

中性火山灰土壤に由来する草地及び畑地の磷酸肥沃度の迅速診断法

第2報 10^{-2} MH_2SO_4 抽出法による抽出条件の検討

中島 秀治・市来 秀夫

(東北農業試験場)

The Rapid Examination for Phosphate Fertility in Grazing and Farm Land
Soil Derived from Neutral Volcanic Ash

2. Investigation of the Condition to the extraction with 10^{-2} MH_2SO_4

Hideharu NAKAJIMA and Hidao ICHIKI

(Tohoku National Agricultural Experiment Station)

1 はじめに

10^{-2} MH_2SO_4 抽出法¹⁾は、既に検討が加えられ、U.S.A. (ハワイ州) でサトウキビ畑に利用されているが、第1報の結果から、中性火山灰土壤に由来する草地及び畑地土壤に適用できる可能性があるため更に抽出条件、各種土壤の分析結果および分析精度・正確さについて詳細に検討した。

本研究を遂行するに当たり元東北農業試験場安西美枝分析技術主任には有益な御助言を賜り、また琉球大学大屋一弘博士に文献紹介をいただき感謝いたします。

2 試験方法

(1) 供試土壤 図表及び本文中に示した。

(2) 装置 日立100-60型分光光度計、イワキV-S型振り混ぜ機、桜式電気孵卵器

(3) 試薬液の調製

1) 10^{-2} MH_2SO_4 液 水約7ℓに特級硫酸アンモニウム $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 30g 及び特約濃硫酸 $[\text{H}_2\text{SO}_4]$ 10.5g を加え溶解し、水を加えpH 2に調製しながら全液量を10ℓとした。

2) H_2SO_4 液 水0.8ℓに濃硫酸 $[\text{H}_2\text{SO}_4]$ 140mlを加え、混合したのち水で1ℓとした。

3) $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ 液 水0.4ℓに特級モリブデン酸アンモニウム $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ の粉体20gを溶解し、水で500mlとし、冷暗所に保存し使用時は、上澄液を用いた。

4) アスコルビン酸液 特級L-アスコルビン酸 $[\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6]$ 4.4gを水に溶解し250mlとし、冷暗所に保存した。

5) 酒石酸アンチモニルカリウム液 特級酒石酸アンチモニルカリウム $[\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{K}(\text{SbO}) \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}]$ 0.137gを水に溶解し50mlとし、冷暗所に保存した。

6) 磷酸標準液 硫酸デシケター中で24時間以上乾燥した磷酸二水素一アンモニウム $[\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4]$ 1.621g又は、磷酸二水素一カリウム $[\text{KH}_2\text{PO}_4]$ 1.917gを水に溶解し、硝酸 $[\text{HNO}_3]$ 2~3mlを添加し正確に1000mlとし冷暗所に保存した。 $[\text{P}_2\text{O}_5 1\text{mg}/1\text{ml}]$ 。使用の都度正確に希釈して用いた。

7) 混合発色液 使用直前に2.5 MH_2SO_4 液50ml, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ 液15ml, アスコルビン酸液30ml, 酒石

酸アンチモニルカリウム液5mlの比率で順に良く振り混ぜながら加え調製した。

(4) 試料液の調製 風乾土(2mm篩全通)0.500gを200ml容三角フラスコに採り、 10^{-2} MH_2SO_4 液100mlを加え、1分間70~80回往復水平振り混ぜ機で30分間振り混ぜて乾燥通過した。

(5) 定量操作 試料液の一定量 (P_2O_5 0~200 μg) を50ml容メスフラスコに採り、水を加えて約40mlとする。混合発色液8ml及び水を加えて定容とし、37℃恒温槽中で60~90分間加温した。放冷後振り混ぜながら、波長870nmの吸光度を測定した。磷酸標準液を数段階、正確に採り試料液の場合と同一条件で操作し検量線を作製し磷酸含有量を求めた。

3 結果及び考察

(1) 各種抽出法による各種土壤中の磷酸定量 表1に示したが、本法を採用した方が良いと思われる土壤は、 10^{-3} MH_2SO_4 法の検出限界に近い値を示す赤色土、黄色土、泥炭土及び黒ボク土などであった。

(2) 各種抽出法による大豆試験圃場土壤中の磷酸の定量 表2に示したように中性火山灰土壤(厨川)においては 10^{-3} MH_2SO_4 法は、条施の施肥位置でやっと検出限界を

表1 各種抽出法*1による各種土壤中の磷酸定量値の比較
(乾土 P_2O_5 mg/100g)

No.*2	土壤名	採土位置	10^{-2}M H_2SO_4	10^{-3}M H_2SO_4	NH_4F HCl	NH_4F (pH 7)
1	暗赤色土	作土	27.7	11.7	15.2	19.3
2	赤色土	下層	0.44	0.18	0.25	3.01
3	黄色土	"	2.33	0.74	2.86	5.30
4	灰色低地土	"	44.7	29.9	26.8	5.20
5	黒ボク土	表層	12.8	0.55	4.42	73.9
6	"	"	2.28	0.44	0.39	29.0
7	"	下層	23.7	3.38	12.3	129
8	砂丘未熟土	表層	6.12	3.83	5.40	4.64
9	泥炭土	下層	3.97	1.27	2.43	8.26

注. *1 分析操作: 第1報, *2 採取地, No.1, 2: 沖縄県石垣市, No.3: 愛知県豊橋市, No.4: 埼玉県川越市, No.5: 茨城県谷田部町, No.6: 埼玉県北本市, No.7: 東京都北区西ヶ原, No.8: 千葉県大網白里町, No.9: 宮城県岩沼市

上まわる定量値となった。また、 NH_4F (pH 7) は、測定値が他の抽出法と比較して大きい、抽出中及び通過中にアンモニアガスなどが多量に発生することや、フッ素イオンによってガラス器具及び分光光度計などの吸光セルが汚染された。これらのことから他の抽出法と比較して 10^{-2}M H_2SO_4 法が迅速診断法として勝っていた。

(3) 硫酸濃度と磷酸抽出量 表3に示したように、硫酸濃度が 10^0M と 10^{-1}M では、磷酸抽出量が増加し、両者の差がなくなるが、硫酸加熱分解抽出量 (ほぼ磷酸全量) の約半分の定量値となった。また抽出操作中ガス発生が認められることから、高濃度硫酸液での磷酸抽出は、磷酸形態が化学変化するものと思われる。

表2 各種抽出法による大豆試験圃場の畦土壤中の磷酸定量値の比較 (乾土 P_2O_5 mg/100g)

採土位置と抽出方法		畦 間			
深さ	抽出剤	← 17.5 cm →		← 17.5 cm →	
0 }	$10^{-2}\text{MH}_2\text{SO}_4$				
	$10^{-3}\text{MH}_2\text{SO}_4$				
	$\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HCl}$				
	NH_4F (pH 7)				
10 }	$10^{-2}\text{MH}_2\text{SO}_4$				
	$10^{-3}\text{MH}_2\text{SO}_4$				
	$\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HCl}$				
	NH_4F (pH 7)				
20 }	$10^{-2}\text{MH}_2\text{SO}_4$	17.1	18.4	4.57	
	$10^{-3}\text{MH}_2\text{SO}_4$	1.25	1.53	0.30	
	$\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HCl}$	7.88	7.53	0.90	
	NH_4F (pH 7)	95.6	93.1	39.4	
30 }	$10^{-2}\text{MH}_2\text{SO}_4$	9.80	7.11	2.20	
	$10^{-3}\text{MH}_2\text{SO}_4$	1.32	0.90	0.07	
	$\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HCl}$	4.28	2.88	1.04	
	NH_4F (pH 7)	65.5	49.8	22.1	

注. 磷酸施肥量: P_2O_5 15 kg/10a 条施, 施肥位置: 深さ約12cm, 播種位置: 深さ約3cm, 培土: 1回目, 施肥・播種: 1984年5月22日, 採土: 1984年6月29日, 粒度: 風乾土2mm篩全通. 供試土壌: 東北農業試験場内圃場 (厚層多腐植質黒ボク土, 中性火山灰土壌)

表3 各種抽出法による土壌中の磷酸抽出量と植物濃縮倍率*1 (乾土 P_2O_5 mg/100g)

抽出及び吸収量	沖 積 土		花崗岩質土		酸性火山灰土		中性火山灰土		
	抽出法	濃 縮 倍 率	抽出法	濃 縮 倍 率	抽出法	濃 縮 倍 率	抽出法	濃 縮 倍 率	
硫 酸 抽 出 法 加 熱 分 解 ^{*2}	202	1.4	126	2.6	262	1.3	393	0.79	
	10 ⁰ M	85.9	3.4	51.5	6.4	117	2.9	162	1.9
	10 ⁻¹ M	70.0	4.1	52.8	6.3	98.8	3.4	121	2.6
	10 ⁻² M	31.7	9.1	27.7	11.9	41.5	8.2	23.1	13.4
	10 ⁻³ M	11.3	25.7	11.9	27.7	6.75	50.4	1.91	162
フッ素イオン抽出法 NH ₄ F (pH7) NH ₄ F・HCl	42.3	6.9	38.4	8.6	71.2	4.8	100	3.1	
	27.2	10.7	30.6	10.8	29.9	11.4	10.9	28.4	
トウモロコシ ^{*3} 養 分 含 有 量 養 分 吸 収 量 ^{*4}	290 1.850		330 1.750		340 1.330		310 1.430		

注. *1 植物濃縮倍率 = 養分含有量 ÷ 抽出磷酸量, *2 $\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot \text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ 分解 *3 採取: 1985年7月3日, 茎葉, 厨川人工梓圃場, *4 単位: 乾物 P_2O_5 kg/10a

表4 10^{-2}M 及び $10^{-3}\text{MH}_2\text{SO}_4$ 土壌抽出液中の磷酸定量値と液中pHの比較 (乾土 P_2O_5 mg/100g)

深さ (cm)	厨 川				外 山				袖 山			
	10^{-2}M		10^{-3}M		10^{-2}M		10^{-3}M		10^{-2}M		10^{-3}M	
	pH	P_2O_5	pH	P_2O_5	pH	P_2O_5	pH	P_2O_5	pH	P_2O_5	pH	P_2O_5
0~5	2.02	200	3.30	30	2.10	210	3.65	33	2.05	530	3.30	110
5~10	2.08	40	3.50	3.8	2.10	14	3.52	1.1	2.10	81	3.55	8.5
10~20	2.11	16	3.72	0.57	2.10	5.2	3.48	0.32	2.05	13	3.40	1.4
20~30	2.15	6.6	3.62	0.12	2.12	2.1	3.40	0.33	2.12	5.1	3.45	0.25
30~40	2.20	1.4	3.68	tr	2.15	1.4	3.35	tr	2.18	4.0	3.50	0.18
40~50	2.20	1.5	3.60	tr	2.11	0.84	3.30	tr	2.15	6.9	3.40	0.17
$\bar{x}$	2.13		3.57		2.11		3.45		2.11		3.43	
Sx	0.07		0.15		0.02		0.13		0.05		0.09	

注. 供試土壌: 極多肥区 (厨川: 33.4 kg/10a × 7年間, 外山: 17.5 kg/10a × 5年間, 袖山: 20.0 kg/10a × 7年間), 草地土壌。

(4) 磷酸抽出量と植物濃縮倍率 表3に示したが、硫酸加熱分解では、約1倍であり倍率順位は、花崗岩質土 > 沖積土 > 酸性火山灰土 > 中性火山灰土であった。 $10^{-2}\text{MH}_2\text{SO}_4$ 法では、約11倍で倍率のCVは20%と各抽出法間で最もCV%が小さく定率となり、また $\text{NHF} \cdot \text{HCl}$ 法と最も類似した濃縮倍率となった。そして倍率順位は中性火山灰土 > 花崗岩質土 > 沖積土 > 酸性火山灰土であった。また、全体的に変動するが特に硫酸濃度 10^{-1}M と 10^{-2}M の間で植物濃縮倍率順位が入れ変わった。

(5) 土壌採取量と磷酸抽出量 沖積土, 花崗岩質土, 酸性及び中性火山灰土を用いて検討した。結果は、中性及び酸性火山灰土は、採取量の増加と共に磷酸抽出量が急激に減少し、抽出液中のpHは上昇した。しかし花崗岩質及び沖積土は、急激な変化は認められなかった。

(6) 10^{-2}M 及び $10^{-3}\text{MH}_2\text{SO}_4$ 法の比較 表4に示すように、中性火山灰土壌では、 $10^{-3}\text{MH}_2\text{SO}_4$ 法は、抽出液中のpHが3.30~3.72まで上昇し、検出限界以上の値を示す層は、0~10cm (草地) のみであった。しかし、 10^{-2}M H_2SO_4 法は、抽出液中のpH 2が2.02~2.20と、その上昇量は $10^{-3}\text{MH}_2\text{SO}_4$ 法より低い。また、磷酸測定は下層まで可能となった。

(7) 供試土壌の粒度と磷酸抽出量 沖積土, 花崗岩質土酸性及び中性火山灰土を用い、土壌粒度を0.15mm及び2mm篩全通試料を用いて検討した。5点の平行分析の結果、磷酸定量値は、いずれの土壌においても、0.15mm全通試料がCV 2%弱, 2mm篩全通試料がCV 4%弱であり, 0.15mm篩全通試料が2mm篩全通試料より約10%高い定量値を示した。

4 ま と め

$10^{-2}\text{MH}_2\text{SO}_4$ 抽出法は、中性火山灰土壌に由来する畑地の磷酸肥沃度の迅速診断法として、特に $10^{-3}\text{MH}_2\text{SO}_4$ 法で、検出限界に近い値を示す各種土壌に利用価値が認められた。

引 用 文 献

- 1) Humbert, P. Roger. 1968. The Growing of Sugar Cane. Elsevier Publishing Company. p. 735-739.