

草地及び畑地土壌中の全加里の迅速定量

中島 秀治・市来 秀夫

(東北農業試験場)

Rapid Determination of the Total Potassium in Grass and Farm Soils

Hideharu NAKAJIMA and Hideo ICHIKI

(Tohoku National Agricultural Experiment Station)

1 はじめに

現在、草地及び畑地土壌中の全加里の定量は、フッ化水素酸分解法²⁾が用いられているが、分析環境が整備されていない実験室では、本分析法の普及に限界がある。

そこで東北地域各県農試から要請もあり、耕地土壌の診断法として全加里定量の迅速化について検討を加えた。

2 試験方法

(1) 供試土壌：表中に示した。

(2) 装置：島津 Libror ED-200型電子天秤、池田 MFO-400N型マッフル炉、日立170-50型原子吸光測定装置及び市販ホットプレート（約250℃以上となるもの）。

(3) 試薬液の調製

1) H_2SO_4 液 水約0.5ℓに濃硫酸 (H_2SO_4) 250 mlを溶解し放冷後、メスシリンダーを用いて水1ℓとして用いた。

2) 塩化ランタン液 特級塩化ランタン ($LaCl_3 \cdot 7H_2O$) 53.5gを水及び塩酸 (HCl) 420mlに溶かしメスシリンダーを用いて、水で1ℓとして用いた。

3) 標準液 特級硫酸カリウム (K_2SO_4) を105℃-24時間で加熱乾燥し、1.85gを1ℓ定容フラスコに採り水で溶解し標線まで水を加え調製した (K_2O 1 mg/ml)。

4) その他の試薬、特級試薬を用いた。

(4) 分析操作① Na_2CO_3 溶融法；あらかじめ葉包紙に5gの炭酸ナトリウム (Na_2CO_3) を採り、その約1gを30mlニッケル坩堝の底に敷き、次にメノウ製乳鉢に炭酸ナトリウム約1g及び風乾土 (2mm全通) 0.50gを正確に採り良く攪り合わせてから坩堝に移す。再び炭酸ナトリウム約1gを乳鉢に採り攪り合わせて坩堝に移す。この炭酸ナトリウムのみ乳鉢で攪り坩堝に移す操作を3回繰り返す。坩堝に蓋を載せて坩堝台（手製、ステンレス製、マッフル炉内8割の大きさ、場合によっては2段重ねも可）の穴の内にに入れて、マッフル炉へ導入した。マッフル炉内温度を徐々に上昇させて、900℃-30分間加熱した後、直ちに炉外で放冷した。あらかじめ重さを計量した200mlビーカーに入れ時計皿で覆い、坩堝内へ硫酸液12ml添加し熔融物質を溶解した。熔融物質が坩堝より遊離したら坩堝及び蓋をガラス棒を用いて取り出し水洗いした。（溶解が困難な場合は熱板上約100℃で加熱溶解する）。次に電子天秤を用い

て正確に水で50~100gに液量を調整した、よく混合し上澄液を試料液とした。②定量⁴⁾；試料液の一定量を100ml定容フラスコに正確に採り、塩化ランタン液約10mlを添加したのち標線まで水を加え、原子吸光分析装置で加里を測定した。なお、標準液は試料液中の加里濃度に合わせて正確に調整し、試料液の測定条件と同一にして測定した。このように作製した検量線より、試料中の加里全量を求めた。

表1 各定量法による各種土壌中の全加里定量
(乾土 K_2O mg/100g)

No.	土壌名	採土位置	$HClO_4$ H_2SO_4	HNO_3 $HClO_4$	Na_2CO_3 融 解	ケイ光 X 線
1	暗赤色土	作土	1720	1160	2410	2130
2	赤色土	下層	1660	287	1930	1460
3	黄色土	"	624	230	1590	1110
4	灰色低地土	"	1860	519	2650	2460
5	黒ボク土	表層	311	192	964	700
6	"	"	179	135	637	440
7	"	下層	457	290	1260	1050
8	砂丘未熟土	表層	200	81.2	1690	1400
9	泥炭土	下層	129	107	591	460
10	厩肥		2950	2590	3410	3160

注. 採土地、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, No.10: 東北農試厨川構内
ケイ光X線法, 農業環境技術研究所コロイド研究室による。

表2 $HClO_4 \cdot H_2SO_4$ 分解法による加里の分画定量
(乾土 K_2O mg/100g)

No.	HClO ₄ · H ₂ SO ₄ 分解						Na ₂ CO ₃ 融解
	酸可溶性		残 渣		合 計		
	A	A'	B	B'	C	C'	D
1	1720	71.4	623	25.9	2340	97.1	2410
2	1660	86.0	171	8.9	1830	94.8	1930
3	624	39.2	822	51.7	1450	91.2	1590
4	1860	70.2	900	34.0	2760	104	2650
5	311	32.3	731	75.8	1040	108	964
6	179	28.1	396	62.2	575	90.3	637
7	457	36.3	746	59.2	1200	95.2	1260
8	200	11.8	1490	88.2	1690	100	1690
9	129	21.8	434	73.4	563	95.3	591
10	2950	86.5	183	5.4	3130	91.8	3410

注. 供試土壌：表1

計算法： $C = A + B$, $A' = A/D \times 100$,

$B' = B/D \times 100$, $C' = C/D \times 100$

3 結 果

(1) 各定量法による各種土壤中の全加里定量: 過塩素酸-硫酸³⁾, 硝酸-過塩素酸加熱分解⁵⁾, 炭酸ナトリウム熔融¹⁾及びケイ光X線法⁶⁾による全加里定量結果を表1に示した。各定量値を比較すると, 炭酸ナトリウム熔融法が高く, 次いでケイ光X線法, 過塩素酸-硫酸法, 硝酸-過塩素酸法であった。相関が最も高い定量法間, 炭酸ナトリウム熔融法とケイ光X線法であり, $r=0.992$, 回帰係数 0.976 , ケイ光X線 $K_2O-235mg/100g$ (乾土), $R=K_2O\ 0.4\sim3\%$, $n=10$ を示した。

(2) 過塩素酸-硫酸加熱分解法による全加里の分画定量: 表2に示したが, 酸可溶性加里と残渣中加里の含量は, 炭酸ナトリウム熔融法との相関は極めて高く, $r=0.99$, 回帰係数 1.04 , 回帰定数は誤差の範囲となった。酸可溶性部分が70%以上となる試料は, 暗赤色土, 赤色土, 灰色低地土及び厩肥であった。残渣部分が50%以上となる試料は, 黒ボク土, 砂丘未熟土及び泥炭土であった。

表3 分析精度 (乾土 $K_2O\ mg/100g$)

分析 方法	沖 積			花崗岩質			酸性火山灰			中性火山灰		
	$\bar{X}$	Sx	CV	$\bar{X}$	Sx	CV	$\bar{X}$	Sx	CV	$\bar{X}$	Sx	CV
HClO ₄ ・H ₂ SO ₄ 分解												
酸可溶	423 (31)	23 (2)	5.3	1230 (63)	99 (5)	8.1	1250 (59)	154 (8)	12	177 (27)	12 (2)	6.7
残 渣	942 (69)	59 (4)	6.3	1070 (55)	130 (7)	12	1060 (50)	158 (7)	15	469 (74)	35 (6)	7.5
合 計	1370 (100)	42 (3)	3.1	2300 (117)	59 (3)	2.6	2310 (108)	64 (3)	2.8	646 (101)	29 (5)	4.5
Na ₂ CO ₃ 熔 融	1360	70	5.2	1960	76	3.9	2140	157	7.3	637	23	3.6
ケイ光 X 線	1140			1990			1820			530		

注. 供試土壌: 厨川人工圃場土壌 $n=5$ CV %
() 内: Na₂CO₃ 熔融法に対する比率

(3) 分析精度: 表3に示したとおり炭酸ナトリウム熔融法のCV%が一番小さく4~7%であった。次に酸可溶性加里の $\bar{X}$ と残渣のSxを比較すると, いずれも, 酸可溶性加里が多い。

(4) 厩肥連用土壌の全加里分画: 表4に示したように, いずれの供試土壌においても, 酸可溶性と残渣中加里のSxを比較すると, 酸可溶性加里の値が大きかった。

表4 厩肥施用による土壌中全加里定量値の変動 (乾土 $K_2O\ mg/100g$)

処 理	沖 積			花崗岩質			酸性火山灰			中性火山灰		
	酸	残	合	酸	残	合	酸	残	合	酸	残	合
Ot	383	901	1280	1480	1100	2580	1220	905	2130	295	523	818
4	438	940	1380	1390	1030	2420	1360	794	2150	148	453	601
8	473	940	1410	1240	1140	2380	1480	875	2360	177	476	653
16	515	888	1400	1100	1080	2180	1420	782	2200	205	500	705
裸地	463	961	1420	1450	1080	2530	1650	896	2550	207	523	730
$\bar{X}$	454	926	1380	1330	1090	2420	1430	850	2280	206	495	701
Sx	49	30	57	159	40	156	158	58	177	55	30	82
CV	11	3.2	4.1	12	3.7	6.5	11	6.8	7.8	27	6	12

注. 処理: 厩肥/10a=年間施用量 経年数: 約8年
飼料用トウモロコシ, 厨川人工圃場

4 ま と め

草地及び畑地土壌中の全加里の迅速定量法として, 従来と異なり試料0.5gと炭酸ナトリウム5gをニッケル坩堝に採り, ステンレス製坩堝台に組み入れ, マッフル炉にて900℃-30分間加熱, 硫酸液に溶解し, 塩化ランタン添加後, 原子吸光測定法で測定すれば十分であった。また, 目的によっては, 過塩素酸・硫酸加熱分解法が偵察分析法として役立つと考えられる。

引 用 文 献

- 1) 中国科学院南京土壤研究所. 1977. 土壤全鉀測定, 土壤理化分析 p.101-102, 112-114.
- 2) 三須昇, 官里愿. 1970. カリウム, 土壤養分分析法, 養賢堂. p.258-262
- 3) 中島秀治, 市来秀夫. 1986. 過塩素酸・硫酸加熱分解, フローインジェクション分析法による畑土壌中の全窒素の迅速定量. 東北農業研究 39: 143-144.
- 4) 農林水産省農業技術研究所. 1982. カリウム, 肥料分析法(1982年版). p. 37-39.
- 5) 農林水産省農蚕園芸局農産課編. 1979. カリウム, 土壤環境基礎調査における土壌, 水質及び作物体分析法. p.168-169.
- 6) 山崎慎一. 1979. けい光X線分析装置操作の手引き. 北海道農試研究資料 18: 39-100.