

ICPE-9000による肥料の分析

Fertilizer Analysis by ICPE-9000

■はじめに

Introduction

各種の廃水処理汚泥は、再資源化の観点から、肥料として再利用されることがあります。この場合、事前に主成分や有害成分などの品質確認試験を行う必要があります。「普通肥料」に区分される肥料は、肥料取締法で、含有すべき主成分の最小量、含有を許される有害成分の最大量などの公定規格が定められています。Table 1に汚泥肥料などに含有を許される有害成分の最大量を示します。

肥料の分析法は、肥料等試験法（独立行政法人 農林水産消費安全技術センター）に定められており、微量無機成分は、乾式灰化法（ひ素は湿式分解法）で溶液化した後、原子吸光法で定量を行ないます。

一方で、近年は、同時多元素分析の行なえるICP-AES（ICP発光分光分析法）が、様々な分野で活用されており、肥料分析でも期待されます。今回は、島津マルチタイプICP発光分光分析装置ICPE-9000を用い肥料の分析を行いましたので紹介します。ICP-AESは、同時多元素分析が行なえることに加え、高感度、かつダイナミックレンジが広い特長があります。対象成分が多い場合、また主成分から微量成分など、濃度範囲の広い分析を行なう場合、非常に効率的な分析法です。

S. Hashimoto

Table 1 汚泥肥料等の含有を許される有害成分の最大量 (%)
Maximal Allowable Content of Toxic Components(%) by Sludge Fertilizers

成分名	ひ素	カドミウム	水銀	ニッケル	クロム	鉛
最大量 (%)	0.005	0.0005	0.0002	0.03	0.05	0.01

■試料

Samples

汚泥発酵肥料A, 焼成汚泥肥料B, 普通化成肥料C

■分析

Analysis

ICPE-9000を用い分析試料及び添加回収試験用試料の定量を行いました。

分析条件をTable 2に示します。

■試料の前処理

Sample Preparation

粉碎試料5gをマッフル炉にて一昼夜加熱（約450℃）し灰化します。王水を加え、ホットプレート上で乾固直前まで加熱、更に塩酸（1+5）50 mLを加え、内容物を溶解します。室温まで放冷後、純水を加え200 mLに定容します。溶解液50 mLに、内標準元素Y（イットリウム）、In（インジウム）を添加、純水を加え100 mLに定容し分析試料とします。別に、分析対象元素の標準溶液を添加した試料を作成し、添加回収試験用試料とします。

■結果

Results

Table 3に定性分析における主成分の半定量結果（%）を示します。肥料はその種類によりカルシウム、アルミニウム、リン、硫黄など多量の共存成分を含みます。一般的に多量の共存成分を含む試料の場合、干渉により分析値に誤差を生ずる場合があります。

Table 4にICPE-9000における定量結果、回収率、検出下限を示します。回収率はいずれも良好な結果を示しており、主成分の影響はなく測定できていることがわかります。また、検出下限は、公定規格最大量の1/10以下であり、十分な感度を有することがわかります。

ひ素（As）定量値：前処理による揮散の可能性があるため結果は参考値とします。

■検量線試料

Standard Solution for Calibration Curve

原子吸光分析用の標準液（1000 ppm）を混合、超純水にて適宜希釈し作成しました。

また、試料同様、内標準元素Y（イットリウム）、In（インジウム）を添加しました。

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

装置	: ICPE-9000
高周波出力	: 1.2 (kW)
プラズマガス流量	: 14 (L/min)
補助ガス流量	: 1.2 (L/min)
キャリアーガス流量	: 0.7 (L/min)
試料導入	: 同軸ネプライザー
スプレーチャンバー	: サイクロンチャンバー
プラズマトーチ	: 高塩用
観測方法	: 横方向/軸方向

■ 参考資料

References

- 肥料取締法に基づき普通肥料の公定規格を定める等の件（昭和61年2月22日農林水産省告示第284号，平成22年4月9日改正 農林水産省告示第320号 施行 平成22年5月10日）
- 肥料等試験法（2010）（独立行政法人 農林水産消費安全技術センター）
- JIS K0102：2008（工場排水試験方法）

Table 3 定性分析における主成分の半定量結果（単位：%）
Semi-Quantitation Results of Fertilizer

試料名	汚泥発酵肥料A	焼成汚泥肥料B	普通化成肥料C
Ca	15	5	7
Al	6	12	0.1
P	2	5	4
S	0.6	0.2	10
Fe	2	1	0.1
K	0.4	1	4
Mg	1	1	0.2
Na	0.1	0.7	1

Table 4 肥料 定量結果（単位：%）
Quantitation Results of Fertilizer

元素名	公定規格 最大量	試料名		汚泥発酵肥料A		焼成汚泥肥料B		普通化成肥料C	
		検出下限	定量値	回収率(%)	定量値	回収率(%)	定量値	回収率(%)	
As*	0.005	0.00008	0.0002*	98.3	0.0017*	97.8	0.0001*	103.1	
Cd	0.0005	0.000001	0.00013	96.0	0.00038	100.3	0.00012	99.6	
Cr	0.05	0.000004	0.00455	97.8	0.00466	98.6	0.00189	97.3	
Cu	-	0.000003	0.0214	99.7	0.0554	98.9	0.00048	102.5	
Ni	0.03	0.000002	0.00283	94.6	0.0110	100.0	0.00046	99.7	
Pb	0.01	0.00002	0.0020	96.5	0.0045	101.1	0.0004	98.4	
Ti	-	0.0000002	0.0037	101.0	0.0275	-	0.0034	99.7	
Zn	-	0.000002	0.0571	95.8	0.208	100.4	0.0039	100.5	

回収率：添加回収試験における回収率（%）

検出下限：検量線ブランク試料の5回測定における標準偏差から求めた検出下限（3σ）

*：参考値（試験法は湿式灰化のため）

半定量値：ICPEsolution内蔵のデータベースから算出した値

初版発行：2010年10月


島津製作所 分析計測事業部
 応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691（携帯電話不可）

● 携帯電話専用番号（075）813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
 会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。