4.11.1 有機炭素

4.11.1.b 燃焼法

(1) 概要

この試験法は堆肥及び汚泥肥料に適用する。この試験法の分類は Type B であり、その記号は 4.11.1.b-2017 又は O-C.b-1 とする。

分析試料に塩酸(1+3)を滴加し無機炭素を二酸化炭素として揮発させた後、燃焼法全窒素全炭素測定装置を用いて炭素化合物を熱分解し、発生した二酸化炭素ガスを熱伝導度検出器で測定し、分析試料中の有機炭素(O-C)を求める。なお、この試験法の性能は**備考 4** に示す。

(2) 試薬 試薬は、次による。

a) 海砂: 粒径 425 μm～850 μm のもの。

b) 塩酸: JIS K 8180 に規定する特級又は同等の品質の試薬。

備考 1. 海砂(粒径 425 μm～850 μm)は富士フイルム和光純薬及び米山薬品工業より市販されている。

(3) 装置 装置は、次のとおりとする。

a) 燃焼法全窒素全炭素測定装置: 燃焼法(改良デュマ法)の原理に基づいて構成された全窒素全炭素測定装置。

1) 燃焼法全窒素全炭素測定装置[1]を作動し、安定した指示値が得られるように調整する。

① 燃焼ガス: 純度 99.99 %(体積分率)以上の酸素

② キャリヤーガス: 純度 99.99 %(体積分率)以上の機器メーカーが推奨するガス(例としてヘリウム、アルゴン等)

b) ホットプレート: 表面温度 250 °C まで調節できるもの。

c) 乾燥器: 105 °C±2 °C に調節できるもの。

注(1) 装置のプログラム及びパラメーターの設定は、使用する燃焼法全窒素全炭素測定装置の仕様及び操作方法による。

(4) 試験操作 測定は、次のとおり行う。ただし、予め分析試料を用いて **4.11.1.a** に従って求めた有機炭素の測定値との差がないことを確認する。

(4.1) 塩酸処理

a) 分析試料 0.05 g を 0.1 mg の桁まではかりとり、燃焼用容器に入れる。

b) 分析試料を海砂 0.2 g 程度で覆い、数滴の水を滴加して分析試料を潤す。

c) 塩酸(1+3)0.5 mL～0.7 mL を少しずつ滴加[2]した後、水 0.3 mL 程度を滴加する[3][4]。

d) 燃焼用容器を 100 °C のホットプレート上で 90 分間加熱し、乾固させる。

e) 燃焼用容器を 105 °C±2 °C の乾燥器に入れ、30 分間加熱乾燥する[5]。

f) 加熱後、放冷して測定用試料とする。

注(2) 塩酸(1+3)添加量は目安であり、分析試料全体に塩酸を接触させればよい。発泡する場合は少時静

置する。

(**3**) 容器の大きさにより水を加えなくてもよい場合がある。

(**4**) 燃焼用容器を静かに揺すって分析試料を完全に塩酸と接触させる。

(**5**) 塩酸を完全に除去する。

備考 2. 分析試料は、**2.3.3 粉砕**の(**3.1**)の操作において目開き 500 μm のふるいを全量通過するまで粉砕機で粉砕して調製した分析用試料又は **2.3.3 粉砕**の**備考 1** により調製した分析用試料から採取する。

備考 3. d)の操作において、試験紙等で塩化水素の揮発が認められない等の塩酸が完全に除去されたことを確認できた場合は、**e**)の操作を省略することができる。

(**4.2**) **測定** 具体的な測定操作は、測定に使用する燃焼法全窒素全炭素燃焼装置の操作方法による。

a) **燃焼法全窒素全炭素測定装置の測定条件** 燃焼法全窒素全炭素測定装置の測定条件は、以下を参考にして設定する。

燃焼温度: 870 °C 以上

b) **検量線の作成**

1) 燃焼法全窒素全炭素測定装置を作動[(1)]し、安定した指示値が得られるように調整する。

2) 検量線用標準品[(6)]の一定量を 0.1 mg の桁まで燃焼用容器にはかりとる。

3) 燃焼用容器を燃焼法全窒素全炭素測定装置に挿入し、指示値を読み取る。

4) 別の空試験用の燃焼用容器について、**3**)の操作を行い、指示値を読み取る。

5) 検量線用標準品及び検量線用空試験の炭素量と指示値との検量線を作成する。

c) **試料の測定**

1) 測定用試料の入った燃焼用容器を燃焼法全窒素全炭素測定装置に挿入し、指示値を読み取る。

2) 検量線から炭素量を求め、分析試料中の有機炭素量を算出する。

注(**6**) 検量線用標準品: 使用する燃焼法全窒素全炭素測定装置で推奨する純度の試薬(例: DL-アスパラギン酸(純度 99 %(質量分率)以上)、EDTA(純度 99 %(質量分率)以上)、馬尿酸(純度 98 %(質量分率)以上))

備考 4. 真度の評価のため、汚泥肥料及び堆肥(合計 25 点)を用いて燃焼法の測定値(y_i: 0.21 %(質量分率)～45.40 %(質量分率))及び二クロム酸酸化法の測定値(x_i)を比較した結果、回帰式は $y = 0.004 + 1.009x$ であり、その相関係数(r)は 0.999 であった。

試験法の妥当性確認のための共同試験の成績及び解析結果を表 1 に示す。

なお、この試験法の定量下限は 0.05 %(質量分率)程度と推定された。

表1 有機炭素試験法の妥当性確認のための共同試験成績の解析結果

試料名	試験室数[1]	平均値[2] (%)[3]	s_r[4] (%)[3]	RSD_r[5] (%)	s_R[6] (%)[3]	RSD_R[7] (%)
し尿汚泥肥料	8(1)	34.96	0.07	0.2	0.62	1.8
工業汚泥肥料	8(1)	15.13	0.20	1.3	0.42	2.8
焼成汚泥肥料	9(0)	9.45	0.17	1.8	0.38	4.0
汚泥発酵肥料	9(0)	38.20	0.27	0.7	0.73	1.9
堆肥	9(0)	20.50	0.76	3.7	0.94	4.6

1) 有効試験室数(外れ値を報告した試験室数)
2) 平均値(n=有効試験室数×試料数(2))
3) 質量分率
4) 併行標準偏差
5) 併行相対標準偏差
6) 室間再現標準偏差
7) 室間再現相対標準偏差

参考文献

1) 矢野愛子, 秋元里乃, 白井裕治: 燃焼法による汚泥肥料及び堆肥中の有機炭素の測定, 肥料研究報告, **6**, 9～19 (2013)

2) 矢野愛子, 白井裕治: 燃焼法による汚泥肥料及び堆肥中の有機炭素の測定 －共同試験成績－, 肥料研究報告, **7**, 22～27 (2014)

(**5**) **有機炭素試験法フローシート** 堆肥及び汚泥肥料中の有機炭素試験法のフローシートを次に示す。

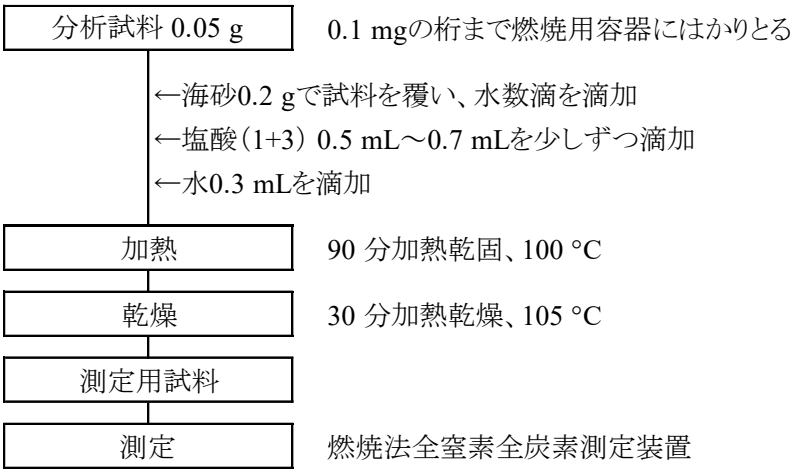
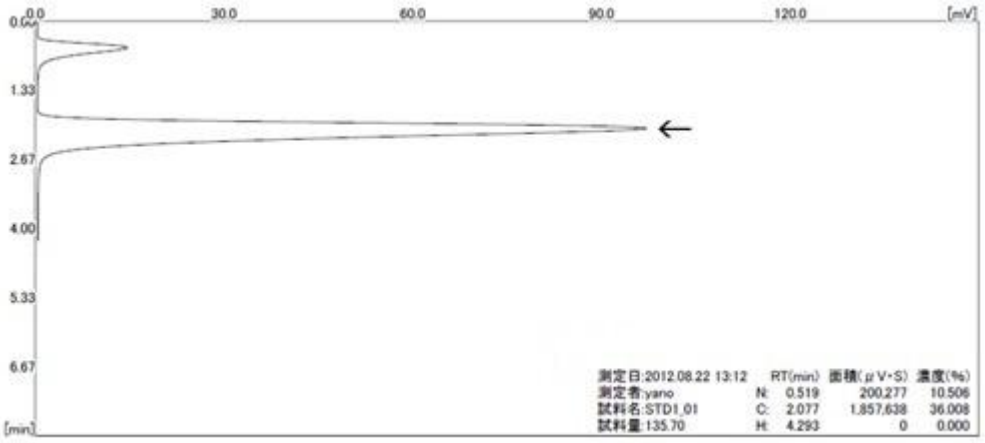
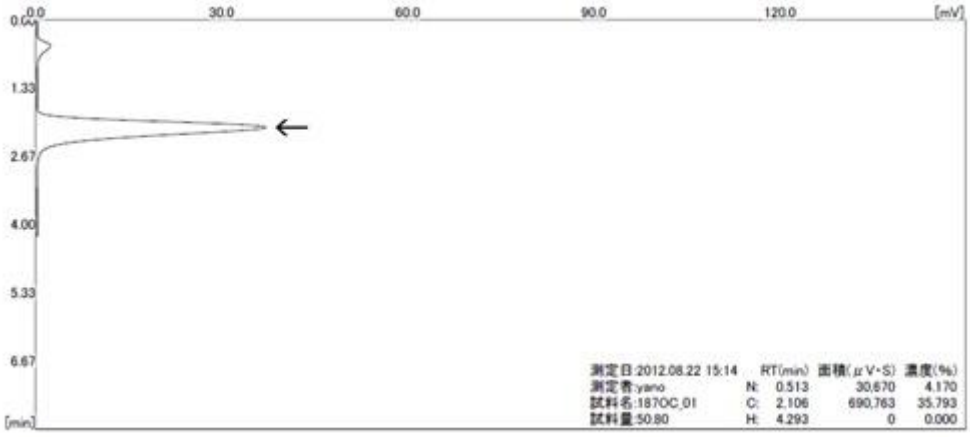


図 燃焼法による有機炭素試験法フローシート

参考 検量線用標準品及び分析試料のクロマトグラムを次に示す。



1） 検量線用標準品（DL-アスパラギン酸）中の炭素全量



2） 分析試料（汚泥肥料）中の有機炭素量

参考図 炭素量のクロマトグラム例

燃焼法全窒素全炭素測定装置の測定条件

燃焼ガス： 高純度酸素、純度 99.999 95 %（体積分率）以上、流量 200 mL/min

キャリヤーガス： 高純度ヘリウム、純度 99.9999 %（体積分率）以上、流量 80 mL/min

分離カラム： シリカゲル系ステンレスカラム（長さ 1 m）

検出部： 熱伝導度検出器（TCD）

測定サイクル： パージ時間 60 秒、循環燃焼時間 300 秒、計測時間 270 秒

検出器電流値：160 mA

温度条件： 反応炉温度： 870 °C

還元炉温度： 600 °C

カラム槽温度： 70 °C

検出器温度： 100 °C