

# 1 有機質肥料等中の水分測定

—加熱乾燥式水分計法の適用範囲拡大—

秋元里乃<sup>1</sup>, 高橋佐貴子<sup>1</sup>

キーワード 有機質肥料, 水分, 加熱乾燥式水分計

## 1. はじめに

現在, 肥料中の水分測定は肥料分析法<sup>1)</sup>により定められた乾燥器による加熱減量法(以下, 「公定法」という)により実施されている. 検査の迅速化・効率化が求められる中, これまで汚泥肥料については加熱乾燥方式の水分計を用いた試験法(以下, 「水分計法」という)について, 公定法との比較, 繰返し精度について単一試験室による妥当性確認の試験を実施し, 満足する結果が得られた<sup>2)</sup>. 更に, 共同試験を実施し, 試験所間の比較による本分析法の室間再現精度は満足する成績が得られている<sup>3)</sup>. これを踏まえ, 汚泥肥料以外の肥料の水分試験法への拡充を図ることとし, 有機質肥料等への適用の検討をしたので, その概要を報告する.

## 2. 材料及び方法

### 1) 試料の採取及び調製

収集した有機質肥料等を遠心式粉砕機(目開き 500  $\mu\text{m}$  ふるい)を用いて粉砕し, よく混合した. 混合された試料約 40 g をジッパー付きビニール袋に入れて密封して分析用試料とした. なお, たい肥については肥料等試験法(2009)<sup>4, 5)</sup>に従って予備乾燥を実施し, 同様に粉砕・混合して分析用試料を調製した.

### 2) 装置及び器具

- (1) 定温乾燥器: TABAI 製, HPS-212
- (2) 加熱乾燥式水分計: METTLER TOLEDO 製, HG53 ハロゲン水分計
- (3) 共栓はかり瓶: JIS R 3503 に規定する平形はかり瓶 50×30 mm をふたと共に 75~130 °C の定温乾燥器で加熱乾燥した後, ふたをしてデシケーター中で放冷し, 質量を 1 mg の桁まで測定した.

### 3) 水分の測定

#### (1) 公定法

分析試料約 5 g を予め質量を量ったはかり瓶にとり, 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ふたと共に 100 °C で 5 時間加熱して乾燥した後, ふたをしてデシケーター中で放冷し 0.1 mg の桁まで質量を測定し, その減量を水分とした. (図 1)

<sup>1</sup> (独)農林水産消費安全技術センター肥飼料安全検査部

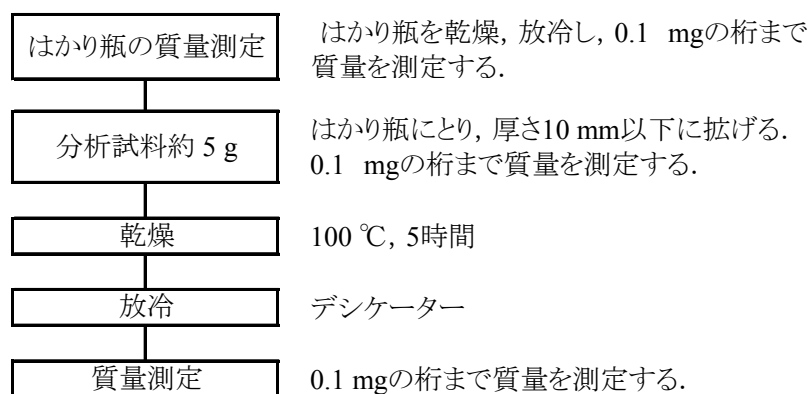


図1 公定法による水分測定フローシート

## (2) 水分計法

分析試料約 5 g を秤量皿にとり, 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, 恒量 (判定基準: 90 秒あたりの重量損失が 1 mg 以下) になるまで乾燥した. 乾燥終了後, 1 mg の桁まで質量を測定した. (図 2)

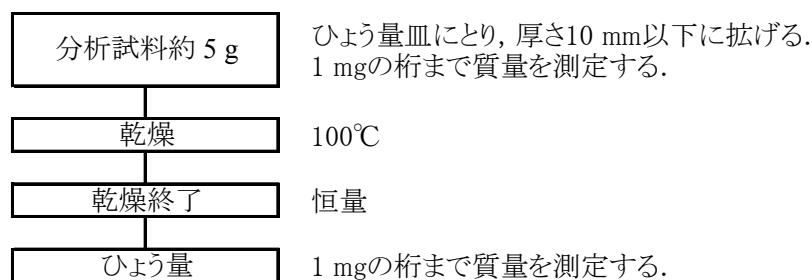


図2 水分計法フローシート

## 3. 結果及び考察

### 1) 公定法及び水分計法による水分測定値の比較

公定法並びに水分計法による有機質肥料等 25 点 (副産植物質肥料 (5 点), 魚かす粉末 (4 点), たい肥 (4 点), 蒸製皮革粉 (2 点), 混合有機質肥料 (2 点), 干魚肥料粉末 (以下 1 点), 魚廃物加工肥料, 甲殻類質肥料粉末, 干蚕蛹粉末, なたね油かす粉末, わたみ油かす粉末, ごま油かす粉末及び米ぬか油かす粉末) の水分測定値の相関を図 3 に示した. 公定法—水分計法による水分の測定値 (2.96~12.33 %) の一次回帰式の回帰係数は 0.986 で, 切片は 0.185 であった. その相関係数 (r) は 0.994 であり, 双方の測定法の測定値がほぼ一致した.

### 2) 分析時間の比較

水分計法における恒量までの加熱時間を図 4 に示した. 汚泥肥料における妥当性確認試験では, 恒量の判定基準を 140 秒又は 90 秒あたりの重量損失が 1 mg 以下としたとき, いずれの測定条件でも高い相関が報告<sup>2)</sup>されている. このため, 有機質肥料等の水分測定を迅速に行うために 90 秒あたりの重量損失が 1 mg 以下となるようにした. その結果, 1 点あたり 8~24 分間であり, 全体の約 8 割の試料が 20 分以内で測

定できた。公定法では分析点数にかかわらず、はかり瓶の恒量を求めるところから始まり、全工程に丸一日以上要することから、試料点数が 30 点程度までであれば水分計での測定は迅速であると考えられた。

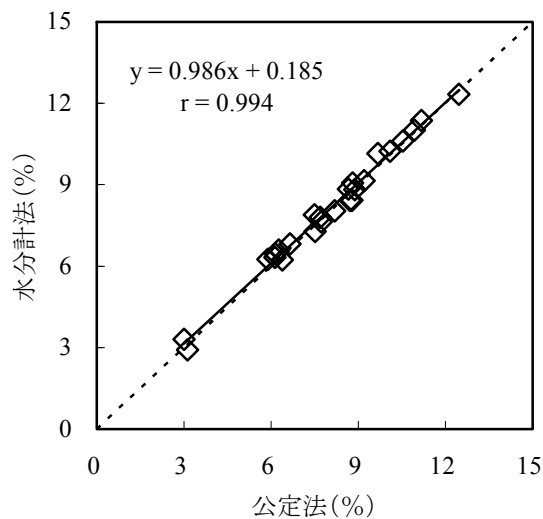


図3 公定法と水分計法の相関(有機質肥料等)  
実線: 定量値による回帰直線(n=25)  
波線:  $y=x$ の直線

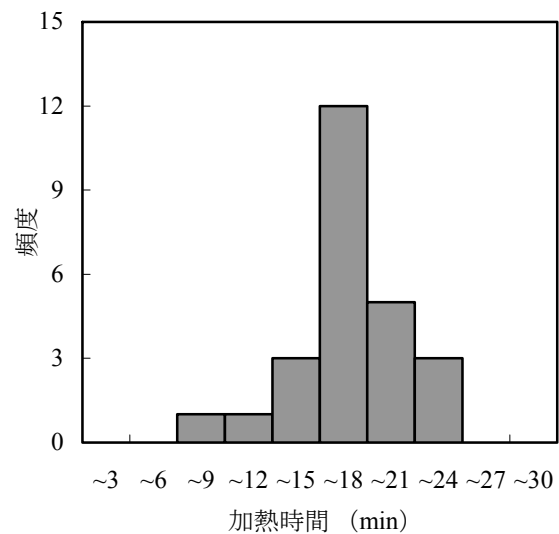


図4 恒量まで加熱時間の分布

### 3) 繰返し試験

魚かす粉末、蒸製皮革粉、なたね油かす粉末、米ぬか油かす粉末、副産植物質肥料、混合有機質肥料及びたい肥を用いて、水分計法で繰返し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 0.01~0.11 %であり、相対標準偏差は 0.1~1.4 %であった。水分含有量が 6.26~10.19 % (平均値  $n=3$ ) の範囲で、良好な繰返し精度(相対標準偏差)が得られた。

表1 水分計法による有機質肥料等中の水分の繰返し試験

肥料の名称	平均値 <sup>a)</sup> (%)	標準偏差 (%)	相対標準偏差 (%)
魚かす粉末	6.27	0.01	0.2
蒸製皮革粉	8.03	0.11	1.4
なたね油かす及びその粉末	8.85	0.03	0.3
米ぬか油かす及びその粉末	9.05	0.01	0.1
副産植物質肥料	6.26	0.07	1.0
混合有機質肥料	6.47	0.02	0.3
たい肥	10.19	0.04	0.4

a) 繰返し3回測定の平均値

## 4. まとめ

水分計法による有機質肥料等中の水分の試験法の妥当性確認のため検討を行った。水分含有量 2.96~12.33 %の範囲の試料で水分計法による水分を測定したところ、公定法の測定値とほぼ一致した。その繰

返し精度は、標準偏差及び相対標準偏差が 0.01～0.11 %及び 0.1～1.4 %であり、水分含有量が 6.26～10.19 % (平均値) の範囲で良好な成績が得られた。肥料公定法の加熱減量法では、分析試料の乾燥に 5 時間及び放冷後室温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 8～24 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。本試験法は有機質肥料等中の水分測定に用いることができる十分な性能を有することが確認されたことから、2008 年度肥料等技術検討会の審議を受け、肥料等試験法(2009)に収載された<sup>4)</sup>。

## 文 献

- 1) 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)
- 2) 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)
- 3) 内山丈, 白井裕治:汚泥肥料中の水分測定 —共同試験成績—, 肥料研究報告, **1**, 6~11 (2008)
- 4) 農林水産消費安全技術センター(FAMIC):肥料等試験法 (2009)  
<<http://www.famic.go.jp/ffis/fert/bunseki/sub9.html>>
- 5) 相澤真理子, 白井裕治, 杉村靖, 高橋雄一, 大木純, 福地幸夫, 引地典雄:汚泥肥料の予備乾燥方法の評価, 肥料研究報告, **1**, 122~128 (2008)

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

Satono AKIMOTO<sup>1</sup> and Sakiko TAKAHASHI<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fertilizer and Feed Inspection Department

We validated a rapid method for determination of moisture content in organic 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 25 samples of organic 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 organic 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 6.26~10.19 %, 0.01~0.11 % and 0.1~1.4 %, respectively. The results indicated that this method (a heating method using moisture analyzer) is applicable to measure moisture in organic fertilizer.

*Key words* organic fertilizer, moisture, moisture analyzer

(Research Report of Fertilizer, **2**, 1~5, 2009)