

寒天のホウ酸試験法（案）

1. 試験溶液の調製

a 乾式分解法

試料 25~100g を 100℃ で 3 時間乾燥して粉末とし、粉碎等で均一化した後、その 1~2g を分解容器^{注 1)}に精密に量り入れ、1%炭酸ナトリウム溶液 5 mL を加える。次いでホットプレート上に移し、順次温度を上げて加熱し、ときどき石英棒を用いて灰を粉碎しつつ、煙が出なくなるまで加熱する。予備灰化終了後、電気炉に入れ 500℃ で 1 晩灰化を行う。冷後、水を約 10 mL 加えて加温しながら灰をできるだけ懸濁・溶解し、1 mol/L 硝酸^{注 2)} 5 mL を加えてよく混合し、水で全量を 50 mL とし、試験溶液とする。別に、試料を用いずに試料の場合と同様に操作して得られた溶液を空試験溶液とする。

b 湿式分解法

試料 25~100g を 100℃ で 3 時間乾燥して粉末とし、粉碎等で均一化した後、その 1~2g を 100~300 mL 容の分解容器^{注 1)}に精密に量り入れ、水 10 mL と硝酸^{注 2)} 10 mL を加え、テフロン製時計皿で覆ってホットプレート又はヒーティングブロック上で約 180℃ で 3 時間加熱する。冷後、水で全量を 50 mL とし、試験溶液とする。別に、試料を用いずに試料の場合と同様に操作して得られた溶液を空試験溶液とする。

2. 試験法

a ICP-AES 法

①装置

ICP 発光分光分析装置

②試薬・試液

次に示すもの以外は、第 2 添加物の部 C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

B (1 mg /mL) 溶液

ホウ酸(H_3BO_3) 5.715 g をメスフラスコ 1 L に採り、水で溶かして全量を 1 L にする。

検量線用 B 標準液

B (1 mg /mL) 溶液を順次 0.1 mol/L 硝酸で希釈して調製する。

Y (1 mg /mL) 溶液

硝酸イットリウム ($Y(NO_3)_3$) 0.773 g をビーカーに採り、硝酸 5 mL を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコ 250 mL に移し、ビーカーは水で洗い、洗液もメスフラスコに合わせ、水を加えて 250 mL とする。本溶液は、冷暗所に保存する^{注 3)}。

Y (100 µg/mL) 溶液

Y (1 mg /mL) 溶液 10 mL を採り、0.1 mol/L 硝酸で 100 mL とする。

③試験操作^{注 4)}

試験溶液 1 mL を 0.1 mol/L 硝酸を用いて適宜希釈し、内標準として Y (100 µg/mL) 溶液 500 µL を加えた後、0.1 mol/L 硝酸で全量を 50 mL とし、ICP-AES 用試験溶液とする。B 及び Y につき、それぞれ分析波長 249.6、371.0 nm の発光強度を測定し、内標準 Y に対する B の相対発光強度比を求め、ICP-AES 用試験溶液と同濃度の内標準を含み B を 0、0.1、0.25、0.5、0.75、1.0 µg/mL 含む検量線用 B 標準液から作成した検量線から濃度 A を求める。別に空試験溶液 1 mL について同様に操作して得られた濃度 Ab の値で補正し、A-Ab から試料中の B 濃度を求め、5.720 を乗じてホウ酸濃度に換算する。

b ICP-MS 法

①装置

ICP 質量分析装置

②試薬・試液

B (1 mg /mL) 溶液

ホウ酸(H_3BO_3) 5.715 g をメスフラスコ 1 L に採り、水で溶かして全量を 1 L にする。

検量線用 B 標準液

B (1 mg /mL) 溶液を順次 0.1 mol/L 硝酸で希釈して調製する。

Y (1 mg /mL) 溶液

硝酸イットリウム ($Y(NO_3)_3$) 0.773 g をビーカーに採り、硝酸 5 mL を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコ 250 mL に移し、ビーカーは水で洗い、洗液もメスフラスコに合わせ、水を加えて 250 mL とする。本溶液は、冷暗所に保存する^{注3)}。

Y (1 µg/mL) 溶液

Y (1 mg /mL) 溶液 1 mL を採り、0.1 mol/L 硝酸で 1000 mL とする。

Sc (1 mg /mL) 溶液

硝酸スカンジウム ($Sc(NO_3)_3$) 1.283 g をビーカーに採り、少量の硝酸 (1+1) で溶かし、メスフラスコ 250 mL に移し、ビーカーは水で洗い、洗液もメスフラスコに合わせ、水を加えて全量を 250 mL とする。本溶液は、冷暗所に保存する。

Sc (1 µg/mL) 溶液

Sc (1 mg /mL) 溶液 1 mL を採り、0.1 mol/L 硝酸で 1000 mL とする。

③試験操作^{注4)}

試験溶液を 0.1 mol/L 硝酸を用いて適宜希釈し、内標準として Y (1 µg/mL) 溶液 500 µL 又は Sc (1 µg/mL) 溶液 500 µL を加えた後、0.1 mol/L 硝酸で全量を 50 mL とし、ICP-MS 用試験溶液とする。B 及び Y 又は Sc につき、それぞれ質量数 11、89、45 でイオン強度を測定し、内標準 Y 又は Sc に対する B の相対イオン強度比を求め、ICP-MS 用試験溶液と同濃度の内標準を含み B を 0、5、10、20、30、40 ng/mL 含む検量線用 B 標準液から作成した検量線から濃度 A を求める。別に空試験溶液 1 mL について同様に操作して得られた濃度 A_b の値で補正し、 $A-A_b$ から試料中の B 濃度を求め、5.720 を乗じてホウ酸濃度に換算する。

注 1：分解容器として、乾式分解の場合は石英製、白金皿等、湿式分解の場合は石英製、テフロン製、白金皿等、ホウ素のコンタミのほとんどない器具を使用し、パイレックスなどガラス製の器具は使用しないこと。

注 2：用いる硝酸は、プラスチック製のボトルに入った市販品を使用することが望ましい（ガラス製のボトルのものは使用しないことが望ましい）。

注 3：保存に褐色瓶を用いる場合は、金属の溶出がないことを確認する。

注 4：測定の際は、共存元素による妨害がないことを確認しておくこと。妨害となる信号が認められる場合は、ホウ素(B)の信号の 1/10 未満であることを確認する。また、試験溶液の測定は、水を測定したときのホウ素(B)の値が ICP-AES の場合 10 ppb 以下、ICP-MS の場合 0.5 ppb 以下（検量線の最小濃度の 1/10 以下）、検量線作成時には最小濃度の測定強度の値の 1/10 以下となったことを確認してから行うこと。試験溶液の測定ごとに、水や希硝酸などを洗浄液として用いること。