

3. 一般項目

3.1 水分又は水分含有量

3.1.a 乾燥器による乾燥減量法

(1) 概要

この試験法は肥料に適用する。この試験法の分類は Type A (Def-M) であり、その記号は 3.1.a-2017 又は Mois.a-1 とする。

測定する肥料の種類に適した条件で乾燥器を用いて分析試料を加熱して乾燥減量を測定し、分析試料中の水分又は特殊肥料の品質表示基準の水分含有量(以下、「水分」という)を求める。また、必要に応じて各試験で得られた成分含有量を乾物中の成分含有量に換算するための換算係数(乾物)を算出する。

この試験法は、肥料分析法(1992 年版)の加熱減量法に対応する。

(2) 器具及び装置 器具及び装置は、次のとおりとする。

- a) **乾燥器**: 試験温度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ に調節できるもの。
- b) **共栓はかり瓶**⁽¹⁾: JIS R 3503 に規定する平形はかり瓶 50×30 mm。予め 75°C ～ 130°C の乾燥器で加熱乾燥した後、デシケーター中で放冷し、質量を 1 mg の桁まで測定しておく。

注(1) 飼料分析法・解説－2009－に記載されているアルミニウム製ひょう量皿を用いてもよい。

(3) 測定 測定は、次のとおり行う。

- a) 分析試料 2 g～5 g を共栓はかり瓶にとり、厚さが 10 mm 以下になるように広げ、1 mg の桁まで質量を測定する。
- b) 分析試料を入れた共栓はかり瓶を $100^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ の乾燥器に入れ、5 時間加熱する⁽²⁾。
- c) 加熱後、共栓はかり瓶に蓋をし、速やかにデシケーターに移して放冷する。
- d) 放冷後、共栓はかり瓶をデシケーターから取り出し、その質量を 1 mg の桁まで測定する。
- e) 次の式(1)によって分析試料中の乾燥減量を算出し、水分とする。必要に応じて、次の式(2)によって換算係数(乾物)を算出する。

$$\text{乾燥減量}(\%(\text{質量分率})) = ((W_1 - A) / W_1) \times 100 \quad \dots\dots (1)$$

$$\text{換算係数(乾物)} = W_1 / A \quad \dots\dots (2)$$

W_1 : 採取した分析試料の質量(g)

A : 乾燥後の分析試料の質量(g)

注(2) 共栓はかり瓶の蓋は、少しずらすか又は外して同時に加熱する。

備考 1. 堆肥、汚泥肥料等の試験品を予備乾燥して分析用試料を調製した場合は、次の式によって試験品(現物)の水分を算出する。

$$\text{試験品(現物)中の水分}(\%(\text{質量分率})) = B + C \times ((100 - B) / 100)$$

B: 予備乾燥操作における試験品(現物)の乾燥減量%(質量分率))

C: 水分測定における分析試料中の乾燥減量%(質量分率))

備考 2. 汚泥肥料等における乾物中の有害成分量を算出する場合は、次の式によって各試験で得られた分析用試料中の成分含有量を換算する。

$$\text{乾物中の成分含有量} = D \times E$$

D: 各試験で得られた分析試料中の成分含有量

E: 換算係数(乾物)

備考 3. 次に掲げる種類の肥料については表 1 の乾燥条件で加熱する。

表1 乾燥条件

肥料の種類	分析試料採取量	乾燥温度	乾燥時間
過りん酸石灰、重過りん酸石灰及びこれらを含有する肥料	約5 g	100 °C±2 °C	3時間
硫酸アンモニア、硝酸ソーダ及びカリウム塩類	2 g～5 g	130 °C±2 °C	恒量に達するまで
尿素及び尿素を含有する肥料	約5 g	75 °C±2 °C	4時間
シリカゲル肥料及びそれを含有する肥料並びにシリカヒドロゲル肥料	約5 g	180 °C±5 °C	3時間

備考 4. 揮発物を含む試料については次の a) 及び b) の揮発物量を乾燥減量から差し引いて水分とする。

- a) グアノ、りん酸水素二アンモニウム等を含む肥料: 分析用試料及び乾燥操作後の分析試料の窒素全量を定量し(りん酸水素二アンモニウムのみ場合はアンモニア性窒素を定量してもよい)、その定量値の差をアンモニア(NH₃)に換算して揮発物量とする。

乾燥後の共栓はかり瓶中の試料全量を分解フラスコに移し入れ、ケルダール法で乾燥前試料量に対する窒素全量を定量する場合には、次の式(1)によって分析用試料と乾燥後試料の窒素全量の差にアンモニアへの換算係数を乗じ、乾燥減量から差し引くことにより水分を算出する。

$$\text{水分}(\%(\text{質量分率})) = F - (G - H) \times 1.216 \quad \dots\dots (1)$$

F: 揮発物換算する前の乾燥減量%(質量分率))

G: 分析用試料の窒素全量%(質量分率))

H: 乾燥減量測定後の分析試料の窒素全量%(乾燥前試料量に対する質量分率))

(例) 分析用試料を 5.013 g 共栓はかり瓶に取り、乾燥減量(4.56 %(質量分率))を測定。乾燥減量

測定後の試料全量を分解フラスコに移し、分解以後の操作をして、分析用試料 5.013g に対する窒素全量(10.44 %(質量分率))として定量。別に、分析用試料を用いてケルダール硫酸分解により分析試料の窒素全量を測定(11.52 %(質量分率))した場合、以下のとおり。

$$\begin{aligned}\text{水分} &= 4.56 - (11.52 - 10.44) \times 1.216 \\ &= 3.25 \text{ (}\%(\text{質量分率}))\end{aligned}$$

燃焼法等により乾燥減量測定後の試料から一部の試料をとり窒素全量を測定して揮発物補正をする場合には次の式(2)によって算出する。

$$\text{水分(質量分率}\%) = F - (G - (H' \times (100 - F)/100)) \times 1.216 \quad \cdots \cdots (2)$$

H' : 乾燥減量測定後の分析試料の窒素全量(%(乾燥後試料量に対する質量分率))

(例) 試料を 5.013 g 共栓はかり瓶に取り、乾燥減量(4.56 %(質量分率))を測定。乾燥減量測定後の試料から 0.053 g を燃焼用容器にはかり取り、燃焼法により乾燥減量後の試料に対する窒素全量(10.94 %(質量分率))として定量。別に分析用試料を用いて燃焼法により窒素全量を測定(11.52 %(質量分率))した場合、以下のとおり。

$$\begin{aligned}\text{水分} &= 4.56 - (11.52 - (10.94 \times (100 - 4.56)/100)) \times 1.216 \\ &= 4.56 - (11.52 - 10.44) \times 1.216 \\ &= 3.25 \text{ (}\%(\text{質量分率}))\end{aligned}$$

- b) 炭酸水素カリウム: 分析用試料及び乾燥操作後の分析試料の二酸化炭素を定量し、その定量値の差を揮発物量とする。

備考 5. 恒量は試料を加熱又は乾燥し、放冷後、質量を測定したとき、1 回目と 2 回目の質量の差が、1 回目の質量に対して 0.10 %以下になったときとする。

参考文献

- 1) 越野正義: 第二改訂詳解肥料分析法, p.20~23, 養賢堂, 東京 (1988)
- 2) 飼料分析基準研究会: 飼料分析法・解説 -2009- I, p.24~27, 独立行政法人農林水産消費安全技術センター, 埼玉 (2009)
- 3) JIS Z 0701: 包装用シリカゲル乾燥剤 (1977)

(4) 水分試験法フローシート 肥料中の水分試験法のフローシートを次に示す。

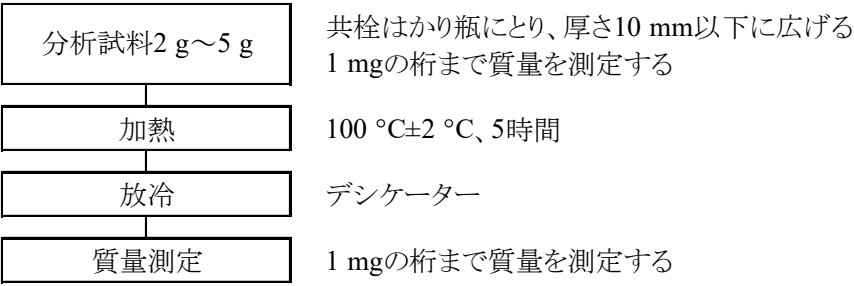


図 乾燥器を用いた乾燥減量法による肥料中の乾燥減量試験法フローシート(一例)