4.12 硫黄

4.12.1 硫黄分全量

4.12.1.a 過マンガン酸カリウム法

(1) 概要

この試験法は硫黄及びその化合物のうち硫酸第一鉄(硫酸鉄(II)($FeSO_4$))を主体とする肥料に適用する。この試験法の分類は Type D であり、その記号は 4.12.1.a-2017 又は T-S.a-1 とする。

分析試料を水及び希硫酸に溶かし、りん酸を加えた後、硫酸鉄(II)($FeSO_4$)を過マンガン酸カリウム溶液で酸化還元滴定し、分析試料中の硫黄分全量(T-SO_3)を求める。なお、この試験法の性能は**備考 1** に示す。

(2) 試薬等 試薬及び水は、次による。

a) 水: JIS K 0557 に規定する A3 の水。

b) 硫酸: JIS K 8951 に規定する特級又は同等の品質の試薬。

c) りん酸: JIS K 9005 に規定する特級又は同等の品質の試薬。

d) 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液: JIS K 8247 に規定する過マンガン酸カリウム 3.16 g を水約 800 mL に溶かして煮沸し、水を加えて 1000 mL とし 1 日間～2 日間放置する。更に、漏斗型ガラスろ過器(G4)でろ過して着色瓶に貯蔵する。又は市販の同等の品質の試薬(容量分析用)。

標定: JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質のしゅう酸ナトリウムを 200 °C で 1 時間乾燥させデシケーター中で放冷した後、約 0.3 g をひょう量皿にとり、その質量を 0.1 mg の桁まで測定する。煮沸してから 25 °C～30 °C に冷却した硫酸(1+20)約 250 mL を加えて溶かす。これに 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液約 40 mL をゆっくりかき混ぜながら約 1 分間かけて加える。過マンガン酸カリウム溶液の紅色が消えてから 55 °C～60 °C に加温する。温度を保ちながら 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定を行い、溶液の色が薄い紅色となるまで滴定する(1)。次の式によって 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液のファクターを算出する。

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液のファクター(f)

$$= W_1 \times (A/100) \times ((2/5)/134.00) \times ((1000/V_1)/C)$$

$$= W_1 \times (A/V_1) \times 1.493$$

W_1: 採取したしゅう酸ナトリウムの質量(g)

A: 採取したしゅう酸ナトリウムの純度(%(質量分率))

V_1: 滴定に要した 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の容量(mL)

C: 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液

注(1) 終点は、溶液の色が着色して 30 秒間保つ点とする。

(3) 装置 装置は、次のとおりとする。

a) マグネチックスターラー

(4) 試験操作

(4.1) 測定 測定は、次のとおり行う。

a） 分析試料 0.5 g～1 g を 0.1 mg の桁まではかりとり、200 mL トールビーカーに入れる。

b） 水約 50 mL 及び硫酸（1+5）約 15 mL を加え、マグネチックスターラーでかき混ぜて溶かす。

c） 直ちにりん酸約 1 mL を加えた後、溶液の色が薄い紅色となるまで 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する(2)。

d） 空試験として、別の 200 mL トールビーカーを用いて **b**）～**c**）の操作を実施し、滴定する(2)。

e） 次の式によって分析試料中の硫黄分全量（T-SO_3）を算出する。

$$\text{硫黄分全量（\%（質量分率））} = (5\times0.02\times f\times(V_2-V_3)/1000\times80.07)/W_2\times100$$
$$= (f\times(V_2-V_3))/W_2\times0.8007$$

W_2: 採取した分析試料の質量（g）

V_2: 滴定に要した 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の容量（mL）

V_3: 空試験の滴定に要した 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の容量（mL）

f : 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液のファクター

注（2） 褐色ビュレットを用いて滴定する。

備考 1. 試薬（硫酸第一鉄七水和物）を用いて回収試験を実施した結果、硫黄分全量（T-SO_3）として 29.1 %（質量分率）で、理論値に対する回収率は 101.0 %であった。

なお、この試験法の定量下限は、0.04 %（質量分率）程度と推定された。

参考文献

1） 杉村 靖, 井塚進次郎: 硫黄化合物肥料中の硫黄分全量測定, 肥料研究報告, **3**, 25~29 (2010)

2） JIS K 8978: 硫酸鉄（II）七水和物（試薬） (2008)

（**5**） **硫黄分全量試験法フローシート** 硫酸第一鉄を主体とする肥料中の硫黄分全量試験法のフローシートを次に示す。

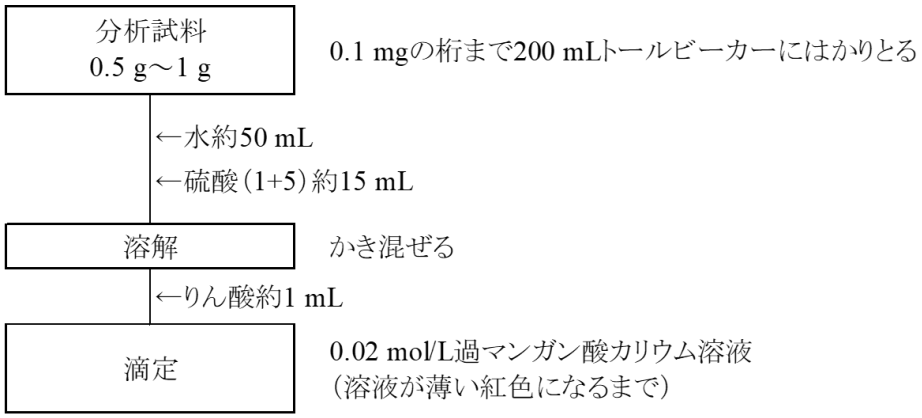


図　硫黄分全量試験法フローシート（原料：硫酸第一鉄）