

1-1 汚泥肥料中の水分測定

—加熱乾燥式水分計の適用—

内山 丈¹, 酒瀬川智代^{1,(2)}

キーワード 汚泥肥料, 水分, 加熱乾燥式水分計

1. はじめに

畑地に対するたい肥等有機物の施用は、土壌中の各種養分含量を高めるとともに、土壌団粒の形成、土壌の通気性、保水性、CEC の賦与など土壌の物理性及び化学性の改善に寄与することが知られている¹⁾。また、たい肥、汚泥肥料等の生産量は増加傾向を示している²⁾。平成 11 年に農業の自然循環機能の発揮と持続的発展を図ることを目的としたいわゆる環境 3 法^{3~5)}が成立し、また、肥料取締法の改正により、汚泥肥料等有害物質を含むおそれのある一部の肥料が特殊肥料から普通肥料へ移行することとなり、品質保全の強化措置がとられることとなった。これに伴い、普通肥料の公定規格⁶⁾において汚泥肥料等に含有が許される有害成分の最大量が定められた。この有害成分含有量は 100°C における乾燥試料に対する割合と規定されていることから、有害成分の測定において水分の測定は重要な要因となっている。

汚泥肥料中の水分の公定法として「肥料分析法」^{7, 8)}に加熱減量法が収載されている。しかしながら、この方法は、分析試料の乾燥に 5 時間および放冷後恒量に達するまでの時間を必要とし、更にはかり瓶の恒量を求めるために別途加熱放冷の時間を要する。一方、加熱乾燥式水分計(以下、「水分計」という。)は、加熱しながら継時的かつ自動的に乾燥重量を短時間に測定することができる。水分計を使用することで水分測定 of 迅速化および労力の効率化が期待できることから、汚泥肥料を対象として水分計による水分測定法の妥当性の確認を実施したので、その概要を報告する。

2. 材料および方法

1) 試料の採取および調製

下水汚泥肥料, し尿汚泥肥料, 工業汚泥肥料及び汚泥発酵肥料を収集し、ビニール袋に入れて密封し、分析時まで冷蔵庫に保存した。ペレットおよび塊のある試験品はラボミキサーを用いて粉碎した。また、水分含有量 70%以上の試験品は薬さじ等で十分に混ぜた。

2) 装置

- (1) 定温乾燥器: TABAI 製, HPS-212
- (2) 水分計: METTLER TOREDO 製, HG63 ハロゲン水分計

¹ 独立行政法人農林水産消費安全技術センター福岡センター

² (現) 独立行政法人農林水産消費安全技術センター福岡センター門司事務所

3) 水分の測定

(1) 肥料公定法

分析試料約 5 g を予め重量を量った平形はかり瓶にとり、厚さが 10 mm 以下になるように拡げ、0.1 mg の桁まで質量を測定した。定温乾燥器を用いて 100°C で 5 時間加熱して乾燥した後、デシケーター中で放冷し 0.1 mg 以下の桁まで質量を測定し、その減量を水分とした。

(2) 水分計を用いた方法(図 1)

分析試料約 5 g をひょう量皿にとり、厚さが 10 mm 以下になるように拡げ、1 mg の桁まで質量を測定した。100°C で加熱して乾燥し、継続的に質量をモニターし、恒量になった時点で乾燥を終了、1 mg の桁まで質量を測定し、その減量を水分とした。なお、恒量の判定は、単位時間の質量損失 1 mg/90 秒(条件 1)又は 1 mg/140 秒(条件 2)の 2 条件を用いた。

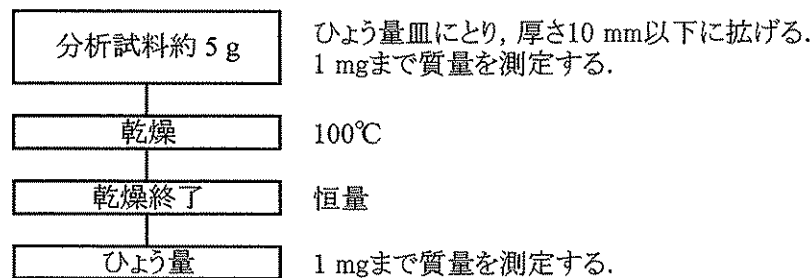


図1 汚泥肥料中の水分試験法フローシート

3. 結果および考察

1) 肥料公定法および水分計による水分測定値の比較

肥料公定法並びに水分計(条件 1 及び 2)による汚泥肥料 26 点(下水汚泥肥料 1 点, し尿汚泥肥料 6 点, 工業汚泥肥料 2 点, 汚泥発酵肥料 17 点)の水分測定値を図 2 及び 3 に示した。肥料公定法—水分計による水分の測定値の一次回帰式の回帰係数は条件 1 及び 2 で 0.992 及び 0.998 で、切片は -0.139 及び 0.188 であり、その相関係数(r)はいずれも 1.000 であった。4~90%の試料を用いて公定法と水分計の測定値を比較したところ、水分計のいずれの測定条件においても両測定法間の測定値が一致した。次に、水分計の測定時間は条件 1 で 23.1~75.4 分間、条件 2 で 22.3~73.5 分間であり、いずれも公定法の測定時間を大幅に下回った。

2) 繰り返し試験

下水汚泥肥料(1 点), し尿汚泥肥料(2 点), 工業汚泥肥料(2 点)および汚泥発酵肥料(2 点)を用いて、水分計の条件 2 で繰り返し 3 回水分を測定して得られた試験結果を表 1 に示した。標準偏差は 0.03~0.29%であり、相対標準偏差は 0.15~1.19%であった。水分含有量が 5.50~90.61%(平均値($n=3$))と広い範囲で、良好な繰り返し精度(相対標準偏差)が得られた。

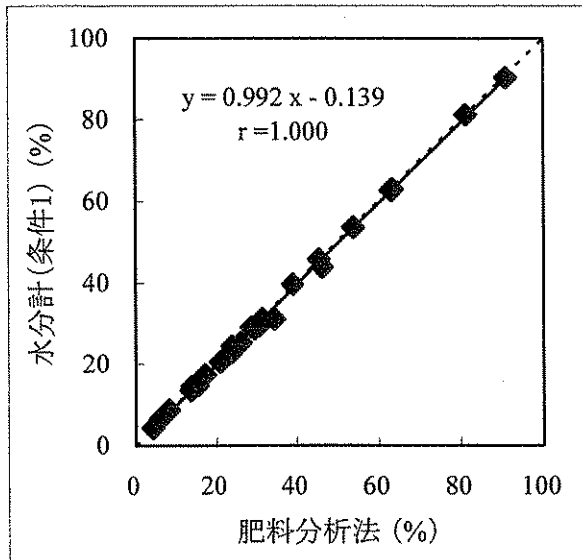


図2 肥料分析法及び水分計(条件1)による肥料中の水分定量値の比較(n=26)

実線: 双方の定量値による回帰直線
波線: $y=x$ の直線

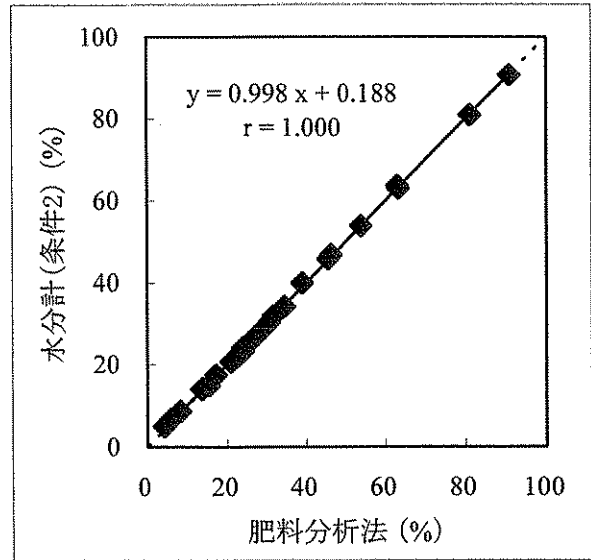


図3 肥料分析法及び水分計(条件2)による肥料中の水分定量値の比較(n=26)

実線: 双方の定量値による回帰直線
波線: $y=x$ の直線

表1 水分計による汚泥肥料中の水分の繰り返し試験

肥料の名称	平均値 ^{a)} (%)	標準偏差 (%)	相対標準偏差 (%)
下水汚泥肥料	24.40	0.29	1.2
し尿汚泥肥料A	5.50	0.03	0.6
し尿汚泥肥料B	13.63	0.09	0.7
工業汚泥肥料A	13.39	0.11	0.8
工業汚泥肥料B	90.61	0.14	0.2
汚泥発酵肥料A	33.92	0.20	0.6
汚泥発酵肥料B	63.14	0.21	0.3

a) 繰り返し3回測定 of 平均値

4. まとめ

水分含有量 4~90%の範囲の試料で水分計による水分を測定したところ、肥料公定法の測定値と一致した。その繰り返し精度は、標準偏差及び相対標準偏差が 0.03~0.29%及び 0.15~1.19%であり、水分含有量が 5.50~90.61%(平均値)と広い範囲で良好な成績が得られた。

肥料分析法の乾燥減量法では、分析試料の乾燥に5時間および放冷後恒量に達するまでの時間を必要とし、更にはかり瓶の恒量を求めるために加熱放冷の時間を要する。一方、加熱乾燥式水分計を用いた方法は、分析試料を秤量した後の測定時間は 22.3~73.5 分間であり、測定に要する時間を大幅に短縮することができた。

文 献

- 1) 上沢正志:化学肥料・有機物の連用が土壌・作物収量に与える影響の全国的解析, 農業技術, 46, 393~397 (1981)
- 2) 農林水産省消費・安全局農産安全管理課:ポケット肥料要覧-2007-, p.7~9, 農林統計協会, 東京 (2008)
- 3) 持続性の高い農業生産方式の導入の促進に関する法律:平成 11 年 7 月 28 日法律第 110 号 (1999)
- 4) 家畜排せつ物の管理の適正化及び利用の促進に関する法律:平成 11 年 7 月 28 日法律第 112 号 (1999)
- 5) 肥料取締法:改正平成 11 年 7 月 28 日法律第 111 号 (1999)
- 6) 肥料取締法に基づき普通肥料の公定規格を定める等の件:改正平成 12 年 8 月 31 日農林水産省告示第 1161 号 (2000)
- 7) 農林水産省農業環境技術研究所:肥料分析法(1992 年版), p.7~8, 日本肥糧検定協会, 東京(1992)
- 8) 越野正義:第二改訂詳解肥料分析法, p.20~23, 養賢堂, 東京 (1988)

Validation of a Heating Method Using a Moisture Analyzer for Moisture Content in Sludge Fertilizer

Takeshi UCHIYAMA¹ and Chiyo SAKASEGAWA^{1, (2)}

¹ Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fukuoka Regional Center

² (Now) Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fukuoka Regional Center Moji Office

We validated a rapid method for determination of moisture content in sludge fertilizer using a moisture analyzer. Samples were placed in a pan of a moisture analyzer, and heated at 100°C on a built-in electric balance. The samples before and after the heating were weighed to determine the moisture loss. The moisture of 26 samples of sludge fertilizer was determined by the rapid method and the oven-drying method described in the Official Methods of Analysis of Fertilizers published in December 1992. The values of moisture obtained by the rapid method agreed with those obtained by the official method. Seven sludge fertilizer samples were used to determine the repeatability by applying the rapid method three times. The mean values, the standard deviation (SD) and relative standard deviation (RSD) were in the range of 5.50~90.61%, 0.03~0.29% and 0.15~1.19%, respectively. The results indicated that this method (a heating method using moisture analyzer) is applicable to measure moisture in sludge fertilizer.

Key words sludge fertilizer, moisture, moisture analyzer

(Research Report of Fertilizer, 1, 1~5, 2008)