5.7 スルファミン酸（アミド硫酸）

5.7.c イオンクロマトグラフ法（有機物を含まない固形肥料）

（1） 概要

この試験法は有機物を含まない固形肥料に適用する。この試験法の分類はType Dであり、その記号は5.7.c-2023又はAS-acid.c-1とする。

分析試料に水を加えて抽出し、イオンクロマトグラフ（IC）に導入した後、イオン交換カラムで分離し、電気伝導度検出器で測定し、分析試料中のスルファミン酸（アミド硫酸）を求める。なお、この試験法の性能は**備考 5** 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。ただし、ICに導入する溶離液についてはA4の水又は同等の品質のものを使用する。

b） 炭酸ナトリウム溶液（1 mol/L）： JIS K 8625 に規定するイオンクロマトグラフィー用又は同等の品質の試薬。

c） 炭酸ナトリウム溶液（20 mmol/L）(1)： 炭酸ナトリウム溶液（1 mol/L）20 mL を1000 mL 全量フラスコにとり、標線まで水を加える。

d） 炭酸ナトリウム溶液（0.3 mmol/L）(1)： 炭酸ナトリウム溶液（20 mmol/L）15 mL を1000 mL 全量フラスコにとり、標線まで水を加える。

e） スルファミン酸標準液（1000 μg/mL）(2)： JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質アミド硫酸［$HOSO_2NH_2$］0.1 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。少量の水を加えて100 mL 全量フラスコに移し入れ、標線まで水を加える。

f） 検量線用スルファミン酸標準液（50 μg/mL）(1)： スルファミン酸標準液（1000 μg/mL）5 mL を100 mL 全量フラスコにとり、標線まで水を加える。

g） 検量線用スルファミン酸標準液（5 μg/mL）(1)： スルファミン酸標準液（50 μg/mL）10 mL を100 mL 全量フラスコにとり、標線まで水を加える。

h） 検量線用スルファミン酸標準液（0.05 μg/mL～0.5 μg/mL）(1)： スルファミン酸標準液（5 μg/mL）1 mL～10 mL を100 mL 全量フラスコに段階的にとり、標線まで水を加える。

注（1） 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

（2） スルファミン酸（アミド硫酸）として99.9 %（質量分率）以上の純度の試薬が市販されている。

備考 1. スルファミン酸は富士フイルム和光純薬及び関東化学より市販されている。

（3） 器具及び装置 器具及び装置は、次のとおりとする。

a） イオンクロマトグラフ： JIS K 0127 に規定するイオンクロマトグラフで次の要件を満たすもの。

1） カラム： 第4級アンモニウム基型陰イオン交換樹脂を充填したカラム（内径 4.0 mm、長さ 250 mm、粒径 5 μm）

2） カラム槽

3） サプレッサー： 陽イオン交換膜又は樹脂を用いたものであること。

4） 検出器： 電気伝導度検出器

b） **マグネチックスターラー**

c） **遠心分離機**： 1700×*g* で遠心分離可能なもの。

d） **メンブレンフィルター**： 孔径 0.45 μm 以下、親水性 PTFE 製

備考 2. カラムは Metrosep A Supp 7-250/4.0 等の名称で市販されている。

（**4**） **試験操作**

（**4.1**） **抽出** 抽出は、次のとおり行う。

a） 分析試料 1 g を 1 mg の桁まではかりとり、200 mL 共栓三角フラスコに入れる。

b） 水 100 mL を加え、マグネチックスターラーを用いて約 10 分間かき混ぜる。

c） 静置後、上澄み液を 50 mL 共栓遠心沈殿管(3)に 50 mL 程度入れる。

d） 遠心力約 1700×*g* で約 5 分間遠心分離し(4)、上澄み液を抽出液とする。

e） 抽出液の一定量をとり、水で 20 倍に希釈する(5)。

f） メンブレンフィルター（孔径 0.45 μm 以下）でろ過し、試料溶液とする。

注（**3**） ポリプロピレン製等の共栓遠心沈殿管で測定に影響しないもの。

（**4**） 回転半径 16.5 cm 及び回転数 3000 rpm で遠心力 1700×*g* 程度となる。

（**5**） 検量線を越える場合には 20 倍以上で希釈する。

備考 3. （**4.1.1**）**f**）の操作に代えて、希釈液を 1.5 mL 共栓遠心沈殿管(3)に 1.5 mL 程度とり、遠心力 8000×*g*～10 000×*g* で約 5 分間遠心分離し、上澄み液を試料溶液としてもよい。

（**4.2**） **測定** 測定は、サプレッサー法を用い JIS K 0127 及び次のとおり行う。具体的な測定操作は、測定に使用するイオンクロマトグラフの操作方法による。

a） **イオンクロマトグラフの測定条件**： 測定条件の一例を以下に示す。これを参考にして設定する。

1） **カラム**： 第 4 級アンモニウム基型陰イオン交換樹脂を充填したカラム（内径 4.0 mm、長さ 250 mm、粒径 5 μm）

2） **カラム槽温度**： 45 °C

3） **溶離液**： A：0.3 mmol/L 炭酸ナトリウム溶液、B：20 mmol/L 炭酸ナトリウム溶液

4） **グラジエント**(1)： 炭酸ナトリウムとして 0.3 mmol/L（1-35 min）、0.3-20 mmol/L（35-40 min）、20 mmol/L（40-60 min）、20-0.3 mmol/L（60-65 min）、0.3 mmol/L（65-70 min）

5） **流量**： 0.7 mL/min

6） **注入量**： 20 μL

7） **検出器**： 電気伝導度検出器

備考 4. カラム槽温度、溶離液、流量及び注入量等は使用するカラムの性能に合わせて設定する。

b） **検量線の作成**

1） 各検量線用標準液 20 μL をイオンクロマトグラフに注入し、電気伝導度のクロマトグラムを記録し、ピーク

面積を求める。

2） 各検量線用標準液のスルファミン酸濃度と **1**）で求めたピーク面積比の検量線を作成する。

c） **試料の測定**

1） 試料溶液 20 μL を **b**）**1**）と同様に操作する。

2） 検量線から試料溶液中のスルファミン酸濃度を求め、分析試料中のスルファミン酸濃度を算出する。

備考 5. 真度評価のため、硫酸アンモニア 1 銘柄及び化成肥料 2 銘柄を用いて 3 点併行で添加回収試験を実施した結果、0.01 %（質量分率）～1.0 %（質量分率）の添加レベルでの平均回収率は 92.8 %～105.8 %であった。

精度評価のため、混合窒素肥料及び化成肥料を用いた日を変えての分析結果について、一元配置分散分析を用いて解析し、併行精度及び中間精度を推定した結果を表 1 に示す。

なお、この試験法の定量下限は 0.004 %（質量分率）程度と推定された。

表1　スルファミン酸の日を変えた試験成績の解析結果

試料名	日数[1]	平均値[2]	併行精度		中間精度	
	T	(%)[3]	s_r[4] (%)[3]	RSD_r[5] (%)	$s_{I(T)}$[6] (%)[3]	$RSD_{I(T)}$[7] (%)
混合窒素肥料	5	1.04	0.03	2.8	0.03	3.3
化成肥料	5	0.05	0.0005	1.1	0.0008	1.6

1） 2点併行分析を実施した日数
2） 平均値（n= 日数（T）× 併行数（2））
3） 質量分率
4） 併行標準偏差
5） 併行相対標準偏差
6） 中間標準偏差
7） 中間相対標準偏差

参考文献

1） 廣井利明, 白井裕治: イオンクロマトグラフ法による硫酸アンモニア中の硫青酸化物及びスルファミン酸同時測定, 肥料研究報告, 5, 1~23 (2012)

2） 伊藤浩平, 藤田真理子, 橋本良美, 白井裕治: 液体クロマトグラフ質量分析計（LC-MS）による肥料中のスルファミン酸の測定, 肥料研究報告, **8**, 38~48 (2015)

3） 大島舞弓, 山西正将: イオンクロマトグラフ法を用いた肥料中のスルファミン酸分析法の改良, 肥料研究報告, **16**, 1~13 (2023)

（5） スルファミン酸試験法フローシート 肥料中のスルファミン酸試験法のフローシートを次に示す。

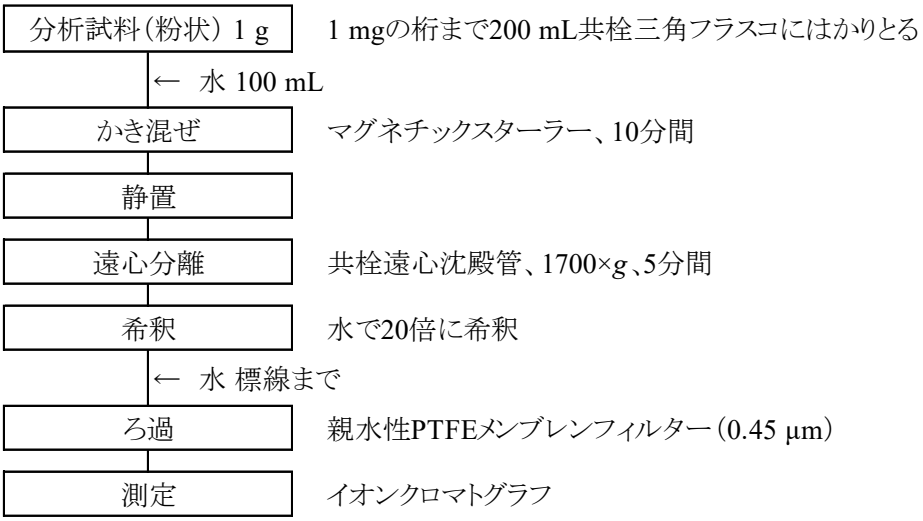
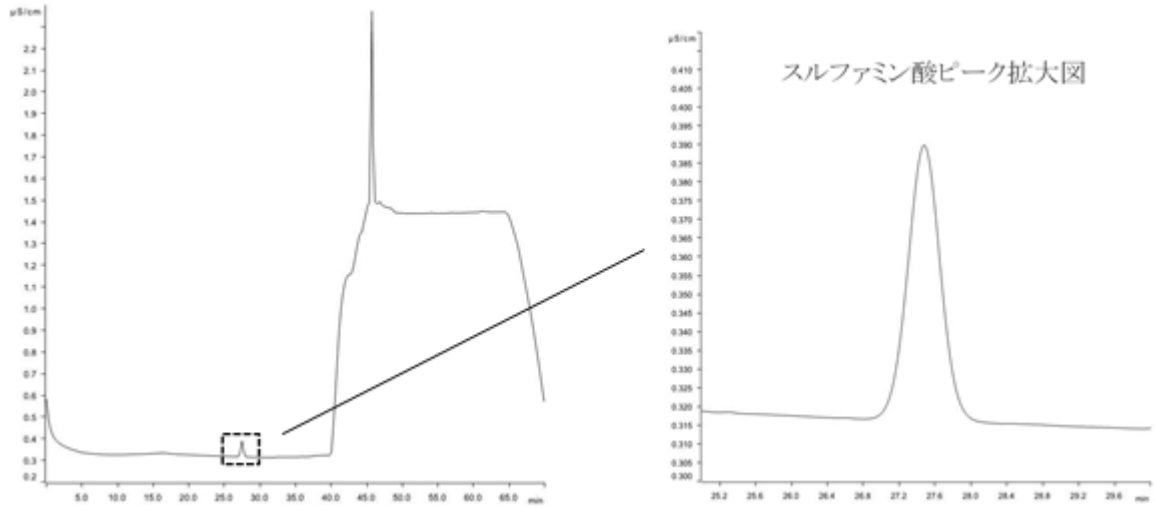


図　肥料中のスルファミン酸試験法フローシート

参考 スルファミン酸標準液のクロマトグラムを次に示す。



参考図　スルファミン酸標準液（0.5 μg/mL）のクロマトグラム