

# フローインジェクション分析法による耕地土壌、作物体及び有機質肥料の過塩素酸・硫酸分解液中窒素及びリン酸の迅速定量

中島秀治 \*柳原良一

北陸農業試験場 企画連絡室

〒943-01 新潟県上越市稲田1-2-1

\*日本ゼネラル株式会社 営業2部

〒103 東京都中央区八重洲1-6-15

---

## Rapid determination of $\text{HClO}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ degradation nitrogen and phosphorus in farm soils, crops and organic manure using Flow Injection Analysis.

Hideharu Nakajima \*Ryoichi Yanagihara

Hokuriku National Agricultural Experiment Station.

1-2-1 Inada, Joetsu-shi, Niigata 943-01

\*Nippon General Trading Co.

1-6-15 Yaesu, Chuo-ku, Tokyo 103

Summary: A more simple and faster method to determine nitrogen and phosphorus in farm soils, crops and organic manure was established for Agricultural Corporation by using FIA. A weighed sample (0.5g) was digested with 0.1-1ml of hydrochloric acid and 3ml of sulfuric acid on a hot plate. Nitrogen and phosphorus in the digested sample solution was determined by FIA. Sufficient accuracy and repeatability were obtained by this method. This method is more simple and easier than conventional method which needs complicate handling with special skill. Total analysis time from weighing to determination for 100 samples was 3 days, based upon a 6 hour working day. This method is already in use at some laboratories of Agricultural Corporation.

---

### 1. 緒言

東北地域において操作可能型農業を確立するには、農業生産現場に近い農業改良普及所及び農業協同組合などの実験室における化学計測手法の確立が重要である。<sup>1)</sup> 著者は前報<sup>2)</sup>において、フローインジェクション分析法(FIA)による米中窒素、リン酸、マグネシウム、カリウム及びアミロースの迅速定量について報告した。本報ではFIAによる耕地土壌、作物体及び有機質肥料の過塩素酸・硫酸分解液中窒素及びリン酸の迅速定量(本法)を検討した。検討結果は既に東北地域の農業協同組合実験室でルーチン分析として利活用され、また東北農業研究など<sup>3~5)</sup>にて公表してきた。ここではFIAによる研究情報資料として概要を報告する。

## 2. 実験方法

### 2. 1 試料

供試耕地土壌、作物体及び有機質肥料は図表中に示した。

### 2. 2 装置

Tecator 1093型サイクロテック粉碎装置、Mettler AE260電子天秤、Sartorius A200S型電子分析天秤、Tecator FIAstar5010型分析装置、市販ホットプレート（250℃まで昇温可能）、フュームボックス。

### 2. 3 試料液の調製

#### 2. 3. 1 窒素

①空試験液（C） 6%硫酸液。

②水酸化ナトリウム液（R1） 2.5M水酸化ナトリウム液。

③アンモニア指示薬（R2） Tecator 5000-0295混合指示薬0.1g及び磷酸二水素一ナトリウム0.4gを水に溶解し1lとした。

④窒素標準液 特級塩化アンモニウムを水に溶かし、50、100、150、200mg/l、6%硫酸液を調製した。

#### 2. 3. 2 磷酸

①メタバナジン酸アンモニウム液（R2） メタバナジン酸アンモニウム4gを熱水に溶かし、硝酸270mlを添加混合し、放冷した。次にモリブデン酸アンモニウム80gを採り水に溶解した後、先に調製した試薬液に加えて水で1lとした。

②モリブデン酸アンモニウム液（R1） モリブデン酸アンモニウム31gを熱水に溶解し、硫酸16mlを添加混合し放冷した後水を加え1lとした。

③アスコルビン酸液（R3） 2%アスコルビン酸液。

④磷酸標準液 磷酸二水素一カリウムを水に溶解し、10~50、50~100P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>mg/l、6%硫酸液を調製した。

⑤その他 水は純水を用い、過塩素酸、濃硫酸などの試薬類は一級を用いた。

### 2. 4 試料液の調製

#### 2. 4. 1 耕地土壌

予め重量測定した50ml三角フラスコに風乾試料0.500gを正確に採り、水1~5mlを添加後数分間放置し、次いで濃硫酸約3mlを加え5~30分間放置した。次に過塩素酸0.1~0.5ml添加した。直径3cm漏斗で覆い、熱板上にて約130℃・5~10分間加熱、白煙が発生したら約200℃・40~50分間加熱した。白濁化すれば分解終了。しかし有機物の着色が強い場合には、放冷後再度過塩素酸を滴下して加熱した。全加熱時間が約60分間前後となるように加熱温度及び過塩素酸添加量を調整した。放冷後漏斗上から突沸に注意しながら、水約10~30ml添加し漏斗を洗淨して取り外し、電子天秤を用いて試料液量を正確に50.0gとした。よく混合し放置して、上澄み液を試料液とした（なお有機物の少ない砂丘未熟土や黄色土等は試料採取量を多くしても可）。

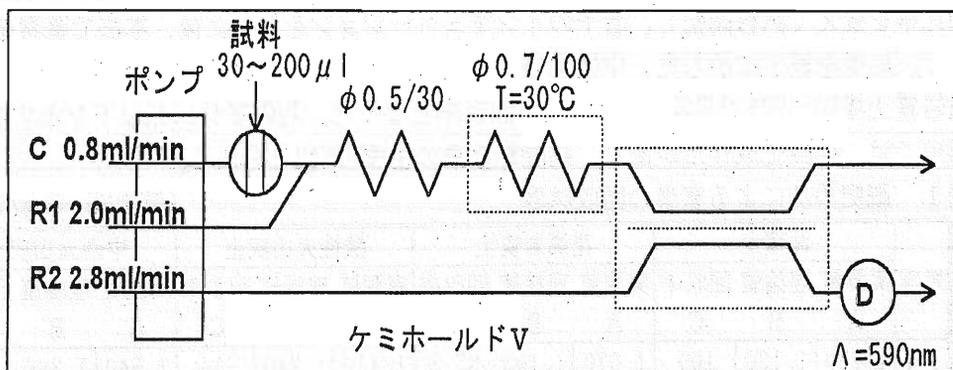
## 2. 4. 2 作物体及び有機質肥料

予め重量を求めた100ml三角フラスコに試料0.500gを採り、分注器などで濃硫酸3mlを加え、一晚室温中にて放置した。過塩素酸を0.5~1ml添加し直径3cm漏斗で蓋をして熱板上にて約130℃で5~10分間加熱し、白煙が発生したら約200℃で40~50分間加熱し、無色化したとき分解終了として放冷した。漏斗を水洗して取り除き更に水を加え、液量を電子天秤を用いて正確に50.0gとし上澄み液を試料液とした。

## 2. 5 定量

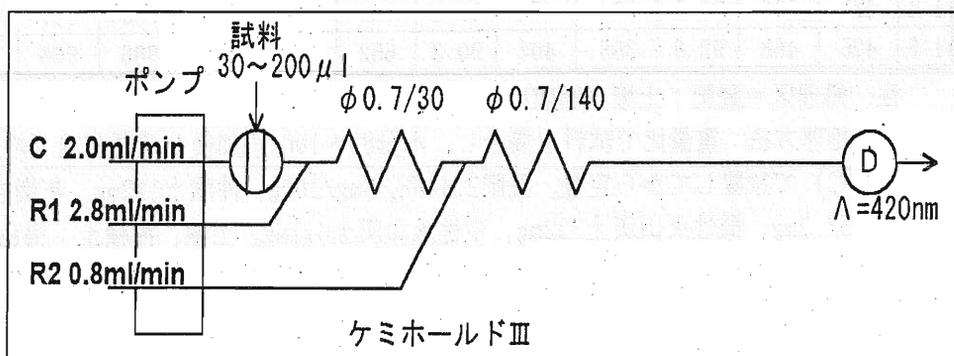
使用した流路系図は図1及び2に示した。試料液採取量及び計器類の調整は装置の取り扱い説明書に従い、測定のと度最適条件を求めた。試料液及び標準液を装置に導入し、各成分を測定し検量線より各成分の定量を行った。磷酸定量に当たって試料液が着色している場合は、アスコルビン酸還元法を用い、その他の試料液はバナドモリブデン酸法を用いた。なお、試料中全窒素を求めるときは、本法ではアンモニア態及び有機化合物態窒素の含量が定量可能であるが、試料中硝酸態窒素を別法で定量し、補正する必要がある。しかし、今回は検討の対象とはしなかった。比較検討に用いた定量法は既法<sup>4~7)</sup>に従った。

図1 窒素の流路系図

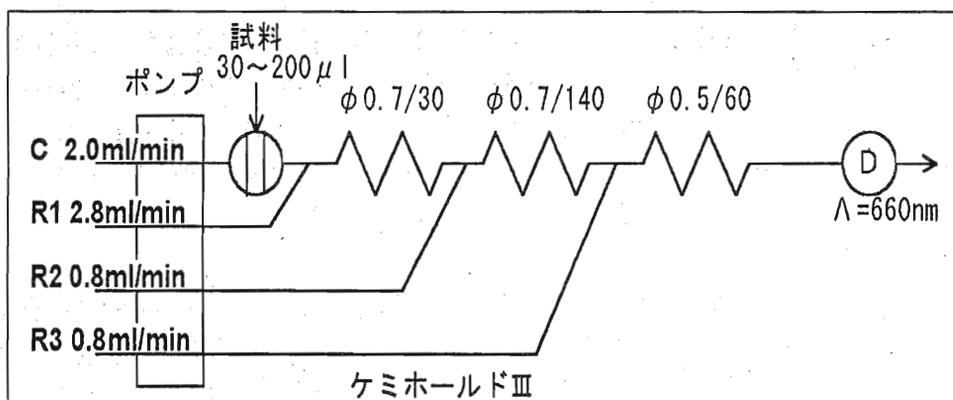


注: C:6%硫酸、R1:2.5M水酸化ナトリウム液、R2:Tecatorアンモニア指示薬。

図2 磷酸の流路系図



注: C:6%硫酸(ブランク液)、R1:純水、R2:バナドモリブデン酸液



注. C:6%硫酸(ブランク液)、R1:モリブデン酸アンモニウム液、R2:純水、R3:アスコルビン酸液

### 3 結果

#### 3.1 窒素

##### 3.1.1 厩肥添加による窒素の回収

耕地土壌中窒素を定量する際の窒素の回収率を検討した。耕地土壌4種類に厩肥の添加比率を変えて試料調整し、若干のインキュベーションを行った後、本法で窒素を定量した。結果を表1に示した。中性及び酸性火山灰土壌101~104%、沖積土壌87~109%、花崗岩質土壌83~97%で平均100+/-11%の回収率となった。回収率が100%以下を示す供試土壌中では、硝酸化成作用があり、硝酸態窒素の生成<sup>8)</sup>が認められる。

表1 厩肥添加による窒素の回収試験 (乾土NH<sub>4</sub>-Nmg/100g)

処理	沖積土			花崗岩質土			酸性火山灰土			中性火山灰土		
	実測値	理論値	回収率	実測値	理論値	回収率	実測値	理論値	回収率	実測値	理論値	回収率
	A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C
1:1	1,230	1,130	109	1,070	1,100	97.3	1,410	1,240	114	1,540	1,380	112
1:2	699	795	87.9	649	751	86.4	1,010	935	108	1,140	1,120	102
1:3	543	627	86.6	523	578	90.5	788	784	101	1,120	993	113
1:4	471	526	89.5	394	474	83.1	733	694	106	1,000	917	109
1:5	425	458	92.8	365	404	90.3	662	633	105	986	866	114

注. 処理区=厩肥:土壌、回収率  $A \div B \times 100 = C$ 。

処理方法: 重量比で試料を混合し、水分80~100%添加後3週間室温(約10~15℃)で放置してから定量。厩肥2140NH<sub>4</sub>-Nmg/100g、沖積土122mg、花崗岩質土57.2mg、酸性火山灰土332mg、中性火山灰土611mg。土壌、沖積土: 褐色低地土、花崗岩質土: 褐色森林土、酸性及び中性火山灰土: 多腐植質黒ボク土、いづれも東北農業試験場(厨川)人工圃場土壌。

### 3. 1. 2 各種土壤中窒素定量

本法と回分法による各種土壤中窒素定量を行い、両法の比較を行った。結果を表2に示した。本法と回分法を比較すると相関は $\gamma=0.999^{***}$ と極めて高く、回帰係数は1.07とよく一致する。しかし回帰定数は $33.5\text{NH}_4\text{-Nmg}/100\text{g}$ と、回分法が高めの偏りを示した。

表2 各種土壤中窒素における本法と回分法との比較 (乾土 $\text{NH}_4\text{-Nmg}/100\text{g}$ )

No.	採土地	土壌名	採土位置	本法	回分法
1	沖縄県石垣市	暗赤色土	作土	110(65)	170
2	〃	赤色土	下層	34.0(57)	60
3	愛知県豊橋市	黄色土	〃	33.8(60)	56
4	埼玉県川越氏	灰色低地土	〃	80.4(91)	87.9
5	茨城県つくば市	黒ボク土	表層	369(88)	418
6	埼玉県北本市	〃	〃	124(75)	166
7	東京都北区西ヶ原	〃	下層	203(66)	309
8	千葉県大網市白里町	砂丘未熟土	表層	4.44(16)	27
9	宮城県岩沼市	泥炭土	下層	1,700(92)	1,840

注. 本法：過塩素酸・硫酸分解-F I A法、回分法：ケルダール分解-蒸留法。

回分法 $=1.065 \times \text{本法} + 33.5$ 、 $\gamma=0.999$ 、()は回分法を100とした場合の値。

### 3. 1. 3 耕地土壤中窒素の分析精度

表3に示したように、両法とも差があるとは言えない。しかし正確さは、相関が $\gamma=0.9997^{***}$ 、回帰係数1.16、回帰定数 $26.8\text{NH}_4\text{-Nmg}/100\text{g}$ と本法が低い偏りを示した。

表3 耕地土壤中窒素の分析精度 (乾土 $\text{NH}_4\text{-Nmg}/100\text{g}$ )

試料		本法			回分法		
No.	土壌	$\bar{x}$	Sx	CV(%)	$\bar{x}$	Sx	CV(%)
1	沖積土	122	3.9	3.2	156	5	3.3
2	花崗岩質土	57.2	2.2	3.9	74.3	7.3	9.8
3	酸性火山灰土	332	7.2	2.1	413	14	3.7
4	中性火山灰土	611	33	5.4	777	14	1.8
5	厩肥	2,140	103	4.8	2,500	161	6.4

注.  $n=5$  (試料液調整からのくり返し)

### 3. 1. 4 本法と回分法の比較

畑土壌62点を用いて土壤中窒素濃度を求め、本法と回分法の相関を求めると相関は $\gamma=0.976^{**}$ 、回帰係数0.972とまずまずの結果であるが、回帰定数はやはり $45.9\text{NH}_4\text{-Nmg}/100\text{g}$ 乾土と本法が低い偏りを示した。

### 3. 1. 5 有機物の試料液調整方法の検討

①有機物中窒素の分析精度 試料採取量、試料分解容器の大きさ、分解剤の添加量、試料の化学的性質及び加熱温度管理によって分析精度は左右される。試料採取のための容器の大きさについて検討し表4に示した。試料0.5gを100ml三角フラスコに採り、市

販熱板上で加熱分解すれば十分実用的な分析精度が得られた。試料に対する容器が大きくても小さくても、分析精度や作業能率が低下した。

表4 有機物試料調整方法の検討

(乾物NH<sub>4</sub>-N%)

試料量 <sup>*</sup> (g)	容器 <sup>**</sup> (ml)	茎葉			米糠		
		$\bar{x}$	Sx	CV(%)	$\bar{x}$	Sx	CV(%)
0.5	50	0.442	0.052	12	2.57	0.12	4.7
0.5	100	0.522	0.039	7.5	2.57	0.054	2.1
1	100	0.428	0.068	16	2.36	0.37	16

注. 過塩素酸・硫酸分解-FIA法。\* 試料: 水稻、\*\* 容器: 三角フラスコ、n=5

②分解剤添加量と試料採取量 実験データは省略したが、有機物0.5gに対し硫酸添加量3ml及び過塩素酸0.1~1mlが分析精度も、作業能率も良好であった。添加剤が多くても少なくとも分析精度及び作業能率は悪化した。分解剤を多くすると測定時の水酸化ナトリウム中和量<sup>7)</sup>を多くする必要があり、FIA装置に負担がかかりすぎて非能率的となった。

③過塩素酸添加量と加熱温度 実験データは省略したが過塩素酸は硫酸との添加順序を入れ替えたり、硫酸よりも添加量を増加させると窒素の揮散が認められ、分析精度も正確さも悪化した。逆に添加量が少ないと作業能率が悪化した。有機物試料(風乾物)0.5gに対し硫酸3ml、過塩素酸0.1~1mlが最も良好な添加量であった。また、過塩素酸添加量と加熱温度の組み合わせが分析精度と作業能率に大きく影響した。検討した結果、経験的ではあるが試料0.5g、硫酸3ml、過塩素酸1mlをよく混合し、約15時間(一昼夜)、室温(約15~25℃)放置後、約130℃・5~10分間加熱し、白煙が発生したら約200℃・60~120分間加熱し、透明色になったら終了するのが良好であった。加熱温度は常に三角フラスコに蓋をしたφ3cm漏斗が、水蒸気圧で三角フラスコと接する音を発しない程度が良好であった。常に音が聞こえる程度であると窒素の揮散が起こり、分析精度も正確さも悪化する。また低温加熱であると作業能率が悪化した。

### 3. 1. 6 作物体中窒素の定量

本法と回分法で小麦粉(原粒)、大豆(茎、葉)及びソルガム(茎、葉)中窒素を定量した。両法の相関を求めて、表5に示した。相関係数 $\gamma=0.92\sim0.99$ となり、回帰係数も $0.81\sim1.22$ 、回帰定数 $0.33\sim0.49\%$ となった。

表5 作物体中窒素における本法と回分法との相関

(乾物NH<sub>4</sub>-N%)

試料		点数	範囲	相関係数	回帰係数	回帰定数
作物	部位	n	R	$\gamma$	a	b
小麦	原粒	31	1.5~3.4	0.924	0.807	0.49
大豆	葉	12	3.3~4.8	0.99	0.988	0.034
"	茎	12	1.6~2.5	0.967	1.216	0.351
ソルガム	茎葉	20	1.7~3.6	0.965	0.887	0.266

注. 本法 = a × 回分法 + b、試料は粉碎した。

### 3. 1. 7 有機質肥料中窒素の定量

①市販されている有機質肥料の分析精度 本法は回分法に比較して若干分析精度が悪いが、CV9%以下であった。特に骨粉及び無機汚泥肥料のような石灰を含む試料の場合は、激しく発泡するため飛散し、分析精度が悪い。しかし有機汚泥肥料原料のように水分を多く含む場合は、本法では直接三角フラスコ底に試料を秤取でき、水分と逐次定量が可能であるので、作業能率を考えると回分法より優れている。

表 6 有機質肥料中窒素の分析精度 (乾物NH<sub>4</sub>-N%)

肥料 No.	試料	HClO <sub>4</sub> ・H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -FIA法			回分法		
		̄x	Sx	CV (%)	̄x	Sx	CV (%)
1	混合魚粉肥料	5.71	0.05	0.9	5.95	0.02	0.3
2	菜種油粕粉末肥料	5.2	0.09	1.5	5.45	0.25	4.4
3	鶏糞堆肥肥料	2.98	0.07	2.3	3.3	0.15	4.5
4	骨粉肥料	3.6	0.21	5.8	4.41	0.02	0.5
5	有機汚泥コンポスト肥料	7.3	0.15	2.1	7.45	0.14	1.9
6	無機汚泥コンポスト肥料	1.64	0.14	8.5	1.68	0.01	0.9

注. 試料は総て市販・乾燥品。n=5

②試料中成分、窒素含有量、容器の大きさ及び希釈量 油脂分の多い試料は容量の大きい三角フラスコを、逆に窒素濃度が高く発泡成分の少ない試料は小さい容器を使用する。あるいは硫酸添加量、試料採取量、濃縮量や希釈量を調整することにより、多くの試料に適用できると考えられる。ただし、今回は試料液中硫酸濃度 (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 3ml → 50ml) を約1Mとして計算して、水酸化ナトリウムを2.5M液に調整して用いた。試料中硫酸濃度が異なる場合は、中和当量以上 (中和廃液中pHは10以上) の水酸化ナトリウム液を用いる必要がある。<sup>7)</sup>

### 3. 2 磷酸

#### 3. 2. 1 各種土壤中酸加熱分解性磷酸

ケルダール及び過塩素酸・硫酸加熱分解、アスコルビン酸及びバナドモリブデン酸法の組み合わせ定量と蛍光X線法による定量の比較を行った。結果を表7に示した。ケルダール及び過塩素酸・硫酸加熱分解-アスコルビン酸法と蛍光X線法の磷酸定量値は一致した。しかしバナドモリブデン酸法は、赤色土、黄色土及び砂丘未熟土においては一致しない。

表7 各定量法による各種土壤中の全磷酸定量

(乾土 $P_2O_5$ mg/100g)

No.	採土地	土壤名	採土位置	ケルダール分解		HClO <sub>4</sub> ・H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 分解		蛍光 X線法
				A法	B法	A法	B法	
1	沖縄県石垣市	暗赤色土	作土	318	322	302	312	303
2	〃	赤色土	下層	46.5	97.1	41	72.6	47
3	愛知県豊橋市	黄色土	〃	50.6	96.8	50.9	77	55
4	埼玉県川越氏	灰色低地土	〃	127	142	131	177	141
5	茨城県つくば市	黒ボク土	表層	269	288	257	299	302
6	埼玉県北本市	〃	〃	237	267	202	217	226
7	東京都北区西ヶ原	〃	下層	333	360	311	325	328
8	千葉県大網市 白里町	砂丘未熟土	表層	23.7	56.2	29	44.9	39
9	宮城県岩沼市	泥炭土	下層	209	203	197	199	196
10	東北農業試験場	厩肥	—	2,740	2,280	2,010	1,470	2,210

注. 定量法、A：アスコルビン酸還元回分法、B：バナドモリブデン酸アンモニウム回分法、蛍光X線法：農業環境技術研究所コロイド研究室による。

### 3. 2. 2 過塩素酸・硫酸加熱分解による残査中磷酸

過塩素酸・硫酸加熱分解した各種土壤液中磷酸と残査中磷酸の分画定量を行い、過塩素酸・硫酸加熱可溶性磷酸の比率を求めた。結果を表8に示した。酸可溶性磷酸が90%以上で残査中磷酸は2~8%であった。

表8 過塩素酸・硫酸分解法による各種土壤中の全磷酸と残査 (乾土 $P_2O_5$ mg/100g)

No.	過塩素酸・硫酸分解法						Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 熔融法 D
	酸可溶性		残査		全磷酸		
	A	A'	B	B'	C	C'	
1	310	91	5.19	1.5	315	93	339
2	38.3	64	4.24	7.1	42.5	72	59.4
3	46.8	94	2.08	4.1	48.9	98	50
4	129	98	5.24	4	134	102	131
5	256	94	20.9	7.7	277	101	273
6	209	100	6.55	3.1	216	103	209
7	319	96	14.6	4.4	334	100	332
8	23.2	69	10	30	33.2	99	33.6
9	195	100	4.29	2.2	199	103	194
10	2,230	99	22.9	1	2,250	100	2,260

注. 1. 定量法：アスコルビン酸還元回分法

2. 計算法：C=A+B、A'=A÷D×100、B'=B÷D×100、C'=C÷D×100。

3. 採土地、土壤名、採土位置は表7と同じ。

### 3. 2. 3 過塩素酸・硫酸加熱分解法と炭酸ナトリウム溶融法の比較

過塩素酸・硫酸加熱分解法と炭酸ナトリウム溶融法の分析精度の比較を行い、表9に示した。過塩素酸・硫酸加熱分解法の分析精度CVは2~5%、炭酸ナトリウム溶融法は2~11%であり、定量値は炭酸ナトリウム溶融法が若干高い偏りを示した。また、過塩素酸・硫酸加熱分解法の残査を炭酸ナトリウム溶融法で磷酸を定量して補正し、全磷酸を求めると、炭酸ナトリウム溶融法による全磷酸とよく一致した。耕地土壌中の全磷酸は過塩素酸・硫酸加熱分解法で、80%以上の磷酸が定量される。

表9 過塩素酸・硫酸分解法による耕地土壌中の全磷酸定量 (乾土P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>mg/100g)

No.	土壌名	硫酸・過塩素酸分解法									Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 溶融法		
		酸可溶性(A)			残査(B)			全磷酸(A+B)			x̄	Sx	CV%
		x̄	Sx	CV%	x̄	Sx	CV%		Sx	CV%			
1	沖積土	164	3.8	2.3	12.5	1.1	8.8	176	4.3	2.4	175	5.8	3.3
2	花崗岩質土	94.9	4.7	5	3.9	0.25	6.4	98.7	4.7	4.8	105	12	11
3	酸性火山灰土	255	5.4	2.1	10.2	0.83	8.1	265	6.2	2.3	267	8.9	3.3
4	中性火山灰土	320	14	4.4	25.3	1.8	7.1	345	12	3.5	351	8	2.3

注. 定量法: アスコルビン酸還元回分法、n=5。

### 3. 2. 4 各種土壌中磷酸のFIAと回分法の比較

過塩素酸・硫酸加熱分解で試料液を調整し、FIAと回分法及びアスコルビン酸とバナドモリブデン酸法で磷酸を定量した。結果を表10に示した。FIAと回分法の定量値は一致するが、アスコルビン酸とバナドモリブデン酸法を比較すると、バナドモリブデン酸法がやや高い偏りを示した。

表10 各種土壌におけるFIAと回分法の比較 (乾土P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>mg/100g)

No.	FIA		回分法	
	A	B	A	B
1	304	226	302	322
2	43	116	41	97.1
3	45.5	64.3	50.9	96.8
4	122	106	131	142
5	254	269	257	288
6	209	300	202	267
7	335	334	311	360
8	33.2	138	23	56.2
9	206	182	197	203
10	2,030	3,010	2,010	2,290

注. 硫酸・過塩素酸分解法、A: アスコルビン酸還元定量法、B: バナドモリブデン酸アンモニウム定量法、採土地、土壌名、採土位置は表7と同じ。

### 3. 2. 5 耕地土壤中リン酸の分析精度

結果を表11に示した。アスコルビン酸・FIA法は分析精度CV1~5%でアスコルビン酸・回分法とよく一致した。しかし、バナドモリブデン酸・FIA法は分析精度CV3~14%と悪く、更にアスコルビン酸・FIA法より高い偏りを示した。

表11 耕地土壤中リン酸の分析精度 (乾土P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>mg/100g)

試料		F I A						回分法
		A			B			A
No.	土壤名	̄x	Sx	CV%	̄x	Sx	CV%	̄x
1	沖積土	170	3.2	1.9	151	9.9	6.6	164
2	花崗岩質土	95.8	5.1	5.3	110	15	14	94.9
3	酸性火山灰土	253	4.4	1.7	293	15	5.1	255
4	中性火山灰土	327	5.4	1.7	394	13	3.3	320
5	厩肥	2,760	22	0.8	3,010	250	8.3	2,740

注. 硫酸・過塩素酸分解法、A：アスコルビン酸還元法、B：バナドモリブデン酸アンモニウム法、n=5。

### 3. 2. 6 有機物試料調製方法の検討

3. 1. 5で示した試料液の検討と同様にリン酸定量時の分析精度を求め、表12に示した。試料採取量と容器の大きさが分析精度に与える影響は窒素より小さい。しかし米糠のようなリン酸含有量が多い場合より茎葉のように少量であると、試料採取量と容器の大きさが分析精度に影響を与え、CV9%にもなった。

表12 有機物肥料 (乾物T-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>%)

試料量 (g)	容器(ml)	茎葉			米糠		
		̄x	Sx	CV%	̄x	Sx	CV%
0.5	50	0.225	0.021	9.3	6.13	0.11	1.8
0.5	100	0.199	0.011	5.5	6.41	0.18	2.8
1	100	0.209	0.018	8.6	6.05	0.08	1.3

注. 容器：三角フラスコ、定量法：バナドモリブデン酸アンモニウムFIA法、n=5。

### 3. 2. 7 作物体中リン酸定量におけるFIAと回分法の相関

小麦、大豆及びソルガムを用い、FIAと回分法で作物体中リン酸を定量し、相関を求めた。結果を表13に示した。相関係数は $\gamma=0.93\sim0.99$ となり、回帰係数は0.91~1.1となった。バナドモリブデン酸法及びアスコルビン酸法、FIA及び回分法間において、定量値の差は認められなかった。

表13 作物体中磷酸定量におけるFIAと回分法の相関 (乾物T-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>mg/100g)

試料		分析方法	点数	範囲	相関係数	回帰係数	回帰定数
作物	部位						
			n	R	$\gamma$	a	b
小麦	原粒	A	31	800~1300	0.994	1.057	-42.6
大豆	葉	B	12	440~560	0.963	0.977	15.4
		C	"	"	0.958	1.032	2.13
	茎	B	"	340~480	0.945	1.027	4.97
		C	"	"	0.948	0.951	29.6
ソルガム	茎葉	B	20	370~640	0.93	1.022	28.6
		C	"	"	0.926	0.914	41.8

注.  $Y = aX + b$ .

A: Y=過塩素酸・硫酸分解バナドモリブデン酸FIA法。

X=硝酸・過塩素酸分解バナドモリブデン酸回分法。

B: Y=過塩素酸・硫酸分解バナドモリブデン酸FIA法。

X=過塩素酸・硫酸分解アスコルビン酸回分法。

C: Y=過塩素酸・硫酸分解アスコルビン酸FIA法。

X=過塩素酸・硫酸分解アスコルビン酸回分法。

試料: 粉体。

### 3. 2. 8 有機質肥料中磷酸の定量

市販されている有機質汚泥肥料を用い、分析精度を求め表14に示した。分解しにくく試料液の着色が消えにくい有機質肥料の分析精度CVは、6~10%と悪い。しかし、他の肥料は0~6%であった。また、バナドモリブデン酸法とアスコルビン酸法には有差は認められなかった。

表14 有機質肥料

(乾物T-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>%)

No.	硫酸・過塩素酸分解						ケルダール分解		
	FIA						回分法		
	バナドモリブデン酸法			アスコルビン酸法			アスコルビン酸法		
	$\bar{x}$	Sx	CV%	$\bar{x}$	Sx	CV%	$\bar{x}$	Sx	CV%
1	12.5	0.48	3.8	13.7	0.24	1.8	12.9	0.25	0.9
2	3.63	0.16	4.4	3.89	0.13	3.3	3.66	0.1	2.7
3	8.34	0.37	4.4	8.51	0.31	3.6	8.99	0.15	1.7
4	26.5	0.11	0.4	26	0.98	3.8	27.3	0.23	0.8
5	6.31	0.36	5.7	6.61	0.31	4.7	6.9	0.66	9.6
6	3.11	0.24	7.7	3.02	0.26	8.6	3.2	0.33	10.3

注. 肥料名は表6と同じ。

#### 4. まとめ

農業改良普及所や農業協同組合などの実験室においてF I Aを活用し、耕地土壌、作物体及び有機質肥料中窒素及びリン酸逐次定量を単純迅速に行う分析手法を確立した。分析試料(0.5g)をあらかじめ計量した三角フラスコ(50~100ml)に採り、硫酸3ml及び過塩素酸0.1~1ml添加し、市販熱板上で加熱分解し、重量法で定容としたあと、上澄み液をF I Aに導入し、窒素及びリン酸を逐次定量した。確立したF I Aによる分析手法は、農業協同組合などの実験室での活用が期待できる十分な分析精度及び正確さが得られた。回分法と比較して、分析操作は単純となり、特別な熟練を必要としない。実験器具類は半減し、実験廃液処理も軽減できた。検体数100点の試料秤量から定量までの分析所要時間は約3日間(1日6時間)であった。本法は農業生産現場に近い農業協同組合などの実験室で既にルーチン分析に活用されている。

#### 文献

- 1) 中島 J. Flow Injection Anal. 9 1:88(1992)
- 2) 中島、柳原 J. Flow Injection Anal. 8 2:127(1991)
- 3) 中島、市来 東北農業研究 39 143, 145(1986)
- 4) 渡部、中島 東北農業研究 40 93(1987)
- 5) 中島、川島 東北農業研究 42 169, 171(1989)
- 6) 農業環境技術研究所 肥料分析法(1982年度版) 7, 28, 39(1982)
- 7) 中島 東北農試研究資料 7 37(1987)

(1993年9月30日 受理)