

### 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 $\pm 2$  °C に調節できるもの。

b) **共栓はかり瓶**<sup>(1)</sup>: 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 以下になるように拡げ、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 °C $\pm 2$  °C の乾燥器に入れ、5 時間加熱する<sup>(2)</sup>。

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、その定量値の差をアンモニア(NH<sub>3</sub>)に換算して揮発物量とする。
- 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。

#### 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.37~39, 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 (1997)

(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。

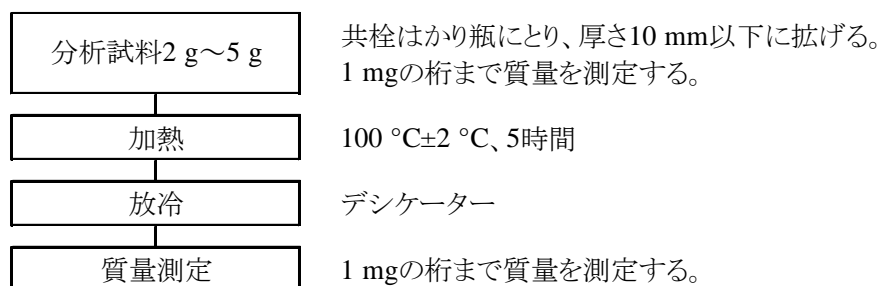


図 乾燥器を用いた乾燥減量法による肥料中の水分試験法フローシート

### 3.1.b 水分計による乾燥減量法

#### (1) 概要

この試験法は汚泥肥料、堆肥、有機質肥料等に適用する。この試験法の分類は **Type B** であり、その記号は 3.1.b-2017 又は Mois.b-1 とする。

加熱乾燥方式の水分計を用い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。

なお、この試験法の性能は**備考 3**に示す。

#### (2) 装置 装置は、次のとおりとする。

- a) **水分計**: 分析試料を加熱する熱源(ハロゲンランプ、赤外線ヒーター、セラミックヒーター等)及び校正機能を有する天秤<sup>(1)</sup>で構成する水分計。

**注(1)** 校正分銅を用いて校正する方法と内蔵分銅により自動的に校正する方法がある。

#### (3) 測定 測定は、次のとおり行う。ただし、予め汚泥肥料、堆肥、有機質肥料等を用いて 3.1.a 乾燥器による乾燥減量法との比較試験を行い、水分の定量値に差がないことを確認する。

- a) 分析試料約 5 g をひょう量皿にとり、厚さが 10 mm 以下になるように抺げ、1 mg の桁まで質量を測定する。  
 b) 100 °C で加熱し<sup>(2)</sup>、恒量になるまで加熱する。  
 c) 加熱終了後<sup>(2)</sup>、1 mg の桁まで質量を測定する。  
 d) 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、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)** 乾燥プログラム及び加熱終了(恒量)判定パラメーターの設定は、使用する水分計の仕様及び操作方法による。

**備考 1.** 予備乾燥を実施した場合は、次式によって試験品(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.** 真度の評価のため、有機質肥料、堆肥及び汚泥肥料を用いて乾燥器による乾燥減量法の測定値及び水分計による乾燥減量法の測定値を比較した結果を表 1 に示す。

また、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 2 に示す。

表1 方法間の比較試験成績の解析結果

測定値の記号		試料		$y_i \sim y_j$ の 範囲 (%) <sup>3)</sup>	回帰係数 ( $y = a + bx$ )		相関 係数 $r$
乾燥器 法 <sup>1)</sup>	水分計 法 <sup>2)</sup>	種類	試料数		$a$	$b$	
$x_i$	$y_i$	汚泥肥料 <sup>4)</sup>	26	5.50~90.61	0.188	0.998	0.999
$x_j$	$y_j$	有機質肥料等 <sup>5)</sup>	25	2.96~12.33	0.185	0.986	0.994

- 1) 3.1.a 乾燥器による乾燥減量法
- 2) 3.1.b 水分計による乾燥減量法
- 3) 質量分率
- 4) 下水汚泥肥料、し尿汚泥肥料、工業汚泥肥料、汚泥発酵肥料
- 5) 魚かす粉末、副産植物質肥料、たい肥、蒸製皮革粉、なたね油かす及びその粉末ほか

表2 水分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

試料名	試験 室数 <sup>1)</sup>	平均値 <sup>2)</sup> (%) <sup>3)</sup>	$s_r$ <sup>4)</sup> (%) <sup>3)</sup>	$RSD_r$ <sup>5)</sup> (%)	$s_R$ <sup>6)</sup> (%) <sup>3)</sup>	$RSD_R$ <sup>7)</sup> (%)
下水汚泥肥料	9	21.93	0.32	1.4	0.47	2.1
し尿汚泥肥料	8	13.36	0.14	1.1	0.37	2.8
工業汚泥肥料	9	34.28	0.21	0.6	0.50	1.5
焼成汚泥肥料	9	38.75	0.59	1.5	0.59	1.5
汚泥発酵肥料	9	27.10	0.26	0.9	0.60	2.2

- 1) 解析に用いた試験室数
- 2) 平均値( $n$ =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) 内山 丈, 酒瀬川智代: 汚泥肥料中の水分測定 —加熱乾燥式水分計の適用—, 肥料研究報告, **1**, 1~5 (2008)

- 2) 内山 丈, 白井裕治: 汚泥肥料中の水分測定 ー共同試験成績ー, 肥料研究報告, **1**, 6~11 (2008)
- 3) 秋元里乃, 高橋佐貴子: 有機質肥料等中の水分測定 ー加熱乾燥式水分計法の適用範囲拡大ー, 肥料研究報告, **2**, 1~5 (2009)

(4) **水分試験法フローシート** 汚泥肥料、堆肥、有機質肥料等中の水分試験法のフローシートを次に示す。

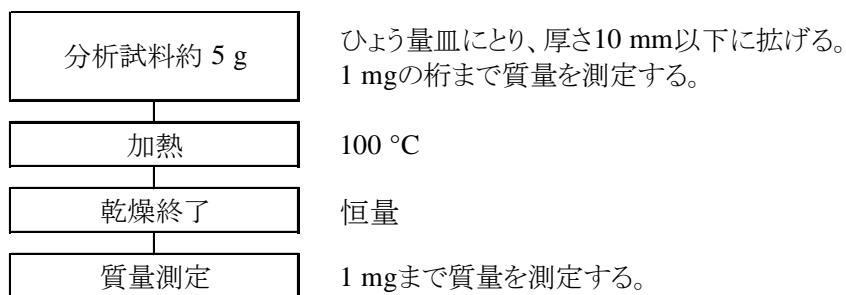


図 水分計を用いた乾燥減量法による汚泥肥料、堆肥、有機質肥料等中の水分試験法フローシート