相クロマトグラフィー用(ODS)カラムを用いる。

(c) 検出器

紫外線吸収検出器を用いる。

(d) 試料導入器

20～100 μLのサンプルループ付きインジェクションバルブを用いる。

7.3.3 試薬

(1) 水

蒸留水又はそれ以上の純度の水を用いる。

(2) 移動相(2),(3)

リン酸二水素カリウム(KH_2PO_4)1.36 gを水に溶かして1 Lとし、リン酸を加えてpHを2～2.5の範囲内に調整して用いる。

(3) クエン酸標準原液(1 mg/mL)

クエン酸一水和物[$HOOCC(OH)(CH_2\cdot COOH)_2\cdot H_2O$]約0.5 gを正しくはかりとり、水に溶かしてメスフラスコ(500 mL)に移し入れ、水を標線まで加える。この溶液のファクターf_Cは次式によって小数第4位まで求め、第3位に丸める。

$$f_C=クエン酸採取量(g)／0.500$$

(4) リンゴ酸標準原液(1 mg/mL)

DL-リンゴ酸($HOOC\cdot CHOH\cdot CH_2\cdot COOH$)約0.5 gを正しくはかりとり、水に溶かしてメスフラスコ(500 mL)に移し入れ、水を標線まで加える。この溶液のファクターf_Mは次式によって小数第4位まで求め、第3位に丸める。

$$f_M=リンゴ酸採取量(g)／0.500$$

(5) 乳酸標準原液(1 mg/mL)

DL-乳酸カルシウム五水和物[$(CH_3CH(OH)COO)_2Ca\cdot 5H_2O$]約0.58 gを正しくはかりとり、水に溶かし

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

てメスフラスコ(500 mL)に移し入れ、水を標線まで加える。この溶液のファクターf_Lは次式によって小数第4位まで求め、第3位に丸める。

f_L＝乳酸カルシウム採取量(g)／0.575

(6) クエン酸、リンゴ酸及び乳酸標準溶液(0.1 mg/mL)

(3), (4)及び(5)の標準原液10 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

7.3.4 操作

(1) 4.1に従い検液を調製する。(試料濃度2 %)[4),5)]

(2) 定められた操作方法に従って機器を調整した後[2)]、検液を注入して[6)]波長210 nmの吸光度のクロマトグラムを求め、目的成分に相当するピークの高さ又は面積を読み取る。

(3) 別に作成した検量線から目的成分量(mg)を求める。

7.3.5 検量線の作成

7.3.3(5)の目的成分の標準溶液(0.1 mg/mL)2～20 mLを段階的にそれぞれメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり[7),8)]、標線まで水を加えて操作の(2)を行い、目的成分量(mg)とピーク高さ又はピーク面積との関係線を作成し[9)]、検量線とする。

7.3.6 計算と表示

(1) クエン酸、リンゴ酸及び乳酸は、次式[10)]によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

クエン酸、リンゴ酸又は乳酸(%)＝目的成分量(mg)×0.5×f／検塩量(g)

f: 各成分の標準原液のファクター

(2) 許容差

クエン酸、リンゴ酸及び乳酸(%)	許容差(%)
0.01～0.10	0.01

7.3.7 備考

(1) 備考(2)の操作を行っても不純物ピークとクエン酸の分離が悪い場合は、カラム長を長くするとよい。

(2) DL-リンゴ酸には溶離時間がクエン酸と近い不純物(マレイン酸及びフマル酸)が含まれているので、あらかじめこれらの不純物ピークとクエン酸のピークが重ならないように移動相のpH(低い方が分離は良好)を調整するか、カラム温度(低い方が分離は良好)を設定する。

(3) 7.3.3(2)は代表的な移動相の組成であり、分離カラム及び装置に適合した種類、濃度を使用する。

(4) 目的成分が少ない場合、又、機器の感度が不足する場合、試料濃度を高くしてもよい。但し、ピークの分離が良好であることを確認する。

(5) 検液中に不溶解分が含まれるとカラムの劣化を早めるので、水で洗浄したガラス繊維ろ紙[4.3.2(2)]又は孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過してから用いる。

(6) クロマトグラムを測定した後、蒸留水を注入し、直前に注入した試料成分がカラム中に残っていないことを確かめる。この操作は標準溶液、検液の注入ごとに行う必要はないが、適当な間隔で行うことが望ましい。

(7) 検量線作成における標準溶液の濃度及び採取量は、使用装置における目的成分の感度及び推定濃度に合わせて調製する。

(8) 2成分同時に定量する時は、標準溶液の混合溶液を用いる。

(9) クロマトグラフ用のデータ処理装置を用いてもよい。

(10) 7.3.6(1)の計算式は次式を整理したものである。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

$$\text{クエン酸、リンゴ酸又は乳酸(\%)} = \frac{\text{目的成分量(mg)} \times \dfrac{1}{1{,}000 \times 100}}{\text{検塩量(g)} \times \dfrac{1}{500}} \times 100 \times f$$

7.4 グルタミン酸ナトリウム（銅錯体吸光光度法）

7.4.1 要旨

検塩を水に溶かし、塩化銅(Ⅱ)溶液を加えて生成した青色錯体の吸光度を測定して定量する。本法の適用範囲はグルタミン酸ナトリウムとして0.2～2.5 %[(1)]とする。但し、グルタミン酸ナトリウムが添加されていることが明らかである塩[(2)]に適用する。

7.4.2 装置

(1) 光電分光光度計又は光電光度計

(2) 吸収セル　　光路長10 mmのガラス製又は石英製のものを用いる。

7.4.3 試薬

(1) グルタミン酸ナトリウム標準溶液(1 g/100 mL)

グルタミン酸ナトリウム一水和物[$(COONa)CH_2CH_2CH(COOH)NH_2 \cdot H_2O$]約1.0 gを正しくはかりとり、水で溶かしてメスフラスコ(100 mL)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{Glu}は次式によって小数第3位まで求め、第2位に丸める。

$$f_{Glu} = \text{グルタミン酸ナトリウム一水和物採取量(g)} / 1.000$$

(2) 塩化銅(Ⅱ)溶液

塩化銅(Ⅱ)二水和物($CuCl_2 \cdot 2H_2O$)2.72gを水に溶かして100 mLとする。

(3) 緩衝溶液

リン酸水素二ナトリウム無水和物(Na_2HPO_4)6.45 g、水酸化ナトリウム0.72 g、塩酸0.83 mL及び四ホウ酸ナトリウム5.72 gを水に溶かして200 mLとする。

(4) 塩化ナトリウム(NaCl)

7.4.4 操作

(1) 検塩10 g[(1),(3)]をビーカー(100 mL)に正しくはかりとり、水を加えて溶かし、メスフラスコ(100 mL)に移し入れ、標線まで水を加える。

(2) この検液10 mLを正しくはかりとり、試験管に移し入れ、塩化銅(Ⅱ)溶液1 mLを正しく加えて混合した後、さらに緩衝溶液3 mLを正しく加えて混合し、10分間静置する。

(3) ろ紙(5種C)でろ過し、ろ液の一部を吸収セルに移し、水を対照として吸光度を630 nmの波長で測定し、別に作成した検量線からグルタミン酸ナトリウム量(mg)を求める。

7.4.5 検量線の作成

塩化ナトリウム10 gをメスフラスコ(100 mL)5本にそれぞれはかりとり、水40 mLを加えて溶かす。グルタミン酸ナトリウム標準溶液(1 g/100 mL)を0, 5, 10, 15, 20, 25 mL(0, 0.05, 0.10, 0.15, 0.20, 0.25 g) それぞれのメスフラスコに加えた後、標線まで水を加える。それぞれの溶液を試験管5本に10 mLを正しくはかりとり、操作(2)～(3)に従って操作し、吸光度とグルタミン酸ナトリウム量(g)との関係線を作成し、検量線とする。なお、検量線の作成は、試料溶液測定時に行う。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

7.4.6 計算と表示

(1) グルタミン酸ナトリウムは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

グルタミン酸ナトリウム(%)＝グルタミン酸ナトリウム量(g)×100×f_{Glu}／検塩量(g)

(2) 許容差

グルタミン酸ナトリウム(%)	許容差(%)
0.2～2.5	0.10

7.4.7 備考

(1) グルタミン酸ナトリウムの添加量が多い場合、検塩10 gを水に溶かして500 mLとし、これに合わせて検量線作成時に添加する塩化ナトリウム量を2 gに減らして操作するとよい。この場合、適用範囲上限は、12.5 %となる。

(2) 本法ではグルタミン酸以外のアミノ酸も反応して発色するので、グルタミン酸以外のアミノ酸もグルタミン酸として測定される。他のアミノ酸が共存する場合は高速液体クロマトグラフ法により測定する必要がある。クエン酸のように銅と錯体を形成するような添加物が共存する塩には適用できないので、このような場合も高速液体クロマトグラフ法を用いる。

(3) 検塩に炭酸塩(塩基性炭酸マグネシウム、炭酸カルシウムなど)が含まれる塩は、希塩酸を加えて溶かして中和すれば測定できる。

7.5 ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸塩(フェロシアン化物)(プルシアンブルー吸光光度法)

7.5.1 要旨

検塩を水に溶かし、硫酸鉄(Ⅱ)溶液を加えて生成したヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸鉄(Ⅲ)の吸光度を測定して定量する[1]。本法の適用範囲はヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸イオンとして1.0～10 mg/kgとする。

7.5.2 装置

(1) 光電分光光度計又は光電光度計

(2) 吸収セル　　光路長50 mmのガラス製又は石英製のものを用いる。

7.5.3 試薬

(1) ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸イオン標準原液(1 mg/mL)

ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム三水和物[$K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$]約1.0 gを正しくはかりとり、水で溶かしてメスフラスコ(500 mL)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液は褐色瓶に入れ冷暗所に保存する。この溶液のファクター$f_{Fe(CN)6}$は次式によって小数第3位まで求め、第2位に丸める。

$f_{Fe(CN)6}$＝ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム三水和物採取量(g)／0.996

(2) ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸イオン標準溶液(50 μg/mL)

(1)の標準原液(1 mg/mL)5 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

(3) 硫酸鉄(Ⅱ)溶液

硫酸鉄(Ⅱ)七水和物($FeSO_4 \cdot 7H_2O$)3 gを水80 mLに溶かし、硫酸1 mLを加えてから水を加えて100 mLにし、ろ紙(5種C)でろ過してから使用する。この溶液は使用のつど調製する。

(4) 塩化ナトリウム(NaCl)

7.5.4 操作

(1) 検塩20 gをビーカー(100 mL)に正しくはかりとり、水80 mLを加えて溶かす。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(2) ろ紙(5種C)を用いてろ過し[2]、ろ液をメスフラスコ(100 mL)に受ける。ろ紙を少量の水(10 mL以下)で洗浄し、洗液も同じメスフラスコ(100 mL)に受ける。

(3) これに硫酸鉄(Ⅱ)溶液5 mLを加えてから標線まで水を加え、よく振り混ぜてから30分間放置し、その溶液の一部を吸収セル(50 mm)に移し、水を対照として吸光度を波長720 nmで測定し、別に作成した検量線からヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸イオン量(μg)を求める。

7.5.5 検量線の作成

塩化ナトリウム10 gをメスフラスコ(50 mL)5本にそれぞれはかりとり、水40 mLを加えて溶かす。ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸イオン標準溶液(50 μg/mL)を0, 200, 600, 1,000, 2,000 μL(0, 10, 30, 50, 100 μg) それぞれのメスフラスコに加えた後、硫酸鉄(Ⅱ)溶液2.5 mLを加えてから水を標線まで加え、よく振り混ぜてから30分間放置する。操作の(3)を行い、吸光度とヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸イオン量(μg)との関係線を作成し、検量線とする。なお、検量線の作成は、試料溶液測定時に行う。

7.5.6 計算[3]と表示

ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸イオンは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸イオン(mg/kg)＝ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸イオン量(μg)×2×$f_{Fe(CN)_6}$／検塩量(g)

7.5.7 備考

(1) ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸塩を定性試験として検出する場合、7.5.4(1)～(3)に準じて発色操作を行った後、メンブランフィルター(孔径0.45 μm)を用いて吸引ろ過を行い、フィルターの着色を確認する。青く着色した場合、陽性とする。

(2) 不溶解分が認められない場合、ろ過操作を省略してもよい。

(3) カリウム塩及びナトリウム塩で報告する場合は、以下の計算を行い報告する。

ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム[$K_4Fe(CN)_6$](mg/kg)＝ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸イオン(mg/kg)×1.74

ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸ナトリウム[$Na_4Fe(CN)_6$](mg/kg)＝ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸イオン(mg/kg)×1.43

7.6 カリウム(重量法)

7.6.1 要旨

検液を弱酸性とし、これにテトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液を加えて沈殿をつくり、ろ過して乾燥し、その重量をはかってカリウムを定量する。本法の適用範囲はカリウム1.0～5.0 %とする。

7.6.2 装置及び器具

(1) ガラスろ過器(1G4)[1]

(2) アスピレータ

(3) 電気定温乾燥器

7.6.3 試薬

(1) テトラフェニルホウ酸ナトリウム(TPB)溶液(2 %)[2],[3]

TPB[$NaB(C_6H_5)_4$]2 gを水に溶かして100 mLとし、褐色瓶に保存する。

(2) 酢酸(1+100)

(3) 洗浄液

(1)の溶液5 mLを水で100 mLに希釈し、褐色瓶に保存する。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

7.6.4 操作

(1) 4.1に従って調製した検液5 mL[4]をビーカー(100 mL)に正しくはかりとり、水を加えて50 mLとし、酢酸(1+100)2 mLを加えて約50 ℃に加温する。

(2) 溶液をかき混ぜながらTPB溶液(2 %)15 mLを滴加し、直ちに水で冷却し、約20分間放置する。

(3) あらかじめ110±2 ℃で恒量としたガラスろ過器で吸引ろ過し、毎回3 mLの洗浄液で4回、次に冷水3 mLで洗う。

(4) これを110±2 ℃に調節してある電気定温乾燥器に入れ、40分間乾燥し、デシケーター中で室温まで放冷した後、その質量を正しくはかる。

7.6.5 計算と表示

(1) カリウムは、次式[5]によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

カリウム(%)＝沈殿の重量(g)×1,091／検塩量(g)

(2) 許容差

カリウム(%)	許容差(%)
1.0～5.0	0.10

7.6.6 備考

(1) 使用後のガラスろ過器は弱く吸引しながらアセトンを加えて沈殿を溶かし、水でよく洗った後乾燥しておく。

(2) TPBを水に溶かして濁りを生じた場合には、ろ過してから用いる。

(3) TPB溶液(2 %)は調製後1ヶ月以上経過したら新しく調製するとよい。

(4) カリウム量が5 %以上の場合、検液採取量を減らして操作する。カリウム量が少ない場合は検液採取量を増やすとよい。但し、検液採取量は50 mL以下とする。

(5) 7.6.5(1)の計算式は次式を整理したものである。

$$\text{カリウム(\%)} = \frac{\text{沈殿の重量(g)} \times 0.1091}{\text{検塩量(g)} \times \dfrac{5}{500}} \times 100$$

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

8. 参考法

8.1 加熱減量(600 ℃加熱法)

8.1.1 要旨

検塩を600 ℃で加熱した時の減量を、塩化マグネシウムの分解量で補正した値を加熱減量とする。本法は検塩に結晶内液泡、結晶水含有塩類などが多いと予想される場合に適用する(1)。

8.1.2 装置及び器具

(1) 電気炉　　炉内の温度を600±20 ℃に調節できるもの。

(2) 電気定温乾燥器　　4.2.2(1)の装置を用いる。

(3) るつぼ

口径50 mm、高さ31 mm程度で、外ぶた付きの磁製るつぼに、直径約35 mmの磁製中ぶたを付属させたもの。

8.1.3 操作

(1) あらかじめ約600 ℃で恒量(2),(3)としたふた付きるつぼに調製直後の検塩約5 gをとり、中ぶた及び外ぶたをして全質量を正しくはかる。

(2) 次に外ぶたをずらせ、あらかじめ約140 ℃に調整した電気定温乾燥器に入れ、検塩を約90分間乾燥する。

(3) 次に、中ぶたを検塩の上に載せ(4)、更に外ぶたをした後あらかじめ600 ℃に調整した電気炉中に入れ、120分間加熱する。

(4) デシケーター中で室温まで放冷した後、その質量を正しくはかる。

8.1.4 計算と表示

(1) あらかじめ塩化マグネシウム相当量(%)を下記によって求める。

4.5及び4.6によって求めた各々の分析結果(%)から次式によって計算し、小数第3位に丸める。もし、(b)で計算した塩化マグネシウム相当量がゼロ又は負である時は、塩化マグネシウムは存在しないとみなしてその値をゼロとする。

(a) $Ca(\%)-SO_4(\%)\times 0.417 \geqq 0$の場合

塩化マグネシウム相当量(%)＝Mg(%)×3.92

(b) $Ca(\%)-SO_4(\%)\times 0.417 < 0$の場合

塩化マグネシウム相当量(%)＝$Ca(\%)\times 2.38+Mg(\%)\times 3.92-SO_4(\%)\times 0.99$

(2) 加熱減量は、次式(5)によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{加熱減量}(\%)=\frac{\text{加熱前後の質量差(g)}}{\text{検塩量(g)}}\times 100-\text{塩化マグネシウム相当量}(\%)\times\beta$$

ここでβは塩化マグネシウム補正係数　　塩化マグネシウム相当量が0～0.20%の時　β = 0.40

≧0.20%の時　β = 0.52

(3) 許容差

加熱減量(%)	許容差(%)
1.00未満	0.10
1.00～5.00	0.20
5.00　以上	0.35

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

8.1.5 備考

(1) 本法は、検塩中の水分量を近似する方法であり、検塩に加熱により分解する添加物(主に有機物)などが含まれる場合、加熱減量として測定されるので適用しない。

(2) 磁製るつぼを恒量とする時は次のように行う。

まず、ふたと共にビーカーに入れ、塩酸(1+4)に浸して加熱し、付着する可溶性成分を除き、水で洗った後乾燥し、600 ℃以上の温度で約3時間空焼きを行い、デシケーター中で放冷してからその質量をはかる。再び600 ℃で約30分間空焼きし、デシケーター中で放冷してからその質量をはかり、恒量(±1 mg以内)となっているかを確かめる。もし恒量となっていない時は、更に上記の操作を繰り返す。

(3) るつぼは電気炉の床面に直接触れないように、必ず素焼板、三角架などを使用し、なるべく中心部に置く。

(4) 結晶内水分の多い試料は、加熱した時に破裂し、試料の飛散による誤差を生じやすいので8.1.3(3)の操作を確実に行うように注意する。

(5) 8.1.4(2)の計算式中の塩化マグネシウム相当量(%)に対する係数(0.40, 0.52)は、多数の試料の加熱減量を本方法で測定し、塩化マグネシウム水和物の酸化マグネシウムへの分解率から求めたものである。

8.2 塩化物イオン(硝酸銀滴定法：電位差滴定法)

8.2.1 要旨

検液を弱酸性~中性にし、電位差滴定装置を用いて、硝酸銀標準溶液で滴定し、電位差を測定して塩化物イオンを定量する。

8.2.2 装置及び器具

(1) 電位差滴定装置

次の(a)～(d)の部品で構成された装置を用いる[1]。

(a) ビュレット

容量20 mL以上のもの

(b)電極

指示電極に銀電極、参照電極に銀-塩化銀電極を用い、参照電極の塩橋に硝酸カリウムを用いたもの[2]

(c) 電位差計

(d) マグネチックスターラー

(2) 滴定用ビーカー

ビーカー(200 mL)を用いる。

8.2.3 試薬

(1) 塩化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)[3]

あらかじめ600 ℃で加熱して恒量とした白金るつぼに標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)約5.9 gを入れて600 ℃で1時間加熱し、デシケーター中で30～60分間放冷した後、質量を測定する。白金るつぼ中の全量を水に溶かし、メスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液の係数f_{NaCl}は次式によって小数第5位まで算出し、第4位に丸める。

$$f_{NaCl}=\frac{\text{塩化ナトリウム採取量(g)}}{5.8443}\times\frac{\text{塩化ナトリウム純度(\%)}}{100.00}$$

この溶液は密栓して保存し、調製から1ヶ月経過したら再調製する。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(2) 硝酸銀標準溶液(0.1 mol/L)[4]

硝酸銀($AgNO_3$)17 gを水1 Lに溶かし、褐色瓶に入れ保存する。この溶液1 mL塩化物イオン相当量F_{Cl}(mg)は次のようにして定める。塩化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)25 mLを滴定用ビーカーに正しくはかりとり、水で約80 mLとする。これに指示電極を浸し、かき混ぜながら硝酸銀標準溶液(0.1 mol/L)でゆっくりと滴定し、電位差の変化率が最大となる点を終点とする。この時の滴定量をa mLとする。F_{Cl} (mg)は次式によって小数第5位まで算出し、第4位に丸める。

$$F_{Cl}\ (\mathrm{mg}) = 3.5453 \times f_{NaCl} \times 25.00 / a$$

8.2.4 操作

(1) 4.1に従い調製した検液[5]10 mLを正しくはかりとり、滴定用ビーカーに移し入れ、水で約80 mLとする。

(2) これに指示電極を浸し、溶液が飛び散らない程度にかき混ぜながら硝酸銀標準溶液(0.1 mol/L)でゆっくりと滴定し、電位差の変化率が最大となる点を終点とする。この時の滴定量をA mLとする。

8.2.5 計算と表示[6]

(1) 塩化物イオンは次式[7]によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{塩化物イオン(\%)} = F_{Cl} \times A \times 5 / \text{検塩量(g)}$$

(2) 許容差

塩化物イオン(%)	許容差(%)
25.00以上	0.15

8.2.6 備考

(1) 自動滴定装置を用いることができる。

(2) あらかじめ次のように電極の性能を確認するとよい。標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)を600 ℃で1時間加熱し、デシケーター中で放冷した後、その0.2 gを200 mLビーカーに正しくはかり取る。水80 mLを加えて溶解し、ファクターが付与された硝酸銀標準溶液(0.1 mol/L)で滴定し、塩化物イオン(%)を求める。これを繰り返し5回以上実施し、その平均値が認証範囲に入っていることを確認する。

また、参照電極および指示電極は複合型を用いることができる。なお、性能が確認できた場合は、仕様が異なる電極を用いてもよい。

(3) 塩化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)は以下の方法で調製してもよい。

標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)約5.9 gを磁製るつぼにはかりとり、600 ℃で1時間加熱した後30～60分間デシケーター中で放冷し、全量をはかり瓶に移し入れ塩化ナトリウムの質量を正しくはかる。これを水で溶かしてメスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。

(4) 硝酸銀標準溶液(0.1 mol/L)は測定前に必ず標定する。

(5) 検液がアルカリ性の時は、硝酸(0.1 mol/L)を加え、弱酸~中性にしてから滴定する。

(6) この方法では、臭化物イオン及びヨウ化物イオンは、塩化物イオンの当量として定量される。臭化物イオン及びヨウ化物イオンを定量し補正を行う必要がある場合は、次式によって硝酸銀標準溶液(0.1 mol/L)相当量を求め、塩化物イオン(%)の計算時に滴定量Aから差し引く。この時、相当量は小数第3位まで算出し、第2位に丸める。

$$\text{臭化物イオン量相当の滴定量(mL)} = \frac{\text{臭化物イオン(\%)} \times \text{検塩量(g)}}{5 \times F_{Cl} \times 2.2538}$$

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

$$\text{ヨウ化物イオン量相当の滴定量(mL)} = \frac{\text{ヨウ化物イオン(\%)} \times \text{検塩量(g)}}{5 \times F_{Cl} \times 3.5795}$$

また、リン酸イオンや硫化物イオンを含む場合、銀化合物を生成し、誤差を生じることがある。なお、ヨウ化物イオンや硫化物イオンを多く含む試料の場合、銀電極にヨウ化銀や硫化銀が強固に付着し、電位を正確に読み取れない恐れがある。

(7) 8.2.5(1)の計算式は次式を整理したものである。

$$\text{塩化物イオン(\%)} = \frac{\dfrac{F_{Cl} \times A \times 100}{1{,}000}}{\dfrac{\text{検塩量(g)} \times 10\ (\text{検液採取量 mL})}{500\ (\text{検塩溶解時の溶液量 mL})}}$$

8.3 硫酸イオン(重量法)

8.3.1 要旨

検塩を水に溶かし、塩化バリウム溶液を加えて硫酸バリウムの沈殿をつくり、これを強熱して質量をはかり、硫酸イオンを定量する。本法の適用範囲は、硫酸イオン0.04～3.0 %とする。

8.3.2 装置及び器具

(1) 電気炉　　温度を700～800 ℃に調節でき、換気の良好なものが望ましい。

(2) るつぼ　　化学分析用白金るつぼ又は磁製るつぼを用いる。

8.3.3 試薬

(1) 塩酸(1+1)

(2) 塩化バリウム溶液(8.5 %)

塩化バリウム二水和物($BaCl_2 \cdot 2H_2O$)10 gを水に溶かして100 mLとする。

8.3.4 操作

(1) 検塩約10 gを正しくはかりとり、ビーカー(300 mL)に移し入れ、温水約200 mLを加えて、よくかき混ぜて溶かす。

(2) ろ紙でろ過し、ビーカー(500 mL)に受け、水で2～3回洗う。

(3) ろ液に塩酸(1+1)2 mLを加えて煮沸し、かき混ぜながら別に加熱した塩化バリウム溶液(8.5 %)20 mLを滴加する。しばらく煮沸してから湯浴上で約1時間静置する(1)。

(4) 沈殿はろ紙(5種C)でろ過し、熱水でよく洗い最後の洗液数mLをとり硝酸2～3滴を加えてから硝酸銀溶液を滴加し、ほとんど塩化物イオンの反応が認められないことを確かめる。反応が認められる時は、更に2～3回洗う。但し、全体の洗浄水量が250 mLを超えないようにする。

(5) 沈殿はあらかじめ恒量にしておいたるつぼ(2)にろ紙と共に入れ、初めに低温で灰化してから、700～800 ℃に保ってある電気炉で約40分間強熱する(3)。

(6) るつぼをデシケーター中で室温まで冷却してからその質量を正しくはかる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

8.3.5 計算と表示

(1) 硫酸イオンは、次式[4]によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

硫酸イオン(%)＝沈殿の質量(g)×41.16／検塩量(g)

(2) 許容差

硫酸イオン(%)	許容差(%)
0.20未満	0.030
0.20～3.00	0.040

8.3.6 備考

(1) 硫酸バリウムの沈殿生成の時に、湯浴上で1時間静置する代わりに室温で約12時間放置してもよい。

(2) 白金るつぼは短時間で恒量となるが、磁製るつぼを恒量とするには8.1.5(2)及び(3)に準じて行う。

(3) 沈殿の強熱を行う場合、ガスバーナーを用いてもよい。この時、るつぼの底部が赤味を帯びる程度にバーナーを調節する。

(4) 8.3.5(1)の計算式は次式を整理したものである。

$$硫酸イオン(\%)=\frac{沈殿の質量(g)\times 0.4116}{検塩量(g)}\times 100$$

8.4 カリウム及び硫酸イオン(ICP発光分光分析法)

8.4.1 要旨

検塩を水に溶かした後、高周波により形成されたアルゴンの誘導結合プラズマ(ICP)中に噴霧し、測定元素(カリウム及びイオウ)の特定波長の発光を測定してカリウム及び硫酸イオンを定量する。適用範囲は、カリウム0.05～0.25 %、硫酸イオン0.01～0.25 %とする。

8.4.2 装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置　　4.5.2.2(1)の装置を用いる。

8.4.3 試薬

(1) 硫酸イオン標準溶液(0.1 mg/mL)　　4.6.1.3(5)を用いる。

(2) カリウム標準原液(1 mg/mL)　　4.7.3(1)を用いる。

(3) 塩化ナトリウム　　標準試薬塩化ナトリウム(NaCl)(JIS K 8005)を用いる。

(4) アルゴンガス

8.4.4 操作[1]

(1) 4.1に従い調製した検液を測定用検液とする[2],[3]。

(2) 装置を調整し、検液をプラズマトーチ中に噴霧させ、目的成分(元素)の波長[4],[5]の発光強度を測定し[6]、別に作成した検量線から目的成分の含有量(mg)を求める。

8.4.5 検量線の作成

(1) カリウム標準原液(1 mg/mL)及び硫酸イオン標準溶液(0.1 mg/mL)をメスフラスコ(100 mL)に段階的(硫酸イオン：0～50 mL、カリウム：0～5 mL)に正しくはかりとり[7]、更に塩化ナトリウム2.0 gを加える。

(2) 塩化ナトリウムを溶かした後、水を標線まで加え、操作の(2)を行い、目的成分の含有量(mg)と発光強度との関係線を作成し、検量線とする。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

8.4.6 計算と表示

(1) カリウム及び硫酸イオンは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

カリウム又は硫酸イオン(%)＝含有量(mg)×0.5×f／検塩量(g)

f: それぞれの成分の標準原液のファクター

(2) 許容差

カリウム及び硫酸イオン(%)	許容差(%)
0.10未満	0.010
0.10以上	0.020

8.4.7 備考

(1) カリウムは測定感度が低いため、適用範囲以下の場合は4.7又は5.3.2に従い測定する。測定感度は測光条件の適正化をはかることにより高くすることはできるが、同時に測定する元素の感度も変動するので注意する。

(2) 検液中に不溶解分がある場合は、乾いたろ紙(5種C)でろ過する。この時、最初のろ液5 mLは捨て、これ以降のろ液を検液とする。

(3) 検液噴霧中にネブライザーが詰まる時は、検塩量を減らすか又はろ過操作を行う。

(4) 硫酸イオンの測定は、イオウ(S)の180.73 nmの紫外部発光線を用いる。この場合、分光器内に希ガスを充填するか、又は真空にして測定することにより高い感度が得られ、含有量が少ない塩の分析にも適用できる。但し、硫化物を含む塩には適用はできない。

(5) 使用する波長は付録Ⅲ.5を参照し、高次のスペクトル線が使用可能な装置では、高次のスペクトル線を用いてもよい。但し、使用波長は他元素の近接線の影響がないことを確かめておく。

(6) 発光強度を測定する時は、バックグランド補正を必ず行い発光強度を求める。

(7) 検量線作成における標準溶液の濃度範囲は、使用装置における測定元素の感度及び測定試料中の成分含有量に合わせて調整する。

8.5 二酸化ケイ素(モリブデンブルー吸光光度法)

8.5.1 要旨

試料をフッ化水素酸及び塩酸で処理した後、七モリブデン酸六アンモニウム溶液及び還元剤を加えて発色させ、その吸光度を測定してケイ素を定量し、二酸化ケイ素量を求める。本法の適用範囲は、二酸化ケイ素100～500 mg/kgとする。

8.5.2 装置及び器具

(1) 光電分光光度計又は光電光度計

(2) メスフラスコ、全量ピペット　　ポリプロピレン等の合成樹脂製のものを用いる。

8.5.3 試薬(1)

(1) フッ化水素酸(1+9) (2)

試薬特級以上のフッ化水素酸(HF)を用いる。

(2) 塩酸(1+10)

塩酸(HCl)は試薬特級以上を用いる。精製が必要な場合は8.5.7(3)に従って精製した後用いる。この溶液はポリエチレン瓶に保存する。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(3) ホウ酸溶液(4 %)

ホウ酸(H_3BO_3)4 gをビーカー(200 mL)にはかりとり、水100 mLを加えて溶かし、ポリエチレン瓶に保存する。

(4) 七モリブデン酸六アンモニウム溶液

七モリブデン酸六アンモニウム四水和物[$(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$]10 gを水に溶かして100 mLとし、ポリエチレン瓶に保存する。

(5) 酒石酸溶液(10 %)

酒石酸10 gを水に溶かして100 mLとし、ポリエチレン瓶に保存する。

(6) L-アスコルビン酸溶液(5 %)

L-アスコルビン酸5 gを水に溶かして100 mLとし、ポリエチレン瓶に入れ冷暗所に保存する。この溶液は約1週間使用できる。

(7) 二酸化ケイ素標準原液(1 mg/mL)

二酸化ケイ素(SiO_2)を900～1,000 ℃で約1時間強熱し、デシケーター中で放冷後、約0.50 gを白金るつぼに正しくはかりとり、これに炭酸ナトリウム(無水)4 gを加えて十分に混ぜた後、再び約30分間加熱し融解させる。放冷後、水に溶かしてメスフラスコ(500 mL)に移し入れ、標線まで水を加える。この原液は、ポリエチレン瓶に保存する。この溶液のファクターf_{SiO_2}は次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{SiO_2}=\frac{\text{二酸化ケイ素採取量(g)}}{0.500}\times\frac{\text{純度(\%)}}{100}$$

(8) 二酸化ケイ素標準溶液(0.1 mg/mL)

(7)の標準原液20 mLをメスフラスコ(200 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。この溶液はポリエチレン瓶に保存する。

8.5.4 操作

(1) 検塩約1 gをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、水[(1)]10 mLを加えて溶かす。

(2) これに塩酸(1+10)2.5 mL、フッ化水素酸(1+9)2 mLを加え約10分間放置した後、ホウ酸溶液(4 %)50 mLを加える。

(3) 七モリブデン酸六アンモニウム溶液2 mLを加え、振り混ぜた後、約10分間放置する。更に、酒石酸溶液(10 %)5 mLを加えた後、L-アスコルビン酸溶液2 mLを加え、標線まで水を加えて30分間放置し、二酸化ケイ素の検液とする。

(4) この溶液の一部を吸収セルに移し、水を対照として波長650 nmの吸光度を測定し、別に作成した検量線から二酸化ケイ素の定量値(mg)を求める。

(5) 検塩を加えずに水を加えて同一操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いて二酸化ケイ素量(mg)を求める。

8.5.5 検量線の作成

二酸化ケイ素標準溶液(0.1 mg/mL)の1～5 mLをメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり、操作の(2)～(4)を行い、二酸化ケイ素量(mg)と吸光度の関係線を作成し、検量線とする。

8.5.6 計算と表示

二酸化ケイ素は、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

二酸化ケイ素(mg/kg)＝二酸化ケイ素量(mg)×1,000×f_{SiO_2}／検塩量(g)

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

8.5.7 備考

(1) 水は、イオン交換樹脂法で精製した水を石英製蒸留器で2回蒸留した水を用いる。この方法により得られた水と同等又はそれ以下のケイ素量の水を製造できれば、他法によってもよい。

(2) フッ化水素酸の取り扱いはすべてドラフト中で行い、直接手に触れないよう十分に注意する。

(3) 塩酸の精製は、非沸騰式石英蒸留装置を用いて行う。

8.6 pH(ガラス電極法)

8.6.1 要旨

ガラス電極のpH計を用いて検塩溶解液のpHを測定する。

8.6.2 装置及び器具

(1) pH計

ガラス電極[1]のpH計で、標準溶液のpHを測定した時、再現性が±0.05以内のもの[2]、又はそれ以上の精度のものを用いる。

(2) 温度計

JIS B 7411[ガラス製棒状温度計(全浸没)]の50又は100 ℃温度計を用いる。

8.6.3 試薬

(1) pH標準溶液[3],[4]

市販の標準溶液を用いるか、又は新しく煮沸して冷却した蒸留水か新しくイオン交換樹脂法によって精製した水[1 μS/cm(25 ℃)以下]を用い、次のようにして調製する。但し、試薬はpH測定用のものを用いる。

(a) pH4 標準溶液

110±2 ℃で乾燥したフタル酸水素カリウム[$C_6H_4(COOH)\cdot(COOK)$]10.21 gを水に溶かして1 Lとする。

(b) pH7 標準溶液

硫酸デシケーター中で乾燥したリン酸二水素カリウム(KH_2PO_4)3.40 g及び110±2 ℃で乾燥したリン酸水素二ナトリウム(Na_2HPO_4)3.55 gを、水に溶かして1 Lとする。

(c) pH9 標準溶液

四ホウ酸ナトリウム十水和物 ($Na_2B_4O_7\cdot10H_2O$)3.81 gを水に溶かして1 Lとする。

8.6.4 操作

(1) pH計は装置の各部を接続し[5]、その装置に定められている操作法に従い、機器の調節を行った後、pH標準溶液を用いてゼロ及びスパン校正を行う[6]。

(2) 検塩20±0.1 gと水60 mLとをビーカー(100 mL)にとり、これに小型かくはん子(直径8 mm、長さ25 mm以下のもの)を入れ、pH計の電極を浸す。次に溶液中に空気を巻き込まないように注意しながら、マグネチックスターラーで静かにかき混ぜる(約3～4分間)。検塩の粒子がほぼ完全に溶けた時に、マグネチックスターラーを止め、pH計の指示が十分に安定したことを確かめ(約5分後)[7],[8]、指示値を小数第2位まで読み取って第1位に丸めてpH値とする。

8.6.5 表示

pHの測定は2回以上繰り返して行い、引続いて測定された2回の結果が±0.1以内の範囲で一致した時、その値を平均し小数第1位に丸めて報告値とする。なお、検液の緩衝性が小さい場合には、pHが±0.1以内の再

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

現性が得にくいことがある。その場合には±0.2以内の測定値が得られるまで測定を行う。

8.6.6 備考

(1) ガラス電極は使用前に水で3回以上洗い、ろ紙又はきれいな柔かい紙などでぬぐっておく。ガラス電極が特に汚れている場合には、必要に応じて塩酸(1+100)又はセッケン水などで短時間洗い、更に流水で十分に洗う。長く乾燥状態にあったガラス電極は、あらかじめ水に浸して平衡に達した後用いる。

(2) pH計の再現性を確かめる時は10～40 ℃で行い、各標準溶液の温度は±0.5 ℃以内で一致していなければならない。

(3) 用いる標準溶液の温度は測定中±1 ℃以内で検液の温度と一致していなければならない。

(4) 標準溶液は上質の硬質ガラス、又はポリエチレン瓶中に密栓して保存する。又、一度大気中に開放された標準溶液は再び使用してはならない。

(5) ガラス電極は、12時間以上水に浸してガラス面を水になじませてから、pH計に接続して使用する30分前に電源を入れておく。

(6) pHの測定についての操作及び一般的注意は、JIS Z 8802(pH測定方法)を参照するとよい。

(7) 本法は溶液の温度が60 ℃以下の場合に適用する。pH11以上の測定に対しては、特にその目的に製作されたガラス電極を使用しなければならない。

(8) 測定中、液温に±1 ℃以上の変動があってはならない。

8.7 酸消費量

8.7.1 要旨

酸消費量は検塩に含まれている炭酸水素塩、炭酸塩、水酸化物などによるアルカリを所定のpHに中和するのに要する酸の量であり、検塩1 kgについてのmg当量で表わすか、又は酸に相当する炭酸カルシウムの量に換算して検塩1 kgについてのmg数で表わす。酸消費量を酸消費量(pH4.8)と酸消費量(pH8.3)とに区分する。又、酸消費量をアルカリ度、酸消費量(pH4.8)をMアルカリ度、酸消費量(pH8.3)をPアルカリ度ということもある。

8.7.2 装置

(1) pH計　　8.6.2(1)の装置を用いる。

8.7.3 試薬

(1) 炭酸ナトリウム標準溶液(0.05 mol/L)　　7.1.3(1)を用いる。

(2) 硫酸標準溶液(0.05 mol/L)

硫酸3 mLをあらかじめ水100 mLを入れたビーカーに静かに加えてよく混ぜ、冷却した後水を加えて1 Lとする。この溶液は約0.05 mol/Lで、そのファクター$f_{H_2SO_4}$は次のようにして求める。炭酸ナトリウム標準溶液(0.05 mol/L)25 mLを滴定用フラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、メチルレッド混合指示薬3～5滴を加えて硫酸標準溶液(0.05 mol/L)で灰紫色(pH4.8)となるまで滴定し、終点付近で煮沸して二酸化炭素ガスを追い出し、冷却後滴定を続けて灰紫色が変化しなくなった点を終点とし、次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{H_2SO_4} = 25 \times f_{Na_2CO_3} / \text{硫酸標準溶液(0.05 mol/L)使用量(mL)}$$

(3) 硫酸標準溶液(0.005 mol/L)

(2)の硫酸標準溶液(0.05 mol/L)100 mLをメスフラスコ(1 L)にとり、標線まで水を加える

(4) メチルレッド混合指示薬　　7.1.3(2)を用いる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

8.7.4 操作(1)

(1) pH測定と同様に検塩20±0.1 gと水60 mLを2個のビーカー(100 mL)にとり、これに小型かくはん子(直径8 mm、長さ25 mm以下のもの)を入れ、pH計の電極を浸す。次に溶液中に空気を巻き込まないように注意しながら、マグネチックスターラーで静かにかき混ぜる(3～4分間)。

(2) 検塩粒子がほぼ完全に溶けた後、引き続き静かにかき混ぜながら、硫酸標準溶液(0.005 mol/L)[検塩にアルカリ性添加物がある場合には硫酸標準溶液(0.05 mol/L)]で、一つはpH計の指示が4.8に、もう一つは8.3になるまで滴定する。pH4.8の時の滴定量をA mLとし、pH8.3の時の滴定量をB mLとする。

8.7.5 計算と表示(2)

(1) 酸消費量(pH4.8又はpH8.3)は、次式によって小数第2位まで算出し、第1位に丸めて測定値とする。

(a) mg当量/kgで表わす場合

酸消費量(pH4.8又はpH8.3)= A又は$B\times f_{H_2SO_4}\times 0.5$ [硫酸標準溶液(0.005 mol/L)使用]

= A又は$B\times f_{H_2SO_4}\times 5$ [硫酸標準溶液(0.05 mol/L)使用]

(b) mg$CaCO_3$/kgで表わす場合

酸消費量(pH4.8又はpH8.3)=A又は$B\times f_{H_2SO_4}\times 25$ [硫酸標準溶液(0.005 mol/L)使用]

=A又は$B\times f_{H_2SO_4}\times 250$ [硫酸標準溶液(0.05 mol/L)使用]

(2) 分析操作は同一分析室内において2個の試料について行い、2個の測定値の差が±5 %の範囲を超える時は、初めから操作をやり直す。

8.7.6 備考

(1) pH計の代わりに、指示薬による方法によってもよい。この場合、pH4.8ではメチルレッド混合指示薬、pH8.3ではフェノールフタレイン指示薬を用いて滴定を行う。フェノールフタレイン指示薬は、7.1.3(3)に従い調製する。

(2) 8.7.5の計算式は次式を整理したものである。

硫酸標準溶液(0.005 mol/L)使用の場合

(a) 酸消費量(pH4.8又はpH8.3)$=A$又は$B\times f_{H_2SO_4}\times \dfrac{1}{100}\times\dfrac{1{,}000}{20}$

$=A$又は$B\times f_{H_2SO_4}\times 0.5$ (mg当量/kg)

(b) 酸消費量(pH4.8又はpH8.3)$=A$又は$B\times f_{H_2SO_4}\times\dfrac{1{,}000}{20}\times 0.5$

$=A$又は$B\times f_{H_2SO_4}\times 25$ (mg$CaCO_3$/kg)

但し、(b)の0.5は硫酸標準溶液(0.005 mol/L)1 mLの$CaCO_3$相当量(mg)である。

8.8 アルカリ消費量

8.8.1 要旨

アルカリ消費量は検塩に含まれている有機酸などを所定のpHまで中和するのに要するアルカリの量であり、検塩1 kgについてのmg当量で表わすか、又はアルカリに相当する炭酸カルシウムの量に換算して検塩1 kgについてのmg数で表わす。アルカリ消費量をアルカリ消費量(pH8.3)とアルカリ消費量(pH4.8)とに区分する。又、アルカリ消費量を酸度、アルカリ消費量(pH8.3)を全酸度、アルカリ消費量(pH4.8)を鉱酸酸度ということもある。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

8.8.2 装置

(1) pH計　　8.6.2(1)の装置を用いる。

8.8.3 試薬

(1) 塩酸標準溶液(0.1 mol/L)

7.1.3(4)を用いる。

(2) 水酸化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)

水約30 mLをポリエチレン瓶にとり、冷却しながら水酸化ナトリウム約35 gを少量ずつ加えて溶かし、密栓して一昼夜以上放置する。その上澄液5 mLをメスフラスコ(1 L)にとり、炭酸を含まない水(蒸留水、又はイオン交換樹脂法によって精製した水をフラスコに入れ、約5分間煮沸して溶存する二酸化炭素などを除去し、時計皿でふたをして放冷したもの)を標線まで加える。この溶液は約0.1 mol/Lで使用時に調製する。そのファクターf_{NaOH}は次のようにして求める。塩酸標準溶液(0.1 mol/L)25 mLを滴定用フラスコ(200 mL)に正しくはかりとり、フェノールフタレイン指示薬3～5滴を加えて水酸化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)で溶液の色が微赤色を呈するまで滴定する。次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{NaOH} = 25 \times f_{HCl} / \text{水酸化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)使用量(mL)}$$

但し、f_{HCl} は7.1.3(4)の値である。

(3) 水酸化ナトリウム標準溶液(0.01 mol/L)

(2)の水酸化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)100 mLをメスフラスコ(1 L)にとり、炭酸を含まない水を標線まで加える。この溶液は使用時に調製する。

(4) フェノールフタレイン指示薬

7.1.3(3)を用いる。

8.8.4 操作[1]

(1) 検塩20±0.1 gとイオン交換樹脂法によって精製した水60 mLとを2個のビーカー(100 mL)にとり、これに小型かくはん子(直径 8 mm、長さ25 mm以下のもの)を入れ、pH計の電極を浸す。次に溶液中に空気を巻き込まないように注意しながら、マグネチックスターラー上で静かにかき混ぜる(3～4分間)。

(2) 検塩粒子がほぼ完全に溶けた後、引き続き静かにかき混ぜながら、水酸化ナトリウム標準溶液(0.01 mol/L)[検塩に酸性添加物がある場合には水酸化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)]で、一つはpH計の指示が8.3に、もう一つは4.8になるまで滴定する。pH8.3の時の滴定量をA mLとし、pH4.8の時の滴定量をB mLとする。

8.8.5 計算と表示[2],[3]

(1) アルカリ消費量(pH8.3又は4.8)は、次式によって小数第2位まで算出し、第1位に丸めて測定値とする。

(a) mg当量/kgで表わす場合

アルカリ消費量(pH8.3又は4.8)＝A又は$B \times f_{NaOH} \times 0.5$ [水酸化ナトリウム標準溶液(0.01 mol/L)使用]

＝A又は$B \times f_{NaOH} \times 5$　[水酸化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)使用]

(b) mg$CaCO_3$/kgで表わす場合

アルカリ消費量(pH8.3又は4.8)＝A又は$B \times f_{NaOH} \times 25$[水酸化ナトリウム標準溶液(0.01 mol/L)使用]

＝A又は$B \times f_{NaOH} \times 250$[水酸化ナトリウム標準溶液(0.1 mol/L)使用]

(2) 分析操作は同一分析室内において2個の試料について行い、2個の測定値の差が±5 %の範囲を超える時は、初めから操作をやり直す。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

8.8.6 備考

(1) pH計の代わりに、指示薬による方法によってもよい。この場合、pH4.8ではメチルレッド混合指示薬、pH8.3ではフェノールフタレイン指示薬を用いて滴定を行う。メチルレッド混合指示薬は、7.1.3(2)に従い調製する。

(2) 8.8.5(1)の計算式は次式を整理したものである。

水酸化ナトリウム標準溶液(0.01 mol/L)使用

(a) アルカリ消費量(pH8.3又は4.8)$= A$又は$B \times f_{NaOH} \times \dfrac{1}{100} \times \dfrac{1{,}000}{20}$

$= A$又は$B \times f_{NaOH} \times 0.5$(mg当量/kg)

(b) アルカリ消費量(pH8.3又は4.8)$= A$又は$B \times f_{NaOH} \times \dfrac{1{,}000}{20} \times 0.5$

$= A$又は$B \times f_{NaOH} \times 25$(mg$CaCO_3$/kg)

但し、(b)の0.5は水酸化ナトリウム標準溶液(0.01 mol/L)1 mLの$CaCO_3$相当量(mg)である。

(3) アルカリ消費量からクエン酸及びリンゴ酸などの有機酸の添加量を求める場合は、下記の式によって求める。但し、原料となる塩に他の酸性及びアルカリ性物質を含まない場合に限る。

クエン酸(%)$= A \times f_{NaOH} \times 6.4(mg/mL)\times 0.1$/検塩量(g)

リンゴ酸(%)$= A \times f_{NaOH} \times 6.7(mg/mL)\times 0.1$/検塩量(g)

8.9 リン酸イオン、硝酸イオン及びヨウ化物イオン(イオンクロマトグラフ法)

8.9.1 要旨

検塩を水に溶かし、イオンクロマトグラフ法により、リン酸イオン、硝酸イオン及びヨウ化物イオンを定量する。リン酸イオン及びヨウ化物イオンは、添加物として含まれている時に適用する。

8.9.2 装置

(1) イオンクロマトグラフ

4.6.2.2(1)の装置を用いる。但し、分離カラムは目的イオンが分離可能なカラムを用い、硝酸イオン及びヨウ化物イオンを分析する場合、検出器に紫外線吸収検出器[(1)]を用いてもよい。

8.9.3 試薬

(1) 水　　蒸留水又はそれ以上の純度の水を用いる。

(2) 溶離液

分離カラム及び装置に適合した種類、濃度を使用し、溶離液は脱気[(2)]してから用いる。

(3) 再生液

使用する溶離液、除去システムに適合した溶液を用いる。

(4) 陰イオン標準原液(1 mg/mL)

表8に従って調製する。

表8　標準原液調製方法

測定イオン	試　薬		乾　燥	採取量(g)	希釈容量(mL)
リン酸イオン	リン酸二水素カリウム	KH_2PO_4	110℃3時間	1.433	1,000
硝酸イオン	硝酸ナトリウム	$NaNO_3$	110℃2時間	1.371	1,000
ヨウ化物イオン	ヨウ化ナトリウム	NaI	110℃2時間	1.181	1,000

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(5) 陰イオン標準溶液

(4)の標準原液を希釈して用いる。

8.9.4 操作

(1) 検塩約10 gを正しくはかりとり、水に溶かしメスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この10 mLを正しくはかりとり、メスフラスコ(500 mL)に移し入れ、標線まで水を加えて検液とする。(試料濃度0.02 %)[2]

(2) 定められた操作方法に従って機器を調節した後、検液を注入してクロマトグラムを求め[2]、目的イオンに相当するピークの高さ又は面積を読み取る。別に作成した検量線から硫酸イオン量(μg)を求める。

8.9.5 検量線の作成[2]

8.9.3(5)の目的イオンの標準溶液をメスフラスコ(100 mL)に段階的に正しくはかりとり、標線まで水を加えて操作の(2)を行い、目的イオン量(μg)とピーク高さ又はピーク面積との関係線を作成し[2]、検量線とする。

8.9.6 計算と表示

それぞれの陰イオンは、次式[3]によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

陰イオン(mg/kg)＝陰イオン量(μg)×500×f／検塩量(g)

f: 各イオンの標準原液のファクター

8.9.7 備考

(1) 紫外線吸収検出器を用いる場合、硝酸イオンは210 nm、ヨウ化物イオンは225 nm付近の波長を使用する。

(2) その他の一般的な注意は4.6.2.7(1)～(7)を参照する。但し、硫酸イオンを目的イオンと読みかえる。

(3) 8.9.6の計算式は次式を整理したものである。

$$\text{陰イオン(mg/kg)}=\frac{\text{陰イオン量(μg)}\times\dfrac{1}{1{,}000\times100}\times f}{\dfrac{\text{検塩量(g)}}{1{,}000}\times\dfrac{10}{1{,}000\times500}}$$

8.10 鉄(原子吸光法)

8.10.1 要旨

検塩を水に溶かし、アルカリ性とし、鉄を水酸化鉄(Ⅲ)として沈殿させ、これを塩酸に溶かしてアセチレン-空気フレーム中に噴霧し、鉄による原子吸光を波長248.3 nmで測定して鉄を定量する。本法の適用範囲は鉄1.0～25 mg/kgとする。

8.10.2 装置及び器具

(1) 原子吸光分析装置　　5.1.1.2(2)の装置を用いる。

(2) 鉄中空陰極ランプ

8.10.3 試薬[1]

(1) 硝酸(1+1)

(2) 塩酸(1+3)

(3) アンモニア水(1+1)

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(4) 鉄標準溶液(50 μg/mL)

6.6.1.3(5)の鉄標準原液(0.1 mg/mL)50 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

8.10.4 操作

(1) 検塩10～50 gを正しくはかりとり、ビーカー(500 mL)に入れ、水(1)約100～250 mLに溶かし硝酸(1+1)2 mLを加えて数分間煮沸する。

(2) 冷却し、液温が約50 ℃になった後、アンモニア水(1+1)を加えて微アルカリ性とする。これを数分間煮沸して沈殿を生成させ、しばらく静置する。

(3) 沈殿が沈降した後、ろ紙(5種A)でろ過し、熱水で数回洗う。

(4) ろ紙上に60 ℃以上の熱塩酸(1+3)10 mLを加えて沈殿を溶かし、もとのビーカーに受け、更にろ紙を水で数回洗い、同じビーカーに受ける。

(5) これを加熱しほとんど乾固させた後、塩酸(1+3)10 mLを加えて溶かす。これをメスフラスコ(50 mL)に移し入れ、標線まで水を加えて鉄の検液とする。

(6) 原子吸光分析装置を調整し、波長248.3 nmに設定する。検液をアセチレン-空気フレーム中に噴霧させ、光度計の指示値を読み、別に作成した検量線から鉄の定量値(μg)を求める。

(7) 250 mLの水をビーカー(500 mL)にとり、硝酸(1+1)2 mLを加え、(2)～(6)の操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いて鉄量(μg)を求める。

8.10.5 検量線の作成

鉄標準溶液(50 μg/mL)の1～5 mLをメスフラスコ(50 mL)に段階的に正しくはかりとり、塩酸(1+3)10 mLを加えた後、水を標線まで加える。この溶液について、操作の(6)を行い、鉄量(μg)と指示値との関係線を作成し、検量線とする。検量線の作成は、試料測定時に行う。

8.10.6 計算と表示

鉄は、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{鉄(mg/kg)} = \text{鉄量(μg)} \times f_{Fe} / \text{検塩量(g)}$$

8.10.7 備考

(1) イオン交換樹脂法で精製した水を使用する時は、あらかじめ孔径0.45 μm以下のメンブランフィルター等でろ過した水を使用する。

8.11 クロム(原子吸光法)

8.11.1 要旨

検塩を水に溶かし、硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)で処理してクロム(Ⅲ)とし、水酸化鉄(Ⅲ)と共沈濃縮した後塩酸に溶かしてアセチレン-空気フレーム中に噴霧し、クロムによる原子吸光を波長357.9 nmで測定して全クロムを定量する。本法の適用範囲は、クロム0.2～4.0 mg/kgとする。

8.11.2 装置及び器具

(1) 原子吸光分析装置　　5.1.1.2(2)の装置を用いる。

(2) クロム中空陰極ランプ

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

8.11.3 試薬

(1) クロム標準原液(0.1 mg/mL)　　6.4.1.3(1)を用いる。

(2) クロム標準溶液(10 μg/mL)
(1)のクロム標準原液10 mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、硝酸1 mLを加えた後、標線まで水を加える。

(3) 硝酸アンモニウム溶液(1 %)　　6.3.1.3(9)を用いる。

(4) 塩酸(1+5)

(5) アンモニア水(1+1)

(6) 硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)溶液　　6.4.1.3(4)を用いる。

(7) 硫酸ナトリウム

8.11.4 操作

(1) 検塩20 gを正しくはかりとり、6.4.1.4(1)～(3)の操作を行う。

(2) 沈殿が熱いうちにろ紙(5種A)でろ過し、温硝酸アンモニウム溶液(1 %)で数回洗う。ろ紙上に60 ℃以上の熱塩酸(1+5)10 mLを加えて沈殿を溶かし、メスフラスコ(25 mL)に受ける。更に少量の温水でろ紙を2～3回洗い、ろ液は同じメスフラスコに受ける。

(3) 硫酸ナトリウム0.1 gを加えた後、標線まで水を加えクロムの検液とする。

(4) 原子吸光分析装置を調整し[1),2)]、波長357.9 nmに設定する。検液をアセチレン-空気フレーム中に噴霧させ光度計の指示値を読み、別に作成した検量線からクロムの定量値(μg)を求める。

(5) 検塩を加えずに同一操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いてクロム量(μg)を求める。

8.11.5 検量線の作成

クロム標準溶液(10 μg/mL)の0.5～8 mLをメスフラスコ(25 mL)に段階的に正しくはかりとり、硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)溶液2 mL、塩酸(1+5)10 mLを加え、操作の(3)～(4)を行い、クロム量(μg)と指示値の関係線を作成し、検量線とする。検量線の作成は、試料測定時に行う。

8.11.6 計算と表示

クロムは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{クロム(mg/kg)} = \text{クロム量(μg)} \times f_{Cr} / \text{検塩量(g)}$$

8.11.7 備考

(1) アセチレン-空気フレームでは、アセチレン量を多くすると感度は高くなる。共存する鉄の妨害抑制試薬を添加してはいるが、鉄の影響も考慮してアセチレン量を調整するとよい。

(2) アセチレン-酸化二窒素フレームでは、鉄の影響が抑制できる。

8.12 臭化物イオン(ヨウ素滴定法)

8.12.1 要旨

検塩を水に溶かし、リン酸二水素ナトリウム二水和物でpHを調節して、次亜塩素酸ナトリウム溶液で臭化物イオンを酸化し、ヨウ化カリウムを加えて臭素と当量のヨウ素を遊離させ、チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定して臭化物イオンを定量する。本法の適用範囲は、臭化物イオン10～2,000 mg/kgとする。

8.12.2 装置及び器具

(1) ビュレット

(2) 共栓すり合わせ三角フラスコ　　容量200 mL(JIS R 3503)を使用する。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

8.12.3 **試薬**

(1) 臭化物イオン標準原液(0.5 mg/mL)

臭化ナトリウム(NaBr)約2 gを110 ℃で約2時間乾燥した後、デシケーター中で放冷し、その約0.64 gを正しくはかりとりメスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{Br}は次式によって小数第4位まで算出し、小数第3位に丸める。

$$f_{Br}=\text{臭化ナトリウム採取量(g)}/0.644$$

(2) 臭素酸イオン標準原液(0.5 mgBr/mL)

臭素酸カリウム($KBrO_3$)約2 gを110 ℃で約2時間乾燥した後、デシケーター中で放冷し、その約1.0 gを正しくはかりとりメスフラスコ(1 L)に移し入れ、標線まで水を加える。この溶液のファクターf_{BrO_3}は次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{BrO_3}=\text{臭素酸カリウム採取量(g)}/1.045$$

(3) 次亜塩素酸ナトリウム溶液(0.5 mol/L)[(1)]

臭素酸イオン標準原液(0.5 mgBr/mL)25 mLを共栓すり合わせ三角フラスコ(200 mL)に正しくはかりとり、リン酸二水素ナトリウム二水和物2 gを加えた後、操作(3)～(4)を行い、この時のチオ硫酸ナトリウム標準溶液の使用量をa mLとする。チオ硫酸ナトリウム標準溶液1 mLの臭素酸イオン相当量F_{BrO_3}(mgBr)は、次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$F_{BrO_3}(\text{mgBr})=25\times f_{BrO_3}\times 0.5/a\ (\text{mL})$$

次に次亜塩素酸ナトリウム(NaClO)溶液1 mLをメスフラスコ(250 mL)に正しくはかりとり、標線まで水　を加える。その10 mLを正しくはかりとり、水50 mL、ヨウ化カリウム2 g、酢酸(1+2)10 mLを加え、約1分間放置してから操作(4)に従って操作し、この時のチオ硫酸ナトリウム標準溶液の使用量をb mLとし、以下に従い次亜塩素酸ナトリウム溶液(0.5 mol/L)を調製する。

(a) まず次亜塩素酸ナトリウム溶液1 mL中の次亜塩素酸ナトリウムの量W(g)を次式によって算出する。

$$W(\text{g})=\frac{F_{BrO_3}(\text{mgBr})\times 2.80\times b\ (\text{mL})}{1\times \dfrac{10}{250}\times 1{,}000}=F_{BrO_3}(\text{mgBr})\times 0.070\times b\ (\text{mL})$$

但し、2.80＝3NaClO／Br

(b) 次式によって求めた次亜塩素酸ナトリウム溶液(原液)K mLをメスフラスコ(100 mL)に正しくはかりとり、標線まで水を加える。

$$K(\text{mL})=3.72/W(\text{g})$$

但し、3.72は次亜塩素酸ナトリウム溶液(0.5 mol/L)100 mL中に含まれる次亜塩素酸ナトリウム量(g)である。

(4) チオ硫酸ナトリウム標準溶液

チオ硫酸ナトリウム五水和物($Na_2S_2O_3\cdot 5H_2O$)10 gをはかりとり、あらかじめ煮沸して二酸化炭素を除いた水に溶かして1 Lとし、約1時間放置する。この溶液1 mLの臭化物イオン相当量F_{Br}(mg)は次のようにして定める。臭化物イオン標準原液(0.5 mg/mL)5 mLを共栓すり合わせ三角フラスコ(200 mL)に正しくはかりとり、水50 mLとリン酸二水素ナトリウム二水和物2 gを加えた後、操作(2)以下に従って操作し、この時のチオ硫酸ナトリウム標準溶液の使用量をc mLとし、次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$F_{Br}(\text{mg})=5\times f_{Br}\times 0.5/(c-B)$$

B: 操作(5)による空実験値(mL)

(5) デンプン溶液

可溶性デンプン1 gを水約5 mLに混ぜ、熱水約200 mL中にかき混ぜながら加え、約1分間煮沸した後、

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

放冷する。この溶液は使用のつど調製する。

(6) 七モリブデン酸六アンモニウム溶液

七モリブデン酸六アンモニウム四水和物[$(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$]2 gを水60 mL、アンモニア水(1+3)5 mLに溶かしてから硝酸アンモニウム(NH_4NO_3)24 gを加えて溶かし、水を加えて100 mLとする。

(7) リン酸二水素ナトリウム二水和物($NaH_2PO_4\cdot 2H_2O$)

(8) ヨウ化カリウム(KI)

(9) ギ酸ナトリウム溶液(50 %)

ギ酸ナトリウム(HCOONa)50 gを水に溶かして100 mLとする。

(10) 硫酸(1+5)

(11) 酢酸(1+2)

8.12.4 操作

(1) 検塩5 gを正しくはかりとり、共栓すり合わせ三角フラスコ(200 mL)に移し入れ、約50 mLの水に溶かし、これにリン酸二水素ナトリウム二水和物2 gを加えて溶かす。

(2) これに次亜塩素酸ナトリウム溶液(0.5 mol/L)5 mLを加えて5分間煮沸した後、ギ酸ナトリウム溶液(50 %)5 mLを加えてから更に5分間煮沸し、ほぼ室温まで冷却する。

(3) 次に水約10 mLを加え、ヨウ化カリウム1 g、硫酸(1+5)20 mL及び七モリブデン酸六アンモニウム溶液数滴を加え、栓をして約1分間放置する。

(4) 遊離したヨウ素をチオ硫酸ナトリウム標準溶液で滴定し、液が淡黄色になってからデンプン溶液1 mLを加え、更に滴定を続け、紫色が消失して無色になった点を終点とする。この時の滴定量をA mLとする[2]。

(5) 検塩を加えずに同一操作を行って求めた滴定量をB mLとする。

8.12.5 計算と表示

臭化物イオンは、次式によって測定値を計算してから許容差と比較し、2.6によって報告値を求める。

$$\text{臭化物イオン(mg/kg)} = F_{Br} \times (A - B) \times 1{,}000 / \text{検塩量(g)}$$

8.12.6 備考

(1) 次亜塩素酸ナトリウム溶液(0.5 mol/L)はほぼ0.5 mol/Lとなっていればよい。

(2) 滴定後しばらくして青色に戻ることがあるが、これは溶液中のヨウ化水素(HI)が空気酸化によりヨウ素(I_2)を生じるためと考えられている。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

B　物性試験方法

1. 適用範囲

この試験方法は塩の検査に必要な物性試験方法について規定する。本試験方法が対象とする塩は、天日塩、せんごう塩、岩塩及びそれらに準ずる塩とする。

2. 通則

2.1 試薬及び器具

(1) 試験に使用する試薬は原則としてJIS 1級以上とする。本文中の試薬名はJISの名称で示す。

(2) 検塩に残留しない試薬(エタノール等)についてはJIS 1級相当品を用いてもよい。

(3) 試験に使用するふるいは、原則としてJIS Z 8801(試験用ふるい)に規定されている網ふるいとし、目開きは表1のものを用いる。

(4) ふるいの目詰まりを除去するブラシは、ふるい網面を損傷しないように、目開きに応じて適当な硬さのものを用いる。

(5) ろ紙は原則としてJIS P 3801[ろ紙(化学分析用)]の2種相当品を用いる。

(6) ガラス器具及び陶磁器類は原則としてJIS R 3503、JIS R 1301～1307(化学分析用)を用いる。

(7) デシケーターの乾燥剤は、特に指定がない限りシリカゲルとする。

表1　ふるいの目開き

公称目開き											
(mm)						(μm)					
22.4	13.2	8.00	4.75	2.80	1.70	1000	600	355	212	125	75
19.0	11.2	6.70	4.00	2.36	1.40	850	500	300	180	106	63
16.0	9.50	5.60	3.35	2.00	1.18	710	425	250	150	90	45

2.2 固体及び液体のはかり方

(1) 固体のはかり方

試料及び試薬の計量には0.01 gの差を読みとれる天びん(化学天びん、直示天びん又は電子天びん)と1 gの差(項目に指定がない場合)を読みとれる天びんを用いる。“約”とあるのは示された数値に近い量を示し、“約”の記してないものは示された量を天びんで1 gのケタまではかり、“正確”又は“正しくはかる”とあるのは0.01 gのケタまではかる。なお、“約5 gを正しくはかる”とあるのは5 gに近い量を天びんで0.01 gのケタまではかることを意味する。

(2) 液体のはかり方

化学用体積計は、原則としてJIS R 3505(ガラス製化学用体積計)を用いるが、ビュレットは電動式を用いても差し支えない。“約”とあるのは示された数値に近い量を示し、“約”の記していないものは示された量をメスシリンダーで、“正しく”又は“一定量”とあるのは全量ピペット、メスフラスコ又はビュレットではかる。

2.3 温度及び湿度

(1) 標準温度

標準温度は20 ℃、常温は15～25 ℃とする。温度差を表示する時は℃を用いる。

(2) 試験温度及び湿度

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

同一温度及び試料が吸湿しない湿度条件で試験を行うことが望ましい。

2.4 試験法

(1) 試料量が多い場合、JIS M 8100(サンプリング方法通則)に規定されている円すい四分法及び縮分機を用いて縮分するとよい。

(2) 参考法はそれぞれの適用範囲内で用いてもよい。

(3) 試験法の留意点を備考に示すのでそれに従う。備考の番号は、本文中( ) 内に示す。

2.5 試験結果のまとめ方、表示及び報告

(1) 試験結果の表示は原則としてJIS Z 8203[国際単位系(SI)及びその使い方]に規定されている単位を用いる。

(2) 測定値は各測定方法に規定されている表示ケタ数及び有効数字まで丸めて報告する。

(3) 数値の丸め方はJIS Z 8401(数値の丸め方)による。

(4) 参考法によった時は、いずれの方法によったかを明記する。

2.6 その他

ふるい分けの操作と一般的な注意は、JIS Z 8815、JIS M 8100を参照する。

3. 粒径分布（ふるい分け法）

3.1 要旨

検塩を乾燥した後、ロータップ式自動ふるい機でふるい分けを行い、粒径分布を測定する。本法はふるい分け中に結晶が破砕しない塩を対象(1)とし、最大粒径が22.4 mm以下の塩に適用する。

3.2 装置及び器具

(1) ふるい

ステンレス製でふるい枠の内径寸法が200 mmの試験用ふるい(JIS Z 8801)と、受器及びふたを用いる。ふるいの目開きは検塩の粒径範囲に合わせ、ふるい数枚を選択して用いる(2)。

(2) 天びん

0.01 gまで読み取れる天びんを用いる。

(3) ふるい振とう機

振動数毎分約290回、振幅約30 mm、タップ数毎分約150回の条件で操作できるロータップ式自動ふるい機を用いる(3)。

(4) 電気定温乾燥器

約55 ℃に調節できるものを用いる。

3.3 試薬

(1) 塩化ナトリウム飽和エタノール

エタノール(試薬1級以上)に塩化ナトリウム(試薬1級以上)を加えて飽和させ、その上澄みを用いる。

3.4 操作

検塩の水分が少なく容易にふるい分けできる場合は、検塩を直接ふるい分け試料とし、操作3.4.2から行う。

3.4.1 前処理

(1) 検塩約100 gをビーカー(300 mL)にとり、これに塩化ナトリウム飽和エタノール約100 mLを加え約1分間かき混ぜた後、ろ紙(2種)を用いて吸引ろ過する。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(2) ろ液がなくなったら吸引を止め、更に塩化ナトリウム飽和エタノール100 mLをロート上に加え、再び吸引ろ過する(4)。

(3) ろ過が終了してからしばらく吸引した後(5)、検塩をペトリ皿(直径約20 cm)に移して広げ、あらかじめ約55 ℃に調節した電気定温乾燥器に入れ、30～60分間乾燥させる。この時、器内にエタノール蒸気が充満すると爆発の危険があるので、必ず換気孔を開けるかドアを少し開ける(6)。また、乾燥中は検塩が塊状化しないように全体を時々かき混ぜ、さらさらの状態にする。

(4) デシケーター中で室温まで放冷した後、ふるい分け試料とする(7)。

3.4.2 ふるい分け操作

(1) ふるい分け試料約100 gの質量を0.01 gのケタまではかり、受器の上に重ねたふるいの最上段に試料を装入し、ふたをした後ふるい振とう機に装着して15分間(8)ふるい分けを行う。

(2) ふるい分けを終了した後、各ふるいと受け器に残留した試料の質量を0.01 gのケタまではかる。

(3) (2)で得られた全ての質量の合計が(1)のふるい分け試料の質量と比較して、±2 %以上の誤差を生じた場合は操作をやり直す(9)。

3.5 計算と表示

(1) 粒径分布

通過したふるいの目開きに対するふるい残分(%)と通過分積算(%)は、次式によってそれぞれ算出し、小数第2位まで算出し、第1位に丸める。

ふるい残分(%)＝ふるい上質量(g)×100／合計質量(g)

通過分積算(%)＝Σ[ふるい通過質量(g)]×100／合計質量(g)

表2　粒径分布測定例

粒子径範囲 (μm)	質量 (g)	ふるい残分 (%)	通過分積算 (%)
600 <	7.20	7.2	100.0
500 ～ 600	25.59	25.6	92.8
425 ～ 500	30.16	30.1	67.2
355 ～ 425	23.99	24.0	37.1
300 ～ 355	7.88	7.9	13.2
250 ～ 300	3.78	3.8	5.3
150 ～ 250	1.26	1.3	1.5
< 150	0.25	0.2	0.2
合計	100.11		

(2) 平均粒径及び標準偏差

平均粒径及び標準偏差は、(a)～(c)の方法の中からプロットしたデータの直線性が最良な方法(10),(11)を選択して算出し、報告値とする。平均粒径は、1 mm(1,000 μm)未満は10 μm単位のμm表示とし(12)、1 mm以上10 mm未満は、小数点以下1ケタまでのmm表示とする。10 mm以上は整数表示とする。報告値には何れの分布によるかを併記する。

(a) 正規確率紙による方法(正規分布)

正規確率紙を用い、図1のように縦軸にふるい通過分積算%、横軸にふるい目開きをとってデータをプロットし、最適な傾向線を引く。縦軸上の16 %、50 %及び84 %から横軸と平行に直線を引く。平均粒径(D_{50})はこの50 %の横線と傾向線との交点に対応する横軸の読みD_{50}とする。標準偏差(σ)は、16 %と84 %の横線と傾向線との各々の交点に対する横軸の読みの差の1/2とする($\sigma=(D_{84}-D_{16})/2$)。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

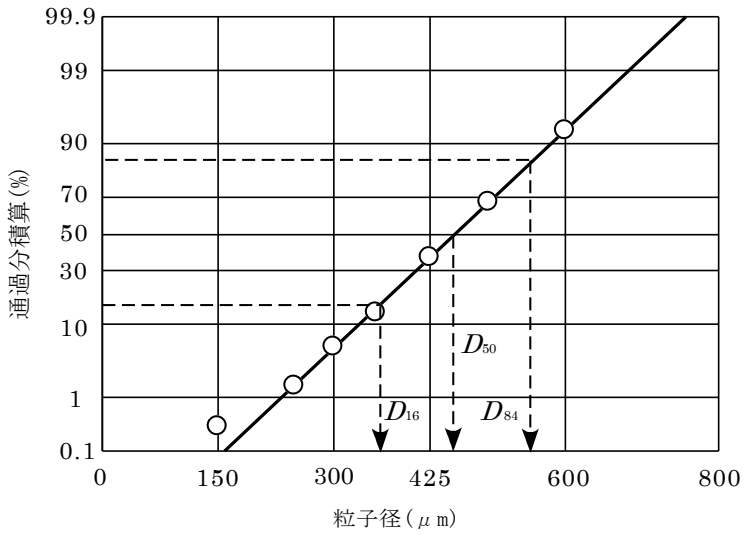


図1　表2データの正規分布図（ふるい通過分分布）

D_{50}=458 μm、D_{16}＝361 μm 、D_{84}＝555 μm

報告値：平均粒径 460 μm (0.46 mm)、標準偏差 100 μm (0.10 mm)

(b) 対数正規確率紙による方法(対数正規分布[13])

対数正規確率紙を用い、図2のようにプロットし直線性が最良な傾向線を引く。平均粒径(D_{50})は、(a)と同様に縦軸上の50 %に対応する横軸の読みとし、標準偏差(σ)は通過分積算84 %の粒径から平均粒径を引いた値とする($\sigma = D_{84} - D_{50}$)。

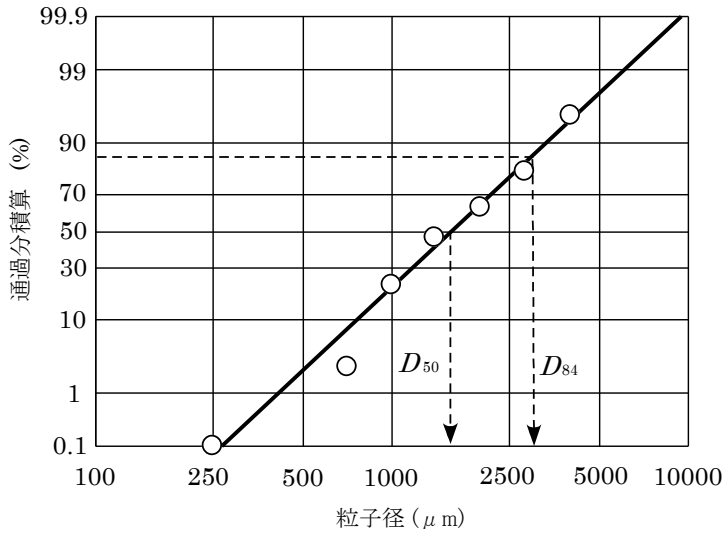


図2　対数正規分布図例（ふるい通過分分布）

D_{50}=1,588 μm、D_{84}＝2,831 μm、$D_{84} - D_{50}$＝1,243 μm

報告値：平均粒径　1.6 mm、標準偏差 1.2 mm

(c) Rosin-Rammler線図による方法(Rosin-Rammler分布[14])

Rosin-Rammler線図を用いる場合は線図上の粒径Dpに対してふるい残分積算%をプロットし、R(%)＝36.8に対応する粒径の値から粒度特性数Deを求める。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

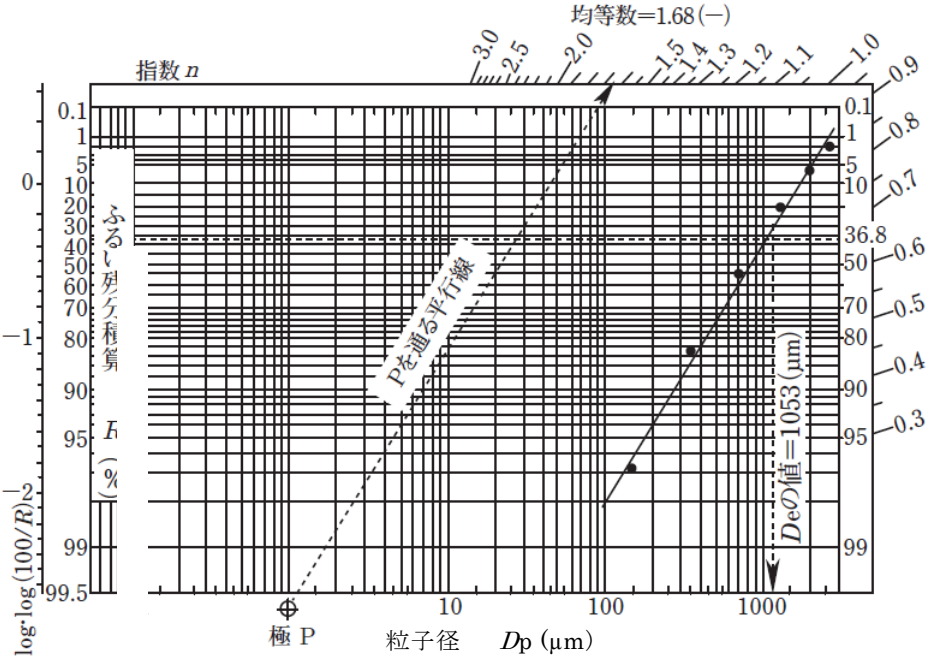


図3　Rosin-Rammler線図例（ふるい残分分布）

次にプロットした直線に平行で極Pを通る直線を延長し、均等数nを求める。次の関係式を用いて平均粒径D_{50} (中位径D_{me})を求める。なお、標準偏差(σ)は算出しない。

$D_{50} = De \times \sqrt[n]{0.6935}$　　De (μm)：粒度特性数　　n (−)：均等数

$D_{50} = 1053 \times \sqrt[1.68]{0.6935} = 847$ μm　　報告値：平均粒径 850 μm (0.85 mm)

3.6　備考

(1) 検塩の粒子が破砕し易い場合(顆粒塩、凝集塩、フレーク塩等)、ロータップ式によるふるい分けは適さないので注意が必要である。

(2) 使用するふるいの目開き及び個数は、各ふるいの通過分積算％又は残分積算％で、16～84 ％の間に2個以上の点が入り、かつ1試料について4個以上の点がプロットできるように選択する。

(3) ロータップ式自動ふるい機以外のふるい分け機(電動ふるい振とう機、音波振動式全自動ふるい分け測定器など)を使用する場合は、ロータップ式自動ふるい機と同等のふるい分けができることを確かめてから使用する。

(4) 乾燥後に塊状になり易い検塩の場合は、塩化ナトリウム飽和エタノールの使用量を増加させるとよい。または、塩化ナトリウム飽和エタノールに微粒二酸化ケイ素(1次粒子径0.012 μm、かさ密度30 g/L、比表面積200 m^2/g、SiO_2含有率99.9 %のもの)を0.5 g/100 mLの濃度で分散させた液を用いるとよい。この場合、塩がこぼれない目開きのネットに検塩を入れて溶液に浸し、よく振り混ぜた後アルコールを遠心分離などにより除去し、ネットごと乾燥してもよい。

(5) ろ過操作を終了した段階でも塩化ナトリウム飽和エタノールは僅かに残留する。これは、乾燥後の検塩の塊状化に影響すること、又、乾燥時のエタノール蒸気量を左右するので、吸引ろ過を十分に行う。

(6) 電気定温乾燥器の温度は60 ℃を超えないように注意すると共に、器内に試料を入れ過ぎないようにする。又、乾燥器を密閉状態で使用すると、爆発性混合ガスが充満して危険なので、器内の換気に十分注意する。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(7) 操作3.4.1を終了した後、直ちにふるい分け操作を行わない場合は、吸湿しないようにデシケーター等に密閉して保管する。

(8) 15分間は、塩の粒径分布測定の基本時間であり、多くの塩種に適用できる。試料によっては、JIS Z 8815(ふるい分け試験方法通則)6.1.2により、ふるい分け時間(1分間にふるいを通過する質量が、ふるい分け試料量の0.1 %以下になるまでの時間)を求めることにより、時間を短縮することができる。この場合、ふるい分け時間を併記する。

(9) ふるいの歪み、隙間からの試料の飛散、ふるいから試料を回収して測定するまでの回収漏れ及び前回試料の残留によって質量の合計が最初の試料の質量と合わなくなる場合があるので特に注意する。

(10) 分布関数に対する計算用ソフトを用いてもよい。

(11) 真空蒸発式のせんごう塩は正規分布、又は対数正規分布、粉砕塩はRosin-Rammler分布を用いると多くの場合、プロットしたデータの直線性が良好である。

(12) 算出した平均粒径の最小桁(3ケタ目以下)の信頼性が低いことによる。1 mm未満の表示では、小数点以下2桁までのmm表示を行ってもよい。

(13) 粒径分布が粗粒子側へ長いすそを引き、細粒子側はDp＝0で終わる非対称分布となる場合は横軸を普通目盛りから対数目盛りに変えることで正規分布になるため、直線化する。実用的には最大粒径が最小粒径の100倍以上の場合は対数分布を用いると直線になり易い。対数正規確率分布では通常、幾何標準偏差($\sigma_n = D_{84}/D_{50}$)が用いられるが、塩では標準偏差(σ)で表示する。

(14) 粒度特性数Deは分布の位置(ふるい残分積算分布の36.8 %)を表す代表径で、nは均等数で分布の広がりの程度を表わし、大きいほど分布が狭く、粒子径が揃っていることを示す。

4. かさ密度(充填法)

4.1 要旨

本法は検塩を一定の高さから一定の容器に充填し、すり切りによって容積を一定にして疎充填かさ密度(さらっと充填した時のかさ密度)、更に検塩を振とう充填し、密充填かさ密度(できるだけ緻密に充填した時のかさ密度)を測定する。

4.2 装置及び器具

(1) かさ密度測定装置

容積の測定には真鍮製で肉厚、内径及び深さが規定された内容積100 mL(内径50 mm)の有底円筒容器を用い、ダンパー付きロート、又はふるい付きロート等で一定の高さ(24 cm)から充填し、平板ですり落とす方法のかさ密度測定装置を用いる[1]。図4に一例を示す。

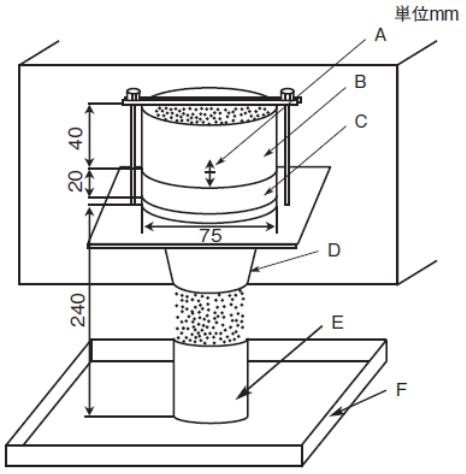


図 4 かさ密度測定装置の一例
(パウダーテスター)

A:バイブレーション　D:ロート
B:ふるい枠　E:測定容器(100 mL)
C:ふるい　F:トレイ

4.3 操作

4.3.1 疎充填かさ密度の測定

(1) トレイの上に測定容器を置き、ふるいを振動させながら、検塩を一定の高さ(24 cm)から落下させ、約30 秒間で測定容器が満たされるようにする[2],[3],[4]。

(2) 測定容器が一杯になったら、過剰な山の部分を平板ですり切る。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(3) 測定容器に入れたまま質量を0.1 gまで正しくはかる。
(4) 操作(1)～(3)を3～5回繰り返し、平均して疎充填かさ密度とする[5]。

4.3.2 密充填かさ密度の測定

(1) 疎充填かさ密度の測定に使用した検塩入りの測定容器に、充填用カバーを取り付け、この上から検塩を追加する。
(2) これを90～120秒間タッピングする[6]。
(3) 検塩のかさが減るに従って、検塩を追加する。
(4) トレイ上でタッピングの終了した測定容器のカバーをはずし、平板で余分の検塩をすり切る。
(5) 測定容器に入れたまま、質量を0.1 gまで正しくはかる。
(6) これらの操作を3～5回繰り返し、平均して密充填かさ密度とする[5]。

4.4 計算と表示

疎充填かさ密度及び密充填かさ密度は、次式によって小数第3位まで算出し、第2位に丸める[7],[8],[9]。

かさ密度(g/mL)＝検塩の質量(g)／100(mL)

なお、使用した装置を併記する。

4.5 備考

(1) 測定装置の形状、ふるいの目開き、ふるい落しの高さ及び充填速度等の充填条件あるいは装置、方法によって測定結果が異なる。従って、機器、方法が統一されていることが望ましい。
(2) 粒径が大きい時や水分が多くて検塩がふるいを通過しない時は、ふるいの網目を大きくするか、又は更に大きなふるい目開きの上に適切な目開きのテフロン製の網等を載せ、ふるいと同じ高さから直接充填する。
(3) 外部からの振動は測定値に大きく影響するので、外から機械的振動が伝わらないことを確認し、測定する。
(4) 測定には水分の影響が極めて大きいので、測定中の吸放湿を少なくするとともに、操作は迅速に行う。
(5) 一度測定した試料は物性値、状態が変化するので、再度使用しない。
(6) タッピング装置を付帯したかさ密度測定装置を用いるとよい。
(7) かさ密度の表示とともに、平均粒径及び水分を併記することが望ましい。
(8) 圧縮度は次式により求める。

圧縮度(%)＝(密充填かさ密度－疎充填かさ密度)×100／密充填かさ密度

(9) 本法に準じて手動で行なった場合は、報告値に付記する。

5. 安息角(落下法)

5.1 要旨

検塩を平板上に落とした時の堆積角度を測定する。
本法は水分が少ない塩に適用する。

5.2 装置及び器具

(1) 測定装置
検塩を平板上に一定の高さから落下させる機能を持つ粉体物性測定用装置を用いる。

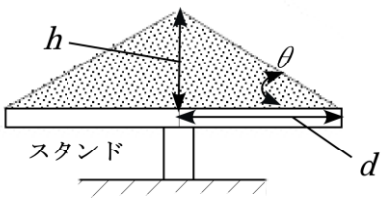


図 5　安息角の測定
θ：堆積角度(deg.)
h：円錐高さ(mm)　d：円錐版半径(mm)

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

5.3 操作

(1) 装置に定められた操作方法に従って機器を調整し、検塩を円錐型の水平板の上にふるいを通して落下させ、円錐の山を形成させる(1)。

(2) 分度器を用い、検塩の堆積角度(θ)を測定する(2)。(図5)

(3) 操作(1)～(2)を3回繰り返し、平均して安息角(deg.)とする。

5.4 計算と表示

(1) 安息角は整数(deg.)で示し、使用した装置を併記する(3)。

5.5 備考

(1) ある程度の山になるまで落下速度は速くてもよいが、山の高さの変化が小さくなったら頂上付近の変化に影響を与えないように速度を遅くする。

(2) 分度器の代わりに、円錐板半径d(mm)と形成した円錐高さh(mm)を測り、以下の式により求め、整数に丸めて安息角としてもよい。

$$\theta\,[\mathrm{deg}]=\tan^{-1}(h/d)$$

(3) 本法に準じて手動で行なった場合は、報告値に付記する。

6. 参考法

6.1 固結強さ

6.1.1 要旨

固結した検塩を圧縮破壊して、破壊時の応力を測定する。本法の適用範囲は、固結強さ0.1～30 kg/cm²とし、一定の大きさのテストピースが成形できるものとする。

6.1.2 装置及び器具

(1) 圧縮物性測定器

圧縮物性測定器は歪ゲージ式センサーとデジタルインジケータより構成され、垂直荷重を歪ゲージ式センサーで検出し、電気信号に変換する機構を有する(図6)。歪ゲージ式センサーの必要な感度は0.1 kg、校正の方法は内蔵された装置によりキャリブレーションをとり、スパン調整を行うものである。

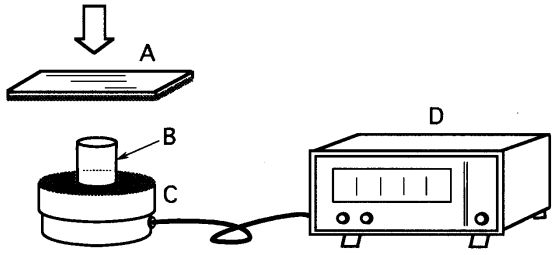


図 6　圧縮物性測定器の一例
A：クッション材付き押し板
B：テストピース
C：歪みゲージ式センサー（ロードセル）
D：デジタルインジケータ

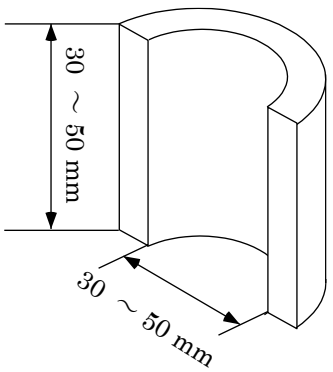


図7　成形型

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(2) 成形型

テストピースを成形するために、図7のような成形型を使用する。この成形型はテストピースの直径に相応する硬質塩化ビニル管、又はステンレス管を二つ割りして作製する。

6.1.3 操作

(1) テストピース(固結強さ測定用試料)の調製

固結した検塩から、テストピースとほぼ相似でやや大きめの塊まりを、のこぎりで必要個数[1]切り出した後、所定の寸法より1 mm程度大きな外径キャリパスではかりながら円柱体に成形しテストピースとする。なお、テストピースの形状は、直径と高さが等しく、寸法が30 mmのものを標準とする。また、円柱の軸方向は保管中の荷重方向に一致させる[2),3)]。

(2) 固結強さの測定

調製したテストピースをロードセル上に載せ、圧縮圧力を均一に伝達するためのクッション材等を張り合わせた押し板をテストピースの上に置き、その上から手で静かに荷重をかける。デジタルインジケータでテストピース破壊時の最大荷重を読み取る。

6.1.4 計算と表示

固結強さは、次式により小数第2位まで求め、第1位に丸める。

$$\text{固結強さ}(\mathrm{kg/cm^2}) = \text{破壊時の荷重}P(\mathrm{kg}) / \text{テストピースの断面積}A(\mathrm{cm^2})$$

6.1.5 備考

(1) 複数個のテストピースについて測定し、平均値で表示する。

(2) テストピースの直径及び高さは、20 mm ϕ ×20 mmh～50 mm ϕ ×50 mmhの大きさとするが、固結強さの程度等に応じて変化させてよい。但し、最大径及び高さは50 mm程度とする。

(3) テストピースはできるだけ直円柱状に仕上げる。特に両底面は平行で、円周部が欠けないようにする。

6.2 固結率(ふるい分け法)

6.2.1 要旨

6.1の方法では固結強さの測定が難しいような弱い固結の試料、あるいは部分的な固結のある試料について固結した部分の質量割合を測定する。本法の適用範囲は、通常2 mm以上の大きさの固結した塩塊を含む試料とする。

6.2.2 装置及び器具

(1) テフロン網[1]

テフロン網の目開きは固結していない塩が全量通過するもので、最大粒径の5倍以下とし、最小2 mmとする。網の大きさ(縦×横)は、小物塩製品では30×30 cm、重包装塩製品では1×1 m程度あると便利である。

6.2.3 操作

(1) 検塩をスコップ等を用いて、テフロン網上に静かに落下させる。塊があった場合は静かに取り出し、残留分に加える[2),3)]。

(2) テフロン網上の残留分の質量を測定し、検塩の全質量で除して固結率(%)とする[4]。

6.2.4 計算と表示

固結率は、次式により小数第1位まで求め、実数に丸める。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

固結率

固結率(%)＝テフロン網上の残留量(g) ×100／検塩量(g)

なお、テフロン網の目開きと検塩の全質量を併記する。

6.2.5　備考

(1) 平均粒径400 μm程度の一般的な乾燥塩の場合、網目の目開きは2 mmを用いるとよい。

(2) 小物塩製品及び重包装塩製品に適用できるが、一連の検塩に対しては同一目開きのテフロン網を用いる。

(3) 湿潤塩でテフロン網を通過し難いものは、網目の目開きを大きくし、かつ、網の下から指で軽くたたきながら分別する。

(4) 操作上のバラツキが非常に大きいので、検塩数は5点以上が望ましい。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

付録Ⅰ　海水、かん水及びにがりの試験方法

1.　適用範囲

この試験方法は塩の生産に係る海水、かん水及びにがり(母液を含む)の調査、検査に必要な化学分析法及び物理試験法について記載する。但し、にがりは常温のものとする。

2.　通則

下記に示した項目以外は塩試験方法の A.化学試験方法 2.通則に準じる。また、物理試験とは、温度、比重及び濁度の測定を行うことを指す。

2.1　分析結果のまとめ方及び表示

(1) 分析結果は、海水では1 L中の質量(g)、かん水及びにがりでは重量百分率で表わすことを原則とし、いずれの場合でも比重を併記する。海水及びかん水の場合にモル濃度(mol/L)で表示する場合は、g/Lの換算値から表1によって算出する。又、海水について百分率で表示する必要のある時は、それぞれの分析結果の報告値より次式によって求める。

百分率(%)＝報告値／(試料海水の比重×10)

(2) 微量成分の測定値はmg/L又はmg/kg表わす。

(3) 測定値は、A.化学試験方法 2.通則の表２に準じて必要なケタ数まで求める。項目に示されている場合はそれに従う。

(4) 主成分の許容差は、A.化学試験方法のそれぞれの項目に示された許容差に準じる。

(5) 微量成分の許容差は、平均測定値の10%を目安とする。

(6) 分析は、同一分析室において2回行い、2回の測定値が許容差を超える時は、検液調製からやり直す。

表1　単位換算係数表

区　　分	g/L→mol/L	mol/L→g/L
酸消費量($CaCO_3$相当量)	0.00999	100.086
Cl	0.02821	35.453
Br	0.01252	79.904
SO_4	0.01041	96.062
Ca	0.02495	40.078
Mg	0.04114	24.305
K	0.02558	39.098
Na	0.04350	22.990

3.　温度

3.1　要旨

試料に棒状温度計を差し入れて示度を読み取る。

3.2　器具

最小目盛が0.5 ℃以下の棒状水銀温度計を用いる。

3.3　操作(1)

(1) 温度計を試料中に差し入れる。この場合、球部ばかりでなく管部も共に試料中に入れ、管中の水銀の

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

上がった部分もなるべく試料中にあるようにする。

(2) 温度計を正規の位置に置いて目盛面に垂直の方向から見て読み取る。

(3) 水銀柱の止まった位置が示度の中間にある時は、近い方の示度を読み取る。

3.4 備考

(1) 温度測定方法　　JIS Z 8710又はJIS Z 8705に準拠する。

4. 比重

4.1 要旨

試料に比重計(浮ひょう)を浮かべ、液面における示度を読み取る。

4.2 器具

(1) 比重計(浮ひょう)[1]

液中に垂直に浮かべ、頚部の目盛りによって比重を読むものを用いる。この比重計はJIS B 7525に規定された大形又はJIS K 2249に規定されたI形と同等かそれ以上のものを用いる。

(2) シリンダー

ガラス製であって、比重計の読みを妨げる歪みのないものとする。その大きさは比重計を液体に浮かべた時、比重計の各部からシリンダーの内壁及び底部まで1 cm以上なければならない。

(3) 温度計

3.2の温度計を用いる。

4.3 操作

(1) 試料[2]をシリンダーにとり、気泡の消えるのを待って表面の試料を少量捨てる。

(2) 比重計の上端を清潔な布で軽く摘み、気泡の付かないように静かに試料中に浮かべる。

(3) 比重計が静止した後、メニスカスの上縁に相当する目盛を読む。

(4) 比重計は1目盛の1/2まで読み取る。

(5) 比重を測定した後速やかに温度計を差し入れ、試料温度を測定する。

4.4 表示[3],[4]

(1) 比重計の読みから次のようにして表わす。

$$d\,{}^{t}_{t_0} = \text{比重}$$

但し、t は測定時の試料の温度(℃)、t_0 は基準とした水の温度(℃)、通常は15 ℃である。

(2) 測定の操作は2～3回繰り返し、その読みの平均値を試料の比重とする。

4.5 備考

(1) 比重計は、頚部はもちろん胴部に油脂類が着いていると誤差を生じるから直接手を触れないようにする。もし比重計に油脂類や手垢が着いている時は、セッケン水等で洗浄した後、水でよく洗って用いる。

(2) 試料中の懸濁物が多い場合は、ろ紙(5種A)でろ過してから用いる。

(3) 比重(d)からボーメ度(° Bé)を求める時は次式による。

$$^{\circ}\text{Bé} = 144.3 \times (d - 1) / d$$

(4) 標準温度以外の温度で測定を行った時の補正方法、及び比重計が校正された時の液体の表面張力と異なる表面張力をもつ液体を測定した時の補正方法は、JIS Z 8804による。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

5. 濁度

5.1 要旨

濁度とは水の濁りの程度を示すもので、視覚濁度、透過光濁度、散乱光濁度及び積分球濁度に区分して表示する。ここでは積分球濁度について記述する。積分球濁度は水中の粒子による散乱光の強度と透過光の強度との比を求め、カオリン標準液又はホルマジン標準液を用いて作成した検量線から求める[(1),(2)]。

5.2 装置

積分球式濁度測定装置[JIS K0101 9.4(2)]を用いる。

5.3 試薬

(1) 水

蒸留水、又はイオン交換樹脂法で精製した水を孔径約0.1 μmのろ過材を用いてろ過し、最初のろ液約200 mLを捨てた後のろ液を用いる。

(2) カオリン標準液[100度(カオリン)]

精製カオリン1.00 gを適量の水に分散させた後メスフラスコ(1 L)に移し入れ、水約800 mLとホルムアルデヒド液(約37 %)約10 mLを加え、更に標線まで水を加える。よく振り混ぜた後、直ちに100 mLをメスフラスコ(1 L)にとり、標線まで水を加える。

(3) ホルマジン標準液[40度(ホルマジン)]

硫酸ヒドラジニウム1.00 gを適量の水に溶かしてメスフラスコ(100 mL)に入れ、標線まで水を加える。別にヘキサメチレンテトラミン10.0 gをとり、適量の水に溶かしてメスフラスコ(100 mL)に入れ、標線まで水を加える。この両溶液それぞれ10 mLをメスフラスコ(200 mL)にとり、よく振り混ぜ、液温25±3 ℃で24時間放置した後、標線まで水を加える。更にこの液10 mLをメスフラスコ(100 mL)にとり、標線まで水を加える。

5.4 操作

(1) 水を入れた吸収セル(50 mm)とトラップを光路に入れ、指示値をゼロに調整する。次にトラップに標準白板を挿入し、指示値が100になるように調整する。

(2) 次に水を入れた吸収セル(50 mm)に代え、よく振り混ぜた試料[(3),(4)]を入れた吸収セル(50 mm)とトラップ(標準白板は入れない)を光路に入れて散乱光の強度T_dを測定する。

(3) 続いてトラップに標準白板を挿入して、試料の全透過光の強度T_tを測定する。

(4) (T_d／T_t)×100の値を算出し、別に作成した検量線から試料の積分球濁度を求める。

5.5 検量線の作成

カオリン標準液[100度(カオリン)]0.2～5 mL、又はホルマジン標準液[40度(ホルマジン)]0.5～12.5 mLをメスフラスコ(100 mL)に段階的にとり、標線まで水を加え(この溶液の濁度は、カオリン及びホルマジンとも0.2～5度)、操作の(1)～(3)を行い、標準溶液の濁度と(T_d／T_t)×100との関係線を作成し、検量線とする。

5.6 表示

(1) 有効数字2ケタとして報告値とし、いずれの標準溶液を用いたかを明記する。

(2) 許容差は測定値の10 %とする。

5.7 備考

(1) 海水の濁度測定方法として、他にMF法、コールターカウンター法がある。

(2) 測定方法はJIS K 0101の9.濁度に準拠する。

(3) 試料採取容器は細口ガラス容器を用い、ふたはシリコン栓が望ましい。

(4) 濁度は変化しやすいので、試料採取後直ちに測定することが望ましい。しかし、それができない場合

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

は、超音波による分散を行ってから測定する。

6. pH

6.1 要旨 ガラス電極のpH計を用いて試料のpHを測定する。

6.2 装置 塩試験方法A.8.6.2(1)の装置を用いる。

6.3 試薬 塩試験方法A.8.6.3の試薬を用いる。

6.4 操作

(1) pH計の調節方法は塩試験方法A.8.6.4の操作に準拠する。

(2) 試料の測定は電極を試料で数回洗った後試料中に浸し、pH計の指示が静止した時の目盛りを読み取る。

6.5 表示 塩試験方法A.8.6.5の表示に準拠する。

6.6 備考 塩試験方法A.8.6.6の備考に準拠する。

7. 検液の調製

7.1 要旨

試料をろ過し、水で一定量に希釈する。

7.2 操作[1),2)]

(1) 試料を乾いたろ紙でろ過し、最初のろ液約20 mLを捨ててから表2の採取量の約5倍を試薬瓶に受ける。

(2) 表2の採取量[3)]を正しくはかりとりメスフラスコ(500 mL)に移し入れ、水を標線まで加えて検液とする。

(3) これを2個調製し、各成分の定量においては、それぞれから別に検液をとって分析を行い、2個の測定値を求める。

表2 試料採取量

試料	海水	かん水	にがり
採取量	50 mL	10 mL(質量測定)	約8 mL(質量測定)

7.3 備考

(1) 検液の調製は必要に応じて物理試験を行ったものと同一試料について、原則として直ちに行う。

(2) 高温のにがりについては、以下の方法を用いるとよい。にがりを細口ガラス製魔法瓶(90 ℃で2時間以上保てるもの)に採取し、せっこうスケールを沈降させ、この上澄み液約100 gを正しくはかりとり、水で1:1に希釈して試料とする。この試料については、約20 mLを採取して検液を調製する。

(3) 測定成分の含有量によって、試料量を増減してもよい。

8. 主成分

8.1 要旨

検液について、塩試験方法に従い、主成分を定量する。

8.2 装置及び器具

塩試験方法 A.化学試験方法の各項目に従う。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

8.3 **操作**

(1) 各項目については表3に示した検液量を採取するか希釈して測定に用いるが、液の組成及び成分濃度によっては検液量を増減するか、検液の希釈倍率を変更する。

(2) 操作は塩試験方法の各項目に従う(1)。

表3　検液の採取量及び調製

項目	塩試験方法	海　水	かん水	にがり	
				イオン膜製塩にがり	海水蒸発にがり
塩化物イオン	A.4.4 モール法	25 mL	25 mL	10 mL	10 mL
カルシウム	A.4.5.1 キレート滴定法	25 mL	25 mL	10 mL	25 mL (0.02 %以上)
	A.4.5.2　ICP発光分光分析法 A.5.1.1 原子吸光法	—	—	—	2倍に希釈して標準添加法
マグネシウム	A.4.5.1 キレート滴定法	25 mL	25 mL	10倍希釈した検液を10 mL*	10倍希釈した検液を10 mL*
硫酸イオン	A.4.6.1**クロム酸バリウム吸光光度法	10倍希釈した検液を25 mL	25 mL	25 mL	10倍希釈した検液を25 mL
	A.4.6.2*** イオンクロマトグラフ法	20倍希釈して測定	20倍希釈して測定	10倍希釈して測定	100倍希釈して測定
カリウム	A.4.7**** フレーム光度法	そのまま測定	そのまま測定	10倍希釈して測定	5倍希釈して測定
ナトリウム	A.4.8 結合計算法	計算による	計算による	計算または検液を20倍希釈して直接定量	計算または検液を100倍希釈して直接定量

*：マグネシウム量が2～20 mgになるように検液を採取し、0.1 mol/L EDTAを用いてもよい。
**：硫酸イオン量が0.2～2 mgになるように検液を採取する。
***：測定検液中硫酸イオン濃度が20 mg/L以下、塩化物イオン濃度が0.05 %以下になるように調製する。
****：測定検液中カリウム濃度が100 mg/L以下になるように調製する。

(3) にがり中のナトリウムをフレーム光度法で測定する場合（JIS K 0102に準拠する）

装置、器具等は塩試験方法の4.7のカリウムに準拠し、波長589.0 nmの輝線の強度を測定するか、又はナトリウム干渉フィルターを用いて測定する。試薬、操作は以下に従う。

(a) 試薬

(i) ナトリウム標準原液(1 mg/mL)

塩化ナトリウム(標準試薬 JIS K 8005)約2.5 gを磁製るつぼにはかりとり、600 ℃で1時間加熱し、デシケーター中で30～60分間放冷した後、その全量をはかり瓶に移し入れ塩化ナトリウムの質量を正しくはかる。これを水に溶かしてメスフラスコ(1 L)に入れ、標線まで水を加える。保存はポリエチレン瓶を用いる。この溶液のファクターf_{Na}は次式によって小数第4位まで算出し、第3位に丸める。

$$f_{Na}=\frac{\text{塩化ナトリウム採取量(g)}}{2.542}\times\frac{\text{純度(\%)}}{100}$$

(b) 操作

(i) ナトリウム標準原液(1 mg/mL)を表4に従いメスフラスコ(1 L)に正しくはかりとり、標線まで水を

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

加える。

(ⅱ) 水を噴霧して指示値がゼロを示すように調節し、No.5の液を噴霧して指示値が100を示すように調節し、この操作を数回繰り返した後、上記の溶液を順次噴霧して検量線を作成する。

(ⅲ) 8.3(2)で調製した検液を噴霧して、指示値を読み、検量線から試料中のナトリウム濃度を求める。

表4　検量線用標準溶液

試料No.	ナトリウム濃度 (mg/L)	ナトリウム標準溶液 採取量(mL)
No.1	2	2
No.2	5	5
No.3	10	10
No.4	15	15
No.5	20	20

8.4　計算と表示

それぞれの成分について、対応する塩試験方法の項目・方法の備考に示された計算式を参照して測定値を計算し、2.1によって報告値を求める。

塩化ナトリウムについては、通常の場合は塩試験方法のA.4.8に準じて計算によって求める。にがりのようにナトリウムを直接フレーム光度法で測定した場合は次式によって求める。

$$\text{にがり中の塩化ナトリウム(\%)} = \text{にがり中のナトリウム(\%)} \times \frac{58.443(\text{NaCl})}{22.990(\text{Na})}$$

$$= \text{にがり中のナトリウム(\%)} \times 2.542$$

8.5　備考

(1) カリウムの検量線用標準溶液は次のように調製する。塩試験方法A.4.7.3(1)のカリウム標準原液(1 mg/mL)を表5に従いメスフラスコ(1 L)に正しくはかりとり、塩化ナトリウム1 gを加えた後、標線まで水を加える。

表5　検量線用標準溶液

試料No.	カリウム濃度 (mg/L)	塩化カリウム 標準原液(mL)	塩化ナトリウム (g)
No.1	0	0	1
No.2	10	10	1
No.3	25	25	1
No.4	50	50	1
No.5	75	75	1
No.6	100	100	1

9.　微量成分

9.1　臭化物イオン(イオンクロマトグラフ法)

9.1.1　要旨

7.の検液について、塩試験方法A.化学試験方法に準じ、イオンクロマトグラフ法により臭化物イオンを定量する。

9.1.2　装置、器具及び試薬

塩試験方法のA.6.15の各項に準ずる。

9.1.3　操作

(1) 原則として表6に示した検液量を正しく採取するか検液を調製して測定に用いるが、臭化物イオン濃度

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

によっては検液量を増減してもよい。

(2) 操作は塩試験方法の各項目に従う。

表6　検液及び試料採取量

海水	かん水	にがり	塩試験方法
7.2の検液を10倍希釈	7.2の検液を20倍希釈	7.2の検液を50倍希釈	A.6.15

9.2　リン酸イオン(モリブデンブルー吸光光度法)

9.2.1　要旨

塩試験方法A.化学試験方法に準じ、海水、かん水及びにがり中のリン酸イオンをモリブデンブルー吸光光度法により定量する。

9.2.2　装置及び器具

(1) 光電分光光度計又は光電光度計

9.2.3　試薬

塩試験方法A.6.16.3を用いる

9.2.4　操作

(1) 海水50 mLをビーカー(100 mL)に正しくはかりとり、七モリブデン酸六アンモニウム-L-アスコルビン酸混合溶液4 mLを加えて混合し、検量線作成時とほぼ同じ温度で15分間放置し、リン酸イオンの測定用検液とする。かん水は10 g、にがりは5 gをメスフラスコ(50 mL)に正しくはかりとり、水を標線まで加えた後、同様の操作を行って測定用検液とする。

(2) この溶液の一部を吸収セルに移し、水を対照として波長880 nm(又は710 nm)の吸光度を測定し、別に作成した検量線からリン酸イオンの定量値(μg)を求める。

(3) 検塩を加えずに水を加えて同一操作を行って求めた空実験値を、定量値から差し引いてリン酸イオン量(μg)を求める。

9.2.5　検量線の作成

リン酸イオン標準溶液(5 μg/mL)の1～20 mLをメスフラスコ(50 mL)に段階的に正しくはかりとり、水を標線まで加えた後、七モリブデン酸六アンモニウム-L-アスコルビン酸混合溶液4 mLを加えて混合して15分間放置し、操作の(2)を行い、リン酸イオン量(μg)と吸光度の関係線を作成し、検量線とする。

9.2.6　計算と表示

リン酸イオンは次式によって測定値を計算し、報告値(有効数字2ケタ)を求める。

$$\text{リン酸イオン(mg/L)} = \text{リン酸イオン量(μg)} \times f_{PO_4} / \text{試料採取量(mL又はg)}$$

9.3　その他微量成分

9.3.1　ニッケル、銅、亜鉛、カドミウム及び鉛(原子吸光法)

9.3.1.1　要旨

塩試験方法のA.化学試験方法に準じ、海水、かん水及びにがり中のニッケル、銅、亜鉛、カドミウム及び鉛を原子吸光法により定量する。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

9.3.1.2 装置

原子吸光分析装置は定められた操作方法に従って調節する。

9.3.1.3 試薬

使用する試薬は塩試験方法の各項目に従い調製する。

9.3.1.4 操作方法

(1) 各項目について海水100 mL、かん水100 g、にがり20 gをビーカー(200 mL)に正しくはかりとる。にがりの場合は、水80 mLを加える。(微量成分の濃度によっては検液量を増減してもよい)

(2) 硝酸(1+1)10 mLを加えて加熱して10分間煮沸する。

(3) 以下表7に示す塩試験方法の各項目の操作に従って処理して測定する。

表7　対象試験方法

測定項目	塩試験方法
ニッケル	A.6.7.1
銅	A.6.8.2
亜鉛	A.6.9.1
カドミウム	A.6.10.1
鉛	A.6.13.1

9.3.2 ストロンチウム、鉄、亜鉛、ニッケル、クロム、銅、鉛、マンガン及びヒ素(ICP発光分光分析法)

9.3.2.1 要旨

塩試験方法のA.化学試験方法に準じ、海水、かん水及びにがり中のストロンチウム、鉄、亜鉛、ニッケル、クロム、銅、鉛、マンガン及びヒ素をICP発光分光分析法により標準添加法で定量する。

9.3.2.2 装置

誘導プラズマ発光分光分析装置は機器に定められた操作方法に従って調節する。

9.3.2.3 試薬

使用する試薬は塩試験方法の各項目、分析方法に従い調製する。

9.3.2.4 操作

(1) 測定用検液の調製

(a) 試料[海水：50 mL、かん水：10～25 mL(重量測定)、にがり：10 mL(重量測定)]を3個のビーカー(100 mL)にはかりとり(かん水及びにがりの場合は水を加えて約50 mLとする)、硝酸(1+1)10 mL[ヒ素を測定する場合、塩酸(1+1)10 mL]を加えた後、加熱して約10分間煮沸してから冷却する。

(b) メスフラスコ(100 mL)3本に移し入れ、うち2本に目的元素の標準溶液を添加した後(1)、水を標線まで加えて測定用検液とする。

(2) 測定

(a) 装置を調整し、3本の検液をプラズマトーチ中に噴霧させ、目的元素の波長の発光強度を測定する。ヒ素(2)は、塩試験方法A.6.14.2.4(3)以下に従い、水素化物発生法により測定する。

(b) グラフ用紙の横軸に目的元素の添加量を目盛り、指示値を縦軸に目盛り、3点を直線で結び、その延長線が横軸と交わった点を原点からのμg単位で目的元素量を読み取る。

9.3.2.5 計算

目的元素(mg/L又はmg/kg)＝目的元素量(μg)×f／検液量(mL又はg)

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

9.3.2.6 備考

(1) 添加する濃度は装置の感度及び含有量によって調整する。

(2) ヒ素は、塩試験方法A.6.14.2に従い、検量線法により測定できる。この場合、検液量は海水50 mL、かん水10～25 mL(重量測定)、にがり10 mL(重量測定)とする。

9.3.3 鉄(フェナントロリン吸光光度法)

9.3.3.1 要旨

塩試験方法のA.化学試験方法に準じ、かん水及びにがり中の鉄を吸光光度法により測定する。

9.3.3.2 装置及び試薬

装置は光電分光光度計又は光電光度計を用い、試薬については、塩試験方法A.6.6.1.3に従い調製して用いる。

9.3.3.3 操作

検液量は、かん水200 mL(重量測定)、にがり20 gとし、塩試験方法A.6.6.1.4に従い操作する。鉄の含有量によっては、検液量を増減する。

9.3.4 水銀(還元気化原子吸光法)

9.3.4.1 要旨

塩試験方法のA.化学試験方法に準じ、にがり中の全水銀を還元気化原子吸光法により測定する。

9.3.4.2 装置及び試薬

塩試験方法A.6.11.2及び3に示した装置及び試薬を用いる。

9.3.4.3 操作

にがり10 gについて、塩試験方法A.6.11.4の操作に従って測定する。

9.3.4.4 備考

(1) 塩試験方法A.6.11.7(4)に従って操作することにより水素化物発生ICP発光分光分析法でも測定できる。

9.3.5 ヒ素(ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法)

9.3.5.1 要旨

塩試験方法のA.化学試験方法に準じ、にがり中のヒ素をジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法により測定する。

9.3.5.2 装置及び試薬

塩試験方法A.6.14.1.2及び3に示した装置及び試薬を用いる。

9.3.5.3 操作

にがり10 gについて、塩試験方法A.6.14.1.4の操作に従って測定する。

9.3.5.4 備考

(1) 塩試験方法A.6.14.2に従って操作することにより水素化物発生ICP発光分光分析法でも測定できる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

10. 化学的酸素要求量(COD_{Mn})(100 ℃における過マンガン酸カリウムによる酸素消費量)

10.1 要旨

ろ過した試料を酸性とし、過マンガン酸カリウム標準溶液を加えて、沸騰水中で30分間反応させ、その時消費した過マンガン酸カリウムの量から、相当する酸素消費量を求め、過マンガン酸カリウムによる酸素消費量を測定する。試料は変質しやすいので、採取後直ちに行う。この方法は海水に適用する。本法の適用範囲はCOD_{Mn} 30 mg/L未満とする。

10.2 装置及び器具

(1) ガラスろ過器

(2) めのう乳鉢

(3) ウォーターバス

(4) セミミクロビュレット

10.3 試薬

(1) 硫酸(1+2)

水2容に硫酸1容をかき混ぜながら徐々に加えた後、薄い紅色を呈するまで過マンガン酸カリウム溶液(0.5 %)を加える。

(2) 硫酸銀

硫酸銀(Ag_2SO_4)をめのう乳鉢でよくすりつぶし、褐色瓶に保存する。

(3) シュウ酸ナトリウム標準溶液(0.0125 mol/L)

シュウ酸ナトリウム($Na_2C_2O_4$)(JIS K 8005)をあらかじめ150～200 ℃で40～60分間加熱し、デシケーター中で放冷した後、シュウ酸ナトリウム100 %に対し、1.675 gを正しくはかりとり、水に溶かしてメスフラスコ(1 L)に入れ、標線まで水を加える。この1 mLは0.2 mgOに相当する。

(4) 過マンガン酸カリウム標準溶液(0.005 mol/L)

過マンガン酸カリウム($KMnO_4$)0.8 gを水1,100 mLに溶かし、1～2時間煮沸してから冷却し、一夜放置した後上澄液をガラスろ過器(3G4)で吸引ろ過し(前後に水洗いしてはならない)、あらかじめよく乾燥した褐色瓶に保存する。この溶液のファクターf_{KMnO_4}は次のようにして定める。水100 mLを滴定用フラスコ(300 mL)にとり、硫酸(1+2)10 mLを加え、これにシュウ酸ナトリウム標準溶液(0.0125 mol/L) 10 mLを加え、60～80 ℃に保ちながら、この過マンガン酸カリウム標準溶液で滴定する。別に水100 mLに硫酸(1+2)10 mLを加えたものについて空実験を行って補正する。補正したmL数(X)から、過マンガン酸カリウム標準溶液のファクターf_{KMnO_4}を、次式で小数第4位まで求め、第3位に丸める。

$$f_{KMnO_4} = 10 / X$$

10.4 操作

(1) ろ過した試料[1]10 mLを滴定用フラスコ(50 mL)にとり、水を加えて全量を25 mLとした後、これに硫酸(1+2)1 mL、硫酸銀1 gを加え[2]、激しく振り混ぜ、過マンガン酸カリウム標準溶液(0.005 mol/L) 1.0 mLを正しく加えて沸騰水浴中にフラスコを入れ、正しく30分間加熱する。沸騰水浴の水面は、常に試料面よりも上部にあるようにする。

(2) 次に、シュウ酸ナトリウム標準溶液(0.0125 mol/L)1 mLを正しく加え、60～80 ℃に保ちながら過マンガン酸カリウム標準溶液(0.005 mol/L)で逆滴定し、液の色が薄い紅色を呈する点を終点とし、その量をb mLとする。別に同一条件で空実験を行い、その量をa mLとする。

10.5 計算と表示

(1) 次式によって小数第2位まで算出し、第1位に丸めて100 ℃における過マンガン酸カリウムにおける酸素消費量(COD_{Mn}) とする。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

$$COD_{Mn}(mg/L)=(b-a)\times f_{KMnO_4}\times\frac{1,000}{10}\times 0.2$$

(2) 許容差は30 mg/L未満で2.0 mg/Lとする。

10.6 備考

(1) 試料の量は濃度によって増減しても良い。しかし、沸騰水浴中で30分間反応後の残留過マンガン酸カリウム標準溶液が添加量の1/2量以上残るように採取する。

(2) 硫酸銀を添加するのは海水中の塩化物イオンの妨害をマスキングする為で、200 mgの塩化物イオンは硫酸銀0.9 gに相当するので採取量を増やした場合はそれに見合った硫酸銀を添加する。硫酸銀を増やした場合は、おのおの硫酸銀量に対する空実験値を求めて補正する。

11. 溶存酸素(DO)

11.1 要旨

硫酸マンガンと、アルカリ性ヨウ化カリウム-アジ化ナトリウム溶液とを加えて、水酸化マンガン(Ⅲ)を生成させる。次に硫酸を加えて沈殿を溶かし、遊離したヨウ素をチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定して溶存酸素を測定する。この方法は海水に適用する。本法の適用範囲は溶存酸素1 mg/L以上とする。

11.2 装置及び器具

(1) 溶存酸素測定瓶　　JIS K 0101 19,(2),(a)の培養瓶100 mLを用いる。

(2) ビュレット

11.3 試薬

(1) アルカリ性ヨウ化カリウム-アジ化ナトリウム溶液

水酸化カリウム(KOH)350 g及びヨウ化カリウム(KI)75 gをそれぞれ水に溶かし、これを混ぜ合わせ、水を加えて500 mLとする。別にアジ化ナトリウム(NaN_3)5 gを20 mLの水に溶かし、これも混ぜ合わせる。ポリエチレン瓶に入れて暗所に保存する。

(2) 硫酸マンガン溶液

硫酸マンガン四水和物($MnSO_4\cdot 4H_2O$)240 gを水に溶かして500 mLとする。

(3) デンプン溶液

可溶性デンプン1 gを水約5 mLに混ぜ、熱水100 mL中によくかき混ぜながら加え、約1分間沸騰した後放冷する。この溶液は使用のつど調製する。

(4) チオ硫酸ナトリウム標準溶液(0.025 mol/L)

チオ硫酸ナトリウム五水和物($Na_2S_2O_3\cdot 5H_2O$)6.5 g及び炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)0.2 gを水に溶かして1 Lとし、これに3-メチル-1-ブタノール(イソアミルアルコール)約10 mLを加え、よく振り混ぜた後2日間放置する。この溶液1 mLの酸素相当量F_0(mg)は次のようにして定める。ヨウ素酸カリウム(JIS K 8005)を120～140 ℃で2時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、約0.18 gを正しくはかりとり、水に溶かしてメスフラスコ(200 mL)に入れ、標線まで水を加える。その20 mLを共栓三角フラスコ(300 mL)にとり、ヨウ化カリウム2 g及び硫酸(1＋5)5 mLを加え、直ちに密栓して静かに混ぜ合わせ、暗所に約5 分間放置する。これに水約100 mLを加えた後、遊離したヨウ素をこのチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、溶液の黄色が薄くなったら指示薬としてデンプン溶液1 mLを加え、生じたヨウ素デンプンの青い色が消えるまで滴定する。(滴定量a mL) 別に同一条件で空試験を行い(滴定量b mL)、次式によってチオ硫酸ナトリウム(0.025 mol/L)の酸素相当量F_0を算出する。

$$F_0=\text{ヨウ素酸カリウム採取量(g)}\times\frac{20}{200}\times\frac{\text{ヨウ素酸カリウム純度(\%)}}{100}\times\frac{1}{(a-b)\times 0.0008917}$$

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

11.4 操作(1),(2)

(1) 海水(3)を溶存酸素測定瓶に採取し、直ちに硫酸マンガン溶液1 mLとアルカリ性ヨウ化カリウム-アジ化ナトリウム溶液1 mLとをそれぞれピペットの先端を試料中に挿入し手早く加え、溶存酸素測定瓶中に空気が残らないように密栓する。

(2) 約1分間転倒を繰り返し、生成した沈殿が瓶の全体に広がるように十分に混ぜ合わせる。

(3) しばらく静置し、沈殿が沈降したら再び(2)の操作を行った後、静置する。

(4) 沈殿が沈降し、上澄液が瓶全体の1/2程度になったら開栓し、瓶の首に沿ってピペットで硫酸1 mLを加え、再び密栓して数回転倒させて沈殿を溶かす。

(5) この溶液の適量を分取し、三角フラスコに入れる。

(6) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.025 mol/L)で滴定し、溶液の黄色が薄くなってから指示薬としてデンプン溶液1 mLを加え、生じたヨウ素デンプンの青色が消えて無色になった点を終点とする。

11.5 計算と表示

次式によって小数第2位まで算出し、第1位に丸めて溶存酸素(mg/L)とする。

$$\text{溶存酸素(mg/L)} = A \times F_0 \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{1{,}000}{V_1 - 2} \times 0.2$$

A ：チオ硫酸ナトリウム標準溶液(0.025 mol/L)使用量(mL)

V_1 ：共栓を施した時の溶存酸素測定瓶の容量(mL)

V_2 ：滴定のために溶存酸素測定瓶から分取した試料量(mL)

2 ：溶存酸素測定瓶に加えたアルカリ性ヨウ化カリウム-アジ化ナトリウム溶液1 mLと硫酸マンガン1 mLの合計量(mL)

11.6 備考

(1) 水に残留塩素などの酸化性物質を含む場合は空試験として別の溶存酸素測定瓶を用いて試料を採取し、これにアルカリ性ヨウ化カリウム-アジ化ナトリウム溶液1 mLと硫酸1 mLとを加えて密栓し、転倒させて混ぜ合わせ、次に硫酸マンガン溶液1 mLを加えて密栓し、転倒させて混ぜ合わせる。これについて11.4(4)～(6)の操作を行った後滴定し、溶存酸素の量を補正する。

(2) 溶存酸素の測定に、溶存酸素計を用いてもよい。但し、操作は使用機器の操作方法に従って行い、塩分補正を行う。

(3) 試料中に鉄(Ⅲ)が共存する場合は硫酸の添加前に、フッ化カリウム(30 %)1 mLを加えれば、鉄(Ⅲ)100～200 mg/Lが含まれていても妨害しない。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

付録Ⅱ　輸入塩のサンプリング方法

1. 適用範囲

本項は、塩を船で輸入し、船から港に陸揚げした全量(ロット)から、デュープリキットサンプリングにより分析試料(小口試料)を採取する方法を示すものである。

2. 試料の採取

試料の採取は、ハッチサンプリングとベルトコンベアサンプリングとに区別する。ベルトコンベアサンプリングは、船が接岸して荷揚を行う場合に実施することができる。サンプリング方法はデュープリキットサンプリングとし、採取したインクリメントは採取順に大口試料採取容器A, Bに交互に採取保管する。(図1参照)

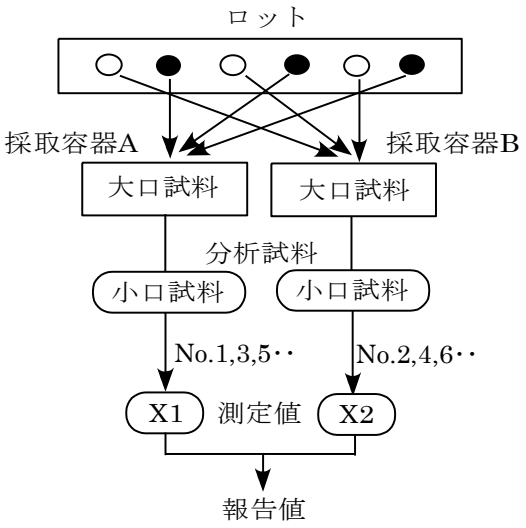


図1　デュープリキットサンプリング

2.1　ハッチサンプリング

(1) 船の各ハッチにおいては、ハッチごとにほぼ一定重量間隔で層を押し出し、各層より一定個数のインクリメントをランダムに採取する。但し、各ハッチとも最上層のインクリメント採取位置はランダムに選ぶものとし、1ハッチから抽出する層の数は5とする。

注) ・荷揚速度がほぼ一定とみなせる場合は、重量間隔の代わりに時間間隔を用いてもよい。
・やむを得ない場合は、層の数を減少することができる。
・ここでいう層とは、インクリメント採取の面を意味し、水平面とは限らない。

(2) 各ハッチ各層から採取するインクリメントの個数は次のとおりとする。
この場合、Wは1船の積載見込塩量(t)、wはそのハッチの積載見込塩量(t)、nはそのハッチから抽出する層の数とする。

(a) $25\,w \div nW$　　…… $W < 5{,}000$の場合
(b) $w \div 200n$　　…… $5{,}000 \leqq W \leqq 20{,}000$
(c) $100\,w \div nW$　　…… $W \geqq 20{,}000$

(3) インクリメントの大きさ及び採取用スコップは、JIS M 8100(粉塊混合物－サンプリング方法通則)5.6.1及び5.6.2による。この場合、スコップ番号は20以上とし、大塊があれば破砕した上で採取する。

2.2　ベルトコンベアサンプリング

(1) インクリメントはほぼ一定重量間隔で、かつベルト幅を横切るよう採取する。但し、荷揚速度がほぼ一定とみなせる場合は重量間隔の代わりに時間間隔を用いてもよい。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(2) インクリメント総数は、次の数値以上とする。

（a） 20 …… W＜8,000の場合

（b） W÷400 …… 8,000≦W≦20,000

（c） 50 …… W≧20,000

3. **小口試料の調製**

小口試料は、大口試料採取容器A,B別に採取したインクリメントを次の方法で縮分して調製する。

(1) 採取した大口試料をよく混合し、JIS M 8100, 6.5.3に示された二分器を用いて縮分する。

(2) 小口試料は、ポリエチレン製の広口ビンに入れ密封した後、封かんする。ポリエチレン製の広口ビンは内容量約500 mLの中ブタ付の広口ビンとし、中ブタは密閉が充分に可能であり、また外ブタはネジ閉め構造となっているものとする。

(3) 封緘は、外ブタをポリシート(15 cm角程度のもの)がけし、ビンの首の周囲にシーリングワイヤーを巻き付けてポリシートを縛り上げ、結び目の先につけた鉛玉をつぶして行う。なお、封緘には試料採取者の刻印が入るものとする。

(4) 小口試料には、A, Bのどちらの大口試料から調製したか分かる番号と、試料の履歴を添付する。

注) ・縮分に当っては、品質の変化、試料の損失、異物の混入がないよう注意して行う。

・二分器による方法以外の縮分方法についてはJIS M 8100を参照する。

小口試料の表示ラベル例

ｻﾝﾌﾟﾘﾝｸﾞ社名
SAMPLE （Ｎｏ. ） C/No.
Date of Sampling:
Origin:
Name of Vessel:
Ports: from to
Draft Weight:
Importer:
Consumer:
Importer:
Witness
Inspector:

4. **分析**

大口試料A, Bから調製した各1本の小口試料をそれぞれ分析し、2本の分析値の平均値を報告値とする。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

付録Ⅲ 衛生試験方法

1. 適用範囲

この試験方法は塩の検査に必要な衛生試験方法について記載する。本試験方法が対象とする塩は、海塩(天日塩を含む)、岩塩、湖塩及びそれらに準ずる塩とする。

2. 通則

以下に示すもの以外は、A. 化学試験方法の通則に従う。

2.1 試薬及び器具

(1) 試験に使用する試薬は原則として JIS 一級以上とする。

(2) 使用する器具、希釈水は、あらかじめ高圧蒸気滅菌しておく。

(3) 中試験管とは内径約 18 mm、長さ約 170 mm のものを示し、小試験管とは、内径約 13 mm、長さ約 100 mm の試験管を示す。

2.2 試験環境

試験環境については、JIS K 3701 を参照する。

2.3 廃棄物の処理

使用した培地、試薬及び器具類など、微生物と接触した物品などを廃棄する場合は、高圧蒸気滅菌を約 20 分間行い滅菌してから廃棄する。

3. 生菌及び大腸菌群

3.1 検液の調製

3.1.1 要旨

検塩を希釈水に溶かし、一定量に希釈する。

3.1.2 装置及び器具

(1) オートクレーブ

121±1 ℃で高圧蒸気滅菌できるものを用いる。

3.1.3 試薬

(1)希釈水[1]

生理食塩水、リン酸緩衝希釈水、ペプトン加生理食塩水のいずれかを用いる。

(a) 生理食塩水

塩化ナトリウム 8.5 g を水 1 L に溶かす。これの適量をガラス瓶又は三角フラスコに移し入れ、栓をした後、高圧蒸気滅菌を約 20 分間行う。

(b) リン酸緩衝希釈水

無水リン酸二水素カリウム 34 g を水約 500 mL に溶かし、これに水酸化ナトリウム溶液(1 mol/L)約

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

175 mL を加えて pH を 7.2 に調整し、水を加えて 1 L としたものを原液とする。この原液 1.25 mL をとり、水を加えて 1 L とする。これを(a)と同じ滅菌操作を行う。

(c) ペプトン加生理食塩水

ペプトン(2)1 g、塩化ナトリウム 8.5 g を水 1 L に溶かす。これを(a)と同じ滅菌操作を行う。

3.1.4 操作

(1) 検塩 25 g を正しくはかりとり、三角フラスコに移し入れ、希釈水 225 mL を加えて 30 秒～1 分間かき混ぜ、均質化したものを検液とする(3)(4)。

3.1.5 備考

(1) 調製された市販製品を用いてもよい。

(2) 肉製ペプトン、または、カゼイン製ペプトンのいずれかを用いるとよい。

(3) 細菌の分布が均一と思われる試料では 10 g を正しくはかりとり、希釈水 90 mL を加えて均質化してもよい。

(4) 調製した検液は、直ちに試験を行う。

3.2 生菌(標準平板培養法)

3.2.1 要旨

検液と標準寒天培地をペトリ皿中で混合し、好気的条件下で 35±1 ℃で 48±3 時間培養後に発生が認められるコロニー数から算定する。

3.2.2 装置及び器具

(1) オートクレーブ

121±1 ℃で加熱でき、器内圧力 0.2 MPa で使用できるものを用いる。

(2) 恒温培養器

35±1 ℃に調節できるものを用いる。

(3) 希釈瓶

中試験管など(JIS R 3503 及び JIS R 3505)を用いる。

(4) ペトリ皿

深型滅菌プラスチック製またはガラス製のものを用いる。

(5) 培地瓶

容量が 1 L などの硬質ガラス製を用いる。

(6) コロニーカウンター

3.2.3 試薬

(1) 標準寒天培地(1)

ペプトン(2)5.0 g、酵母エキス 2.5 g、ブドウ糖 1.0 g、寒天 15.0 g をはかりとり、培地瓶に移し入れ、水 1 L を加えて、寒天が溶けるまで加熱して溶かす(pH7.0～7.2)。高圧蒸気滅菌を約 20 分間行う。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

3.2.4 操作

(1) 検液 1 mL をはかりとり、希釈水 9 mL を入れた希釈瓶に加えてよく振り混ぜ、100 倍希釈検液とする。

(2) この希釈検液 1mL をはかりとり、希釈水 9 mL を入れた別の希釈瓶に加えてよく振り混ぜ、1, 000 倍希釈検液とする。

(3) 3 段階の検液、希釈検液のそれぞれ 1 mL をはかりとり、2 枚のペトリ皿にそれぞれ加える。

(4) 50 ℃以下で寒天が固まらない温度に保った標準寒天培地 15 mL を無菌的[3]に各ペトリ皿に加える。直ちに、検液、または、希釈検液と標準寒天培地をよく混ざるように静かによく混合する。

(5) 使用したのと同じ希釈水 1 mL をペトリ皿にとり、(4)の操作を実施し、対照試料とする。

(6) 培地が完全に固まるのを待つ。固まったものを平板とする。

(7) 平板を上下逆さまにして培養器に入れ、35±1 ℃で 48±3 時間培養する。

(8) 48±3 時間後に、コロニーカウンターを用いて、平板に出現したコロニーを計数する。

3.2.5 計算と表示

3.2.5.1 コロニー数の算定

(1) 全平板が 30 個未満のコロニー数である場合

試料 1 g 当たりのコロニー数を 300 CFU/g 以下とする。

(2) 1 平板に 30～300 個のコロニー数がある場合

a) 検液、100 倍希釈検液、または、1,000 倍希釈検液のいずれか 1 段階の希釈にのみ 30～300 個のコロニーが得られた場合

2 枚の平板のコロニー数の平均値を求める。

b) 検液及び 100 倍希釈検液、または、100 倍希釈検液及び 1,000 倍希釈検液に 30～300 個のコロニーが得られた場合

希釈段階ごとに 2 枚の平板のコロニー数の平均値を希釈率で除して 1 g あたりのコロニー数を求め、さらに、両段階の平均を求める。

$$\text{コロニー数} = \frac{\dfrac{A+B}{2d_1} + \dfrac{C+D}{2d_2}}{2}$$

A、B：低希釈のコロニー数

C、D：高希釈のコロニー数

d_1：低希釈の希釈率

d_2：高希釈の希釈率

例えば、100 倍に希釈（希釈率 0.01）した平板のコロニー数が 274 と 296、1,000 倍に希釈（希釈率 0.001）した平板のコロニー数が 33 と 35 の場合

$$\text{コロニー数} = \frac{\dfrac{274+296}{2\times 0.01} + \dfrac{33+35}{2\times 0.001}}{2} = 31{,}250$$

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(3) 全平板が 300 個を超えたコロニー数である場合

1,000 倍希釈検液を 3.2.4 における検液と読み替えて、操作をやり直す。

(4) 拡散集落のある場合

次の条件のものに限りそれ相当の部分を計測する。

a) 他の集落がよく分散していて、拡散集落があっても計測に支障のないもの

b) 拡散集落の部分が平板の 1/2 以下の場合

(5) 次のような場合は、試験室内事故とする。

a) 拡散集落の部分が平板の 1/2 以上を超え、コロニー数が測定できない場合

b) 対照とした平板に集落が認められ、汚染されたことが明らかな場合

c) その他不適当と思われる場合

3.2.5.2 菌数の表示

生菌数の表示は、算定対象とした平板のコロニー数を希釈率で除し、1 g あたりのコロニー数(CFU/g)として求める。生菌数は、有効数字 2 桁で示す。

3.2.6 備考

(1) 調製された市販製品を用いてもよい。

(2) カゼイン製ペプトンを用いるとよい。

(3) 操作において、周囲からの混入が生じやすいため、特に注意して手早く操作する必要がある。

3.3 大腸菌群(ブイヨン培地による方法)

3.3.1 要旨

検液と乳糖ブイヨン培地を混合し、好気的条件下で 35±1 ℃で 48±3 時間培養後にガスの発生を確認することにより、大腸菌群推定試験の陰性または陽性を判定する。

3.3.2 装置及び器具

(1) オートクレーブ

121±1 ℃で加熱でき、器内圧力 0.2 MPa で使用できるものを用いる。

(2) 恒温培養器

35±1 ℃に調節できるものを用いる。

(3) 希釈瓶

中試験管など(JIS R 3503 及び JIS R 3505)を用いる。

(4) ダーラム管

ガラス管(外径約 8 mm、高さ 30 mm)の一端を封じたものを用いる。

(5) ダーラム発酵管

中試験管などにダーラム管の管口を下にして入れ、綿栓又はキャップをしたものを用いる。

(6) 培地瓶

容量が 1 L などの硬質ガラス製のものを用いる。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

3.3.3 試薬

(1) 2倍濃度の乳糖ブイヨン培地(1)

牛肉エキス 6.0 g、ペプトン(2)10.0 g、乳糖 10.0 g、ブロモチモールブルー0.048 g をはかりとり、培地瓶に移し入れ、水 1 L を加えて溶かす。

(2) 乳糖ブイヨン培地(1)

(1)の 2 倍濃度の乳糖ブイヨン培地に等量の水を加えて調製する。

(3) 乳糖ブイヨン培地発酵管

ダーラム発酵管に、(2)の培地を 10 mL ずつ入れる。高圧蒸気滅菌を約 20 分間行う(pH7.2±0.1)。

3.3.4 操作

(1) 3.2.4(1)及び(2)の操作を実施し、100 倍希釈検液、1,000 倍希釈検液とする。さらに、3.2.4(2)の操作を繰り返し実施し、10,000 倍希釈検液、100,000 倍希釈検液とする。

(2) 検液 10 mL、4 段階の希釈検液それぞれ 1 mL を各 1 本の乳糖ブイヨン発酵管に加える。検液 10 mL を加える場合は、乳糖ブイヨン発酵管には、10 mL の 2 倍濃度の乳糖ブイヨン培地を入れた発酵管を用いる。

(3) これを恒温培養器に入れ、35±1 ℃で 48±3 時間培養する。

3.3.5 判定と表示

ガス発生が認められなかった場合は推定試験陰性とし、ガス発生が認められた場合は推定試験陽性(3)とする。

3.3.6 備考

(1) 調製された市販製品を用いてもよい。

(2) カゼイン製ペプトンを用いるとよい。

(3) 推定試験陽性の場合には、食品、添加物等の規格基準の飲食の用に供する氷雪以外の氷雪の大腸菌群試験法の確定試験、完全試験を行う。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

付録　Ⅳ

1.　塩類結合計算法

(1)　$CaCl_2$系($CaSO_4$, $CaCl_2$, $MgCl_2$, KCl, NaCl)

この塩類系となるものとして、イオンかん水及びそのせんごう塩がある。

$CaSO_4(\%) = SO_4(\%) \times 1.4172$

$CaCl_2(\%) = [Ca(\%) - SO_4(\%) \times 0.41721] \times 2.7692$

ここで$CaCl_2(\%)$が＜0となる場合は(2)に従う。

$MgCl_2(\%) = Mg(\%) \times 3.9173$

$KCl(\%) = K(\%) \times 1.9068$

$NaCl(\%) = [Cl(\%) - KCl(\%) \times 0.47555 - MgCl_2(\%) \times 0.74472 - CaCl_2(\%) \times 0.63888] \times 1.6485$

(2)　$MgSO_4$系($CaSO_4$, $MgSO_4$, $MgCl_2$, KCl, NaCl)

この塩類系となるものとして、海水、天日塩がある。

$CaSO_4(\%) = Ca(\%) \times 3.3969$

$MgSO_4(\%) = [SO_4(\%) - Ca(\%) \times 2.3969] \times 1.2530$

$MgCl_2(\%) = [Mg(\%) - MgSO_4(\%) \times 0.20192] \times 3.9173$

ここで$MgCl_2(\%)$が＜0となる場合は(3)に従う。

$KCl(\%) = K(\%) \times 1.9068$

$NaCl(\%) = [Cl(\%) - KCl(\%) \times 0.47555 - MgCl_2(\%) \times 0.74472] \times 1.6485$

(3)　Na_2SO_4系($CaSO_4$, $MgSO_4$, Na_2SO_4, KCl, NaCl)

この塩類系となるものとして、精製した塩がある。

$CaSO_4(\%) = Ca(\%) \times 3.3969$

$MgSO_4(\%) = Mg(\%) \times 4.9524$

$Na_2SO_4(\%) = [SO_4(\%) - Ca(\%) \times 2.3969 - Mg(\%) \times 3.9524] \times 1.4786$

ここで$Na_2SO_4(\%)$が＜0の時は(1)又は(2)に従う。

$KCl(\%) = K(\%) \times 1.9068$

$NaCl(\%) = [Cl(\%) - KCl(\%) \times 0.47555] \times 1.6485$

(4) 計算においては、それぞれについて小数第3位まで算出し、第2位に丸める。

2.　塩類結合係数表

塩類		結合イオン		係数					
化学式 Ⓐ	式量	陽ｲｵﾝ Ⓑ	陰ｲｵﾝ Ⓒ	Ⓒ/Ⓑ	Ⓐ/Ⓑ	Ⓑ/Ⓒ	Ⓐ/Ⓒ	Ⓑ/Ⓐ	Ⓒ/Ⓐ
$CaSO_4$	136.140	Ca	SO_4	2.3969	3.3969	0.41721	1.4172	0.29439	0.70561
$CaCl_2$	110.984	Ca	Cl_2	1.7692	2.7692	0.56523	1.5652	0.36112	0.63888
$MgSO_4$	120.367	Mg	SO_4	3.9524	4.9524	0.25301	1.2530	0.20192	0.79808
$MgCl_2$	95.211	Mg	Cl_2	2.9173	3.9173	0.34278	1.3428	0.25528	0.74472
KCl	74.551	K	Cl	0.90677	1.9068	1.1028	2.1028	0.52445	0.47555
KBr	119.002	K	Br	2.0437	3.0437	0.48931	1.4893	0.32855	0.67145
Na_2SO_4	142.042	Na_2	SO_4	2.0892	3.0892	0.47865	1.4786	0.32371	0.67629
NaCl	58.443	Na	Cl	1.5421	2.5421	0.64846	1.6485	0.39337	0.60663
$CaCO_3$	100.086	Ca	CO_3	1.4973	2.4973	0.66788	1.6679	0.40044	0.59956

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

3. 体積計の検定方法及び滴定の補正方法

全量ピペット、メスフラスコ及びビュレットの検定及び補正方法は、次の方法による。なお使用する水は、あらかじめ実験室に放置し、室温と同じ温度にしておく。

3.1 全量ピペット及びメスフラスコ

(1) 全量ピペット

方眼紙(1 mm目)の20目盛りを細長く切り、十分に洗浄したピペットの標線に紙の中央線を重ねてはり付ける。共栓付き三角フラスコ(100 mL)の質量を、mgのケタまで正しくはかる。次に水をピペットに吸い上げ、液面をピペットの目盛り紙の下端(B)に正しく合わせた後、水を共栓付き三角フラスコに流出させ(1)、共栓をしてその質量をはかり、水の質量(W_B)を求める。次に再び水を吸い上げて液面をピペットの目盛り紙の上端(A)に正しく合わせた後、下端(B)までの水を先の共栓付き三角フラスコに流出させて前の水と合わせ、共栓をしてその質量をはかり、水の質量(W_A)を求める。別に水温(℃)、気温(℃)、気圧(kPa又はmmHg)を測定し、(3)式で正しい標線を求める。使用の際はこの新しい標線を用いる(2)。

(2) メスフラスコ

十分に洗浄したメスフラスコを倒立して自然乾燥するか、又は水洗後、エタノール、次にジエチルエーテルで洗い、空気を通じて乾燥し、(1)と同様に方眼紙をはり付けた後、メスフラスコの質量をはかる。次に目盛紙の下端(B)まで水を入れてその質量を表に示した精度ではかり、水の質量(W_B)を求める。次に目盛り紙の上端(A)まで水を入れてその質量をはかり、水の質量(W_A)を求める。別に水温(℃)、気温(℃)、気圧(kPa又はmmHg)を測定し、(3)式で正しい標線を求める。使用の際はこの新しい標線を用いる(2)。

天びんの必要精度(3)

容量(mL)	正確さ(g)
50	±0.02
100	±0.05
250	±0.1
500	±0.2
1,000	±0.5

(3) 計算式

$$S = \frac{\dfrac{1{,}000{,}000 - (w + w')}{f} - W_B}{\dfrac{W_A - W_B}{20}}$$

S : 正しい標線の位置[目盛り紙の下端(B)からの目盛り数]

W_A : 目盛り上端(A)までの水の質量(mg)

W_B : 目盛り下端(B)までの水の質量(mg)

w : 標準状態[室温20 ℃、気圧101.325 kPa(760 mmHg)]における浮力に関する補正値(mg)(表1)(4)

w' : 室温が20 ℃、気圧が101.325 kPa(760 mmHg)をそれぞれ外れていることによる補正値(mg)、室温±1 ℃につき∓4.0 mg、気圧±0.133 kPa(1 mmHg)につき±1.3 mg

f : 1,000 mL／(補正する容器のmL数)

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

3.2 ビュレット

十分に洗浄したビュレットに水を入れ、正しく0 mLの目盛りに液面を合わせ、質量をmgのケタまで正しくはかった共栓付き三角フラスコ(300 mL)に、水を実際に使用する時と同じ速度で5 mLの目盛りまで流出させ(約2分後に目盛りを正しく合わせて水を出す)、共栓をしてその質量をはかり、水の質量(W)を求める。この操作を 0→10 mL，0→15 mL，･･･，0→50 mLのように続ける。別に水温(℃)、気温(℃)、気圧(kPa又はmmHg) を測定する。下式によって補正値(D)を求めるが、見かけ上の値C mLに補正値D mLを加えた数値(C+D) mLが正しい数値となる。横軸にビュレットの表わす量C mL、縦軸に流出終了時の補正値D mLをとりグラフを作成し[5]滴定値の補正に使用する。

$$D = \frac{W}{\dfrac{1{,}000{,}000-(w+w')}{1{,}000}} - C$$

D : 目盛りC(mL)における補正値(mL)
W : 0→C mLの水の質量(mg)
w, w' : 1.(3)に同じ(mg)
C : ビュレットの目盛りの読み(mL)

3.3 補正

(1) 検定補正

全量ピペット、メスフラスコ及びビュレットの目盛りの補正を3.1、3.2に従って行う。

(2) 温度補正

分析時の液温が20 ℃を外れることによるmL数の補正を表2,3によって行う。メスフラスコの場合は表2,3の最下欄の50 mLに相当する補正値を、メスフラスコの容量に合わせ加算する。又は、次式により補正値(mL)を求めて補正する。

$$\text{補正値(mL)} = -(t-20)\times 2.03\times 10^{-4}\times V$$

t: 液温(℃)　　V: 補正する容量(mL)

(3) 終点補正

終点で変色した分だけ滴定量が余分に大きくなった場合は、その分だけ差し引く。この補正は空試験で行う。

3.4 備考

(1) 流出後の全量ピペットの中の残液処理の方法は、実際に使用する時と同じにする。

(2) 器具に刻まれている標線を用いた時の正しい体積を求め、呼び容量との差を補正値としてもよい。

(3) 100 mL以下では化学天びんを用い、それ以上では上皿天びんを使用するとよい。

(4) 表1は、それぞれの水温の水1,000 mLを1 Lの体積計を用いて採取し、その空気中でのひょう量値(W)を、次式を用いて算出し、水温と1,000,000－W(mg)との関係を示したものである。

$$W = \frac{V[1+a(t-20)]d_t}{1+\rho\left(\dfrac{1}{d_t}-\dfrac{1}{d'}\right)}$$

W : t ℃の水1,000 mLの質量(g)　　d_t : t ℃の水の密度(g/mL)
V : 20 ℃の時の1 L体積計の体積(1,000 mL)　　d' : 分銅の密度(8.0 g/mL)
a : ガラスの体積膨張係数(0.000010 K^{-1})
ρ : 標準状態における相対湿度50 %の湿潤空気の密度(0.001199 g/mL)

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

(5) ビュレットの補正グラフは下例による。

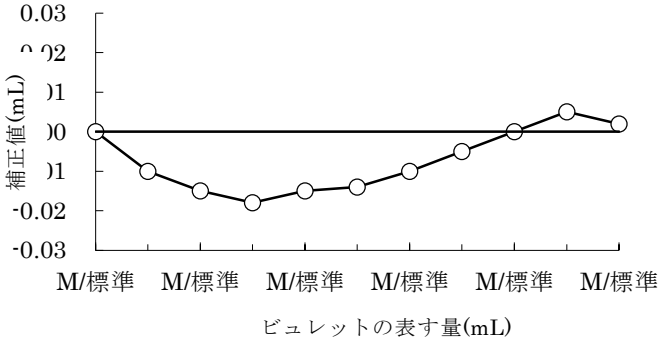


表1　標準状態における補正値(mg)

水温(℃)	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
5.0	1234	1235	1236	1237	1238	1239	1241	1242	1244	1246
6.0	1248	1250	1252	1255	1258	1260	1263	1266	1270	1273
7.0	1277	1280	1284	1288	1292	1297	1301	1306	1310	1315
8.0	1320	1325	1330	1336	1341	1347	1353	1359	1365	1371
9.0	1378	1384	1391	1398	1404	1412	1419	1426	1434	1441
10.0	1449	1457	1465	1473	1481	1490	1498	1507	1516	1525
11.0	1534	1543	1552	1562	1571	1581	1591	1601	1611	1621
12.0	1631	1642	1652	1663	1674	1685	1696	1707	1719	1730
13.0	1742	1754	1765	1777	1789	1802	1814	1827	1839	1852
14.0	1865	1878	1891	1904	1917	1931	1944	1958	1972	1985
15.0	2000	2014	2028	2042	2057	2071	2086	2101	2116	2131
16.0	2146	2161	2177	2192	2208	2224	2240	2256	2272	2288
17.0	2304	2321	2337	2354	2371	2388	2405	2422	2439	2456
18.0	2474	2491	2509	2527	2544	2562	2580	2599	2617	2635
19.0	2654	2673	2691	2710	2729	2748	2767	2787	2806	2825
20.0	2845	2865	2884	2904	2924	2944	2965	2985	3005	3026
21.0	3047	3067	3088	3109	3130	3151	3172	3194	3215	3237
22.0	3258	3280	3302	3324	3346	3368	3390	3413	3435	3458
23.0	3480	3503	3526	3549	3572	3595	3618	3642	3665	3688
24.0	3712	3736	3760	3784	3808	3832	3856	3880	3905	3929
25.0	3954	3978	4003	4028	4053	4078	4103	4128	4154	4179
26.0	4205	4230	4256	4282	4308	4334	4360	4386	4412	4439
27.0	4465	4492	4518	4545	4572	4599	4626	4653	4680	4707
28.0	4735	4762	4790	4817	4845	4873	4901	4929	4957	4985
29.0	5013	5042	5070	5099	5127	5156	5185	5214	5243	5272
30.0	5301	5330	5360	5389	5419	5448	5478	5508	5537	5567
31.0	5597	5672	5658	5688	5718	5749	5779	5810	5841	5871
32.0	5902	5933	5964	5995	6027	6058	6089	6121	6152	6184

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

表2　N/10以下の溶液に対する補正値(液温20 ℃以下) (単位1/100 mL)

mL	液温(℃)															
	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
4	1	1	1	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5	1	1	1	1	1	1	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0
6	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	0	0	0	0	0	0
7	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	0	0	0	0	0
8	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	0	0	0	0
9	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	0	0	0	0
10	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	0	0	0	0
11	2	2	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	0	0	0
12	2	2	2	2	2	1	1	1	1	1	1	1	1	0	0	0
13	2	2	2	2	2	2	2	1	1	1	1	1	1	0	0	0
14	2	2	2	2	2	2	2	2	1	1	1	1	1	0	0	0
15	2	2	2	2	2	2	2	2	1	1	1	1	1	1	0	0
16	2	2	2	2	2	2	2	2	2	1	1	1	1	1	0	0
17	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	1	1	1	1	0	0
18	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	1	1	1	1	0	0
19	3	3	3	3	2	2	2	2	2	2	1	1	1	1	0	0
20	3	3	3	3	3	2	2	2	2	2	2	1	1	1	0	0
21	3	3	3	3	3	3	2	2	2	2	2	1	1	1	0	0
22	3	3	3	3	3	3	3	2	2	2	2	1	1	1	0	0
23	3	3	3	3	3	3	3	2	2	2	2	1	1	1	0	0
24	3	3	3	3	3	3	3	3	2	2	2	2	1	1	0	0
25	3	3	3	3	3	3	3	3	2	2	2	2	1	1	0	0
26	4	4	4	3	3	3	3	3	3	2	2	2	1	1	0	0
27	4	4	4	4	3	3	3	3	3	2	2	2	1	1	0	0
28	4	4	4	4	4	3	3	3	3	2	2	2	1	1	0	0
29	4	4	4	4	4	4	3	3	3	3	2	2	1	1	1	0
30	4	4	4	4	4	4	3	3	3	3	2	2	1	1	1	0
31	4	4	4	4	4	4	4	3	3	3	2	2	2	1	1	0
32	4	4	4	4	4	4	4	3	3	3	2	2	2	1	1	0
33	5	5	4	4	4	4	4	4	3	3	3	2	2	1	1	0
34	5	5	5	5	4	4	4	4	3	3	3	2	2	1	1	0
35	5	5	5	5	5	4	4	4	3	3	3	2	2	1	1	0
36	5	5	5	5	5	4	4	4	4	3	3	2	2	1	1	0
37	5	5	5	5	5	5	4	4	4	3	3	2	2	1	1	0
38	5	5	5	5	5	5	4	4	4	3	3	2	2	1	1	0
39	5	5	5	5	5	5	5	4	4	3	3	2	2	1	1	0
40	5	5	5	5	5	5	5	4	4	4	3	3	2	1	1	0
41	6	6	6	5	5	5	5	4	4	4	3	3	2	1	1	0
42	6	6	6	6	5	5	5	5	4	4	3	3	2	1	1	0
43	6	6	6	6	6	5	5	5	4	4	3	3	2	1	1	0
44	6	6	6	6	6	5	5	5	5	4	3	3	2	2	1	0
45	6	6	6	6	6	6	5	5	5	4	3	3	2	2	1	0
46	6	6	6	6	6	6	5	5	5	4	4	3	2	2	1	0
47	6	6	6	6	6	6	5	5	5	4	4	3	2	2	1	0
48	7	7	6	6	6	6	6	5	5	4	4	3	2	2	1	0
49	7	7	7	6	6	6	6	5	5	4	4	3	2	2	1	0
50	7	7	7	7	6	6	6	5	5	4	4	3	2	2	1	0

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

表3　N/10以下の溶液に対する補正値(液温21 ℃以上) (単位1/100 mL)

mL	液温(℃)														
	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35
1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-1	-1	-1	-1	-1
3	0	0	0	0	0	0	0	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1
4	0	0	0	0	0	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-2
5	0	0	0	0	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-2	-2	-2
6	0	0	0	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-2	-2	-2	-2	-2
7	0	0	0	-1	-1	-1	-1	-1	-2	-2	-2	-2	-2	-2	-3
8	0	0	0	-1	-1	-1	-1	-1	-2	-2	-2	-2	-3	-3	-3
9	0	0	-1	-1	-1	-1	-1	-2	-2	-2	-2	-3	-3	-3	-3
10	0	0	-1	-1	-1	-1	-2	-2	-2	-2	-3	-3	-3	-3	-4
11	0	0	-1	-1	-1	-1	-2	-2	-2	-3	-3	-3	-3	-4	-4
12	0	0	-1	-1	-1	-2	-2	-2	-2	-3	-3	-3	-4	-4	-5
13	0	0	-1	-1	-1	-2	-2	-2	-3	-3	-3	-4	-4	-4	-5
14	0	-1	-1	-1	-1	-2	-2	-2	-3	-3	-4	-4	-4	-5	-5
15	0	-1	-1	-1	-2	-2	-2	-3	-3	-3	-4	-4	-5	-5	-6
16	0	-1	-1	-1	-2	-2	-2	-3	-3	-4	-4	-5	-5	-6	-6
17	0	-1	-1	-1	-2	-2	-3	-3	-3	-4	-4	-5	-5	-6	-6
18	0	-1	-1	-1	-2	-2	-3	-3	-4	-4	-5	-5	-6	-6	-7
19	0	-1	-1	-2	-2	-2	-3	-3	-4	-4	-5	-5	-6	-7	-7
20	0	-1	-1	-2	-2	-3	-3	-4	-4	-5	-5	-6	-6	-7	-8
21	0	-1	-1	-2	-2	-3	-3	-4	-4	-5	-5	-6	-7	-7	-8
22	0	-1	-1	-2	-2	-3	-3	-4	-4	-5	-6	-6	-7	-8	-8
23	0	-1	-1	-2	-2	-3	-3	-4	-5	-5	-6	-7	-7	-8	-9
24	0	-1	-1	-2	-2	-3	-4	-4	-5	-6	-6	-7	-8	-8	-9
25	0	-1	-1	-2	-3	-3	-4	-4	-5	-6	-6	-7	-8	-9	-10
26	0	-1	-2	-2	-3	-3	-4	-5	-5	-6	-7	-7	-8	-9	-10
27	0	-1	-2	-2	-3	-3	-4	-5	-5	-6	-7	-7	-8	-9	-10
28	-1	-1	-2	-2	-3	-4	-4	-5	-6	-6	-7	-8	-9	-10	-11
29	-1	-1	-2	-2	-3	-4	-4	-5	-6	-6	-7	-8	-9	-10	-11
30	-1	-1	-2	-2	-3	-4	-5	-5	-6	-7	-8	-9	-9	-10	-11
31	-1	-1	-2	-2	-3	-4	-5	-5	-6	-7	-8	-9	-10	-11	-12
32	-1	-1	-2	-3	-3	-4	-5	-6	-6	-7	-8	-9	-10	-11	-12
33	-1	-1	-2	-3	-3	-4	-5	-6	-7	-7	-8	-9	-10	-11	-12
34	-1	-1	-2	-3	-3	-4	-5	-6	-7	-8	-9	-10	-11	-12	-13
35	-1	-1	-2	-3	-4	-4	-5	-6	-7	-8	-9	-10	-11	-13	-13
36	-1	-1	-2	-3	-4	-5	-6	-6	-7	-8	-9	-10	-11	-13	-14
37	-1	-1	-2	-3	-4	-5	-6	-7	-7	-8	-10	-11	-12	-13	-14
38	-1	-1	-2	-3	-4	-5	-6	-7	-8	-9	-10	-11	-12	-14	-14
39	-1	-1	-2	-3	-4	-5	-6	-7	-8	-9	-10	-11	-12	-14	-15
40	-1	-2	-2	-3	-4	-5	-6	-7	-8	-9	-10	-11	-13	-14	-15
41	-1	-2	-2	-3	-4	-5	-6	-7	-8	-9	-11	-12	-13	-15	-15
42	-1	-2	-2	-3	-4	-5	-6	-7	-8	-10	-11	-12	-13	-15	-16
43	-1	-2	-3	-4	-4	-5	-7	-8	-9	-10	-11	-12	-14	-15	-16
44	-1	-2	-3	-4	-5	-6	-7	-8	-9	-10	-11	-13	-14	-15	-17
45	-1	-2	-3	-4	-5	-6	-7	-8	-9	-10	-12	-13	-14	-16	-17
46	-1	-2	-3	-4	-5	-6	-7	-8	-9	-11	-12	-13	-15	-16	-17
47	-1	-2	-3	-4	-5	-6	-7	-8	-9	-11	-12	-13	-15	-16	-18
48	-1	-2	-3	-4	-5	-6	-7	-8	-10	-11	-12	-14	-15	-17	-18
49	-1	-2	-3	-4	-5	-6	-7	-9	-10	-11	-13	-14	-15	-17	-18
50	-1	-2	-3	-4	-5	-6	-8	-9	-10	-11	-13	-14	-16	-17	-19

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

4. ガラス製化学用体積計の体積許容差

(1) ビュレット

(単位　mL)

許容差	呼び容量				
	5	10	25	50	100
全量の1/2未満	0.01	0.01	0.02	0.03	0.05
1/2以上	0.02	0.02	0.04	0.05	0.10

(2) メスピペット

(単位　mL)

許容差	呼び容量						
	1	2	5	10	20	25	50
全量の1/2未満	0.01	0.01	0.02	0.02	0.03	0.03	0.05
1/2以上	0.02	0.02	0.04	0.04	0.06	0.06	0.10

(3) 全量ピペット

(単位　mL)

許容差	呼び容量							
	1	2	5	10	20	25	50	100
排出時間 (s)	8 ～20	12 ～30	12 ～30	12 ～30	20 ～60	20 ～60	20 ～60	20 ～60
許容差(mL)	0.01	0.01	0.02	0.02	0.03	0.03	0.05	0.10

(4) メスフラスコ

(単位　mL)

許容差	呼 び 容 量									
	10	20	25	50	100	200	250	500	1000	2000
受容	0.02	0.03	0.03	0.05	0.06	0.075	0.075	0.15	0.30	0.50
出容	0.40	0.06	0.06	0.10	0.12	0.15	0.15	0.30	0.60	1.00

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

5. ICP発光分光分析における使用波長

下表にICPの発光線の感度が高いものを示すが、太字は共存元素の影響が少なく、一般的に用いられる波長である。精度、正確さを確認してあれば他の波長を用いてもよい。詳細はJIS K 0116を参照する。

元素	波長 (nm)	元素	波長 (nm)	元素	波長 (nm)	元素	波長 (nm)	元素	波長 (nm)	元素	波長 (nm)
Al	**396.152**	Ca	**393.367**	Cu	**324.754**	Mg	**279.553**	Pb	**220.351**	V	**309.311**
	309.271		396.847		327.396		280.270		216.999		310.230
	167.079		422.673		224.700		285.213		261.418		292.402
As	**193.696**	Cd	**214.438**	Fe	**238.204**	Mn	**257.610**	S	**180.73**	Y	324.288
	197.197		228.802		239.562		259.373	Si	**251.611**		321.669
	228.812		226.502		259.904		260.569		288.158		**371.029**
Ba	455.403	Cr	205.552	Hg	194.227	Ni	**221.647**		212.412	Zn	**213.856**
	493.409		**206.149**		**253.652**		231.604	Sr	**407.771**		202.548
	233.527		267.716	K	404.721		232.003		421.552		206.200
					769.896				216.596		

6. 廃液処理方法

以下に示した物質を含む廃液は、その項目に従った操作方法によって処理し、分離した廃棄物は、処理業者に委託して処理するとよい。

pHの調整は、まず廃液のpHを測定し、アルカリ性側にする時は水酸化ナトリウム又はアンモニア水を用い、酸性側にする時は塩酸を用いて行う。pHの測定はpH試験紙を用い、操作はドラフト内で行う。

(1) カドミウム及びその化合物

廃液のpHを10～11に調整し、水酸化カドミウムとして沈殿させ、この沈殿をろ過して分離する。又は、廃液に硫化ナトリウムを加えてよくかき混ぜ、硫化カドミウム(黄橙色)として沈殿させ、この沈殿をろ過して分離する。

(2) 鉛及びその化合物

廃液のpHを9～10に調整し、水酸化鉛として沈殿させ、この沈殿をろ過して分離する。又は、廃液に硫化ナトリウムを加えてよくかき混ぜ、硫化鉛(黒色)として沈殿させ、この沈殿をろ過して分離する。

(3) 六価クロム化合物

廃液のpHを1～2に調整し、亜硫酸ナトリウムを加えてCr(Ⅵ)(黄色)をCr(Ⅲ)(緑色)に還元した後、液を水酸化ナトリウム溶液を用いてpH7～8とし、水酸化クロムとして沈殿させ、この沈殿をろ過して分離する。

(4) ヒ素及びその化合物

廃液にヒ素の推定モル量の約10倍の塩化鉄(Ⅲ)を加えた後、pHを7～9に調整し、ヒ素を水酸化鉄(Ⅲ)の沈殿と共沈させ、この沈殿をろ過して分離する。

(5) 無機水銀化合物

廃液のpHを6～9に調整し、硫化ナトリウムを加えてよくかき混ぜ、硫化水銀(黒色)として沈殿させ、この沈殿をろ過して分離する。

操作の詳細については、下記の文献を参考にするとよい。

【参考文献】

1) 日本化学会、“実験室廃棄物処理指針”
2) 通商産業省立地公害局、“公害防止の技術と法規”

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

7. 周 期 表

1																	18
1 H 1.00794 水素	2											13	14	15	16	17	2 He 4.002602 ヘリウム
3 Li 6.941 リチウム	4 Be 9.012182 ベリリウム											5 B 10.811 ホウ素	6 C 12.011 炭素	7 N 14.00674 窒素	8 O 15.9994 酸素	9 F 18.9984 フッ素	10 Ne 20.1797 ネオン
11 Na 22.98977 ナトリウム	12 Mg 24.305 マグネシウム	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13 Al 26.98154 アルミニウム	14 Si 28.0855 ケイ素	15 P 30.97376 リン	16 S 32.065 硫黄	17 Cl 35.453 塩素	18 Ar 39.948 アルゴン
19 K 39.0983 カリウム	20 Ca 40.078 カルシウム	21 Sc 44.95591 スカンジウム	22 Ti 47.88 チタン	23 V 50.9415 バナジウム	24 Cr 51.9961 クロム	25 Mn 54.93805 マンガン	26 Fe 55.847 鉄	27 Co 58.9332 コバルト	28 Ni 58.69 ニッケル	29 Cu 63.546 銅	30 Zn 65.39 亜鉛	31 Ga 69.723 ガリウム	32 Ge 72.64 ゲルマニウム	33 As 74.92159 ヒ素	34 Se 78.96 セレン	35 Br 79.904 臭素	36 Kr 83.8 クリプトン
37 Rb 85.4678 ルビジウム	38 Sr 87.62 ストロンチウム	39 Y 88.90585 イットリウム	40 Zr 91.224 ジルコニウム	41 Nb 92.90638 ニオブ	42 Mo 95.94 モリブデン	43 Tc (99) テクネチウム	44 Ru 101.07 ルテニウム	45 Rh 102.9055 ロジウム	46 Pd 106.42 パラジウム	47 Ag 107.8682 銀	48 Cd 112.411 カドミウム	49 In 114.82 インジウム	50 Sn 118.71 スズ	51 Sb 121.75 アンチモン	52 Te 127.6 テルル	53 I 126.9045 ヨウ素	54 Xe 131.293 キセノン
55 Cs 132.9054 セシウム	56 Ba 137.327 バリウム	57～71 ランタノイド	72 Hf 178.49 ハフニウム	73 Ta 180.9479 タンタル	74 W 183.85 タングステン	75 Re 186.207 レニウム	76 Os 190.2 オスミウム	77 Ir 192.22 イリジウム	78 Pt 195.08 白金	79 Au 196.9665 金	80 Hg 200.59 水銀	81 Tl 204.3833 タリウム	82 Pb 207.2 鉛	83 Bi 208.9804 ビスマス	84 Po (210) ポロニウム	85 At (210) アスタチン	86 Rn (222) ラドン
87 Fr (223) フランシウム	88 Ra (226) ラジウム	89～103 アクチノイド															

ランタノイド	57 La 138.9055 ランタン	58 Ce 140.115 セリウム	59 Pr 140.9077 プラセオジム	60 Nd 144.24 ネオジム	61 Pm (145) プロメチウム	62 Sm 150.36 サマリウム	63 Eu 151.965 ユウロピウム	64 Gd 157.25 ガドリニウム	65 Tb 158.9253 テルビウム	66 Dy 162.5 ジスプロシウム	67 Ho 164.9303 ホルミウム	68 Er 167.259 エルビウム	69 Tm 168.9342 ツリウム	70 Yb 173.04 イッテルビウム	71 Lu 174.967 ルテチウム
アクチノイド	89 Ac (227) アクチニウム	90 Th 232.0381 トリウム	91 Pa 231.0359 プロトアクチニウム	92 U 238.0289 ウラン	93 Np (237) ネプツニウム	94 Pu (239) プルトニウム	95 Am (243) アメリシウム	96 Cm (247) キュリウム	97 Bk (247) バークリウム	98 Cf (252) カリホルニウム	99 Es (252) アインスタイニウム	100 Fm (257) フェルミウム	101 Md (256) メンデレビウム	102 No (259) ノーベリウム	103 Lr (262) ローレンシウム

備考：元素記号の左の数字は原子番号、下の数字は原子量をそれぞれ示す。原子量は「化学と工業」, Vol.53, No.4(2000)より。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

索引　(カッコ内は表記ページ)

亜鉛..... A.6.9.1 (*45*)
A.6.9.2 (*46*)
付録 I 9.3.1 (*107*)
付録 I 9.3.2 (*108*)
アルカリ消費量 A.8.8 (*83*)
アルミニウム A.6.12.1 (*51*)
A.6.12.2 (*54*)
安息角 B.5 (*97*)
塩化ナトリウム A.4.8 (*19*)
塩化物イオン A.4.4 (*7*)
A.8.2 (*75*)
付録 I 8 (*104*)
塩基性炭酸マグネシウム A.7.1 (*63*)
温度..... 付録 I 3 (*101*)
化学的酸素要求量..... 付録 I 10 (*110*)
かさ密度 ..... B. 4 (*96*)
カドミウム..... A.6.10.1 (*47*)
A.6.10.2 (*48*)
付録 I 9.3.1 (*107*)
加熱減量 A.8.1 (*74*)
カリウム A.4.7 (*17*)
A.5.3.1 (*24*)
A.5.3.2 (*25*)
A.7.6 (*72*)
A.8.4 (*78*)
付録 I 8 (*104*)
カルシウム..... A.4.5.1 (*9*)
A.4.5.2 (*12*)
A.5.1.1 (*21*)
A.5.1.2 (*22*)
付録 I 8 (*104*)
乾燥減量..... A.4.2 (*5*)
クエン酸イオン A.7.3 (*68*)
グルタミン酸ナトリウム A.7.4 (*70*)
クロム A.6.4.1 (*33*)
A.6.4.2 (*34*)
A.8.11 (*87*)
付録 I 9.3.2 (*108*)
固結強さ..... B.6.1 (*98*)
固結率 B.6.2 (*99*)
酸消費量..... A.8.7 (*82*)
COD_{Mn} ..... 付録 I 10 (*110*)
臭化物イオン A.6.15 (*60*)
A.8.12 (*88*)
付録 I 9.1 (*106*)
重金属 A.6.1 (*27*)
硝酸イオン A.8.9 (*85*)
水銀..... A.6.11 (*49*)
付録 I 9.3.4 (*109*)
ストロンチウム..... A.6.2.1 (*28*)
A.6.2.2 (*29*)
付録 I 9.3.2 (*108*)
生菌 ..... 付録 III 3.2 (*116*)
大腸菌群..... 付録 III 3.3 (*118*)
濁度 ..... 付録 I 5 (*103*)
炭酸カルシウム A.7.2 (*66*)
DO ..... 付録 I 11 (*111*)
鉄 A.6.6.1 (*37*)
A.6.6.2 (*38*)
A.8.10 (*86*)
付録 I 9.3.2 (*108*)
付録 I 9.3.3 (*109*)

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

銅 ..... A.6.8.1(*42*)
A.6.8.2(*43*)
A.6.8.3(*44*)
付録 I 9.3.1(*107*)
付録 I 9.3.2(*108*)
ナトリウム A.4.8 (*19*)
付録 I 8 (*104*)
鉛 A.6.13.1 (*54*)
A.6.13.2 (*56*)
付録 I 9.3.1 (*107*)
付録 I 9.3.2 (*108*)
二酸化ケイ素 A.8.5 (*79*)
ニッケル A.6.7.1 (*39*)
A.6.7.2 (*41*)
付録 I 9.3.1 (*107*)
付録 I 9.3.2 (*108*)
乳酸イオン A.7.3 (*68*)
バナジウム A.6.3.1 (*30*)
A.6.3.2 (*32*)
pH A.8.6 (*81*)
付録 I 6 (*104*)
比重 ..... 付録 I 4 (*102*)
ヒ素 A.6.14.1 (*56*)
A.6.14.2 (*58*)
付録 I 9.3.2 (*108*)
付録 I 9.3.5 (*109*)
フェロシアン化物 A.7.5 (*71*)
不溶解分 A.4.3 (*6*)
平均粒径 B.3 (*92*)
ヘキサシアノ鉄(II)酸塩 A.7.5 (*71*)
マグネシウム A.4.5.1 (*9*)
A.4.5.2 (*12*)
A.5.1.1 (*21*)
A.5.1.2 (*22*)
付録 I 8 (*104*)
マンガン A.6.5.1 (*35*)
A.6.5.2 (*36*)
付録 I 9.3.2 (*108*)
ヨウ化物イオン A.8.9 (*85*)
溶存酸素 ..... 付録 I 11 (*111*)
粒径分布 B.3 (*92*)
硫酸イオン A.4.6.1 (*14*)
A.4.6.2 (*16*)
A.5.2 (*23*)
A.8.3 (*77*)
A 8.4 (*78*)
付録 I 8 (*104*)
リンゴ酸イオン A.7.3 (*68*)
リン酸イオン A.6.16 (*61*)
A.8.9 (*85*)
付録 I 9.2 (*107*)

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

塩試験方法　第 5 版

2019 年 7 月 1 日発行　（初版発行 1997 年 4 月 1 日）

発行所　　公益財団法人塩事業センター
発行責任者　理事長　津田　健
〒140-0014
東京都品川区大井一丁目 47 番 1 号 NT ビル 5 階
電話 03-5743-7711　FAX 03-5743-7775
印刷所　協友印刷株式会社

（備考）本試験方法は、5 年毎に内容を審議し、必要な場合には改訂版を発行いたします。

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.

公益財団法人 塩事業センター

東京都品川区大井一丁目 47 番 1 号 NT ビル 5 階
〒140-0014　　電話 03-5743-7711　FAX 03-5743-7775
https://www.shiojigyo.com/

定価（本体 2,000 円+税）

Copyright (C) 2019 - The Salt Industry Center of Japan. All Rights Reserved.