

フローインジェクション(FIA)法による土壤中の全窒素の迅速定量

佐藤 一良・斉藤 公夫・佐々木 次郎

(宮城県農業センター)

Rapid Determination of Total Nitrogen in Soils by Flow Injection Analysis

Kazuyoshi SATO, Kimio SAITO and Jiro SASAKI

(Miyagi Prefectural Agricultural Research Center)

1 はじめに

土壤中の全窒素の定量は、従来CNコーダー法、硫酸分解-水蒸気蒸留-滴定法により行われてきたが、これらの方法は定量の遅速、あるいは操作の煩雑さという点で問題があった。そこで簡易分解法並びに近年開発されたフローインジェクション(FIA)分析法により土壤中の全窒素の迅速定量に取り組み、また同時に従来法(硫酸分解-水蒸気蒸留-滴定法)との比較検討を行い、次の結果を得たので報告する。

2 試験方法

(1)供試土壌

宮城県北東部 本吉、迫、河北普及所管内の水田、一部畑土壌(昭和62年土壌環境基礎調査定点調査の試料の一部)

(2)分析操作

1) 簡易分解法

本分解には温度設定機能付ブロックダイジェスター(テクニコン社製)を使用した。

① 100mlの管状分解びんに風乾細土0.5g(30メッシュ)を採り、硫酸カリウム3gと濃硫酸5mlを加えよく混合する。② 約400℃で1分間弱加熱したのちH₂O₂水(34%)を1ml加える。③ よく混合後約400℃で2~3時間、試料が黄白~白色になるまで加熱分解する。④ 放冷後100mlにメスアップし、混合した後、上澄液を供試液とする。

2) FIA分析法による定量

装置 Tecator FIA5020型分析装置, FIA5032型検出器・プリンター, FIA5101型サーモスタット, FIAケミホールド・タイプV型。FIAの流経及び試薬は図

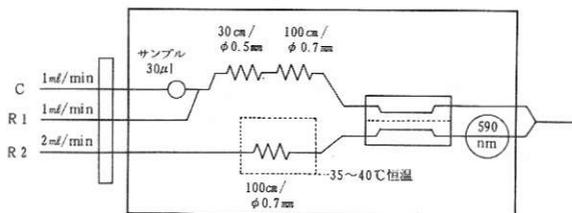


図1 FIA流経図

注: C:硫酸液, R1:3M NaOH, 0.1Mクエン酸Na
R2:指示薬液 燐酸バッファーあり

1に示した。

3 結果及び考察

(1)簡易分解法による試料の分解

廃液処理を容易にするため、硫酸銅を触媒として使用せず、硫酸に対し硫酸カリウムの量を高めて分解の促進をはかった結果、T-N(%)が高ければ分解時間もやや長くなる傾向にあるが、分解は2~3時間の短時間で完了した(図2)。硫酸に対し硫酸カリウムの量を高めた条件では分解液の沸騰の回数が少なく、また液の粘性が高まるため液面からの沸騰の高さについても低い状態にあった(図3)。この結果突沸による分解の失敗という点についても、本分解法においてはほとんど問題にならなかった。

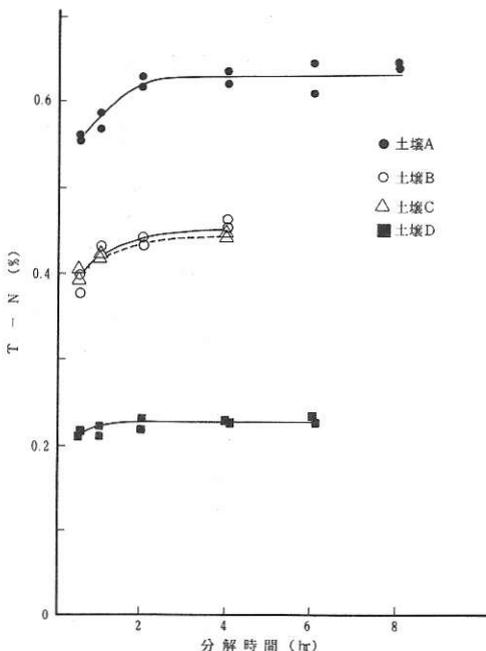


図2 分解時間と分解程度の関係

(2)FIA分析法によるT-Nの定量

本分解法-FIA法による全窒素の測定値と従来法による測定値の比較を図4に示した。FIA法による全窒素の測定値は従来法に比べ、T-Nが0.6%程度以上の高いレベルにおいて若干低い値を示す傾向にあるが、両者の相関

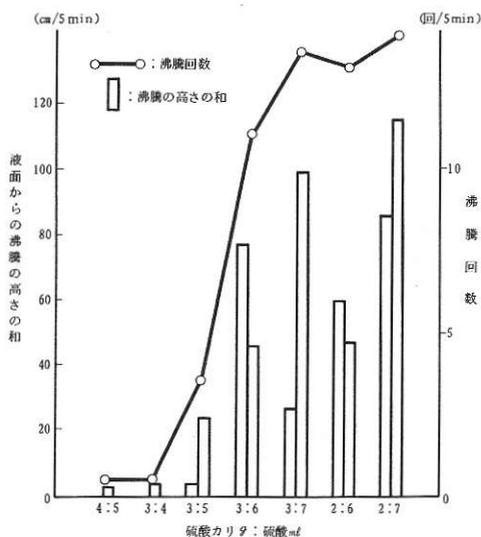


図 3 硫酸カリウム濃度の違いによる分解液中の沸騰の違い

注. 沸騰回数：2 連平均値
沸騰の高さの和：2 連実測値

は $R^2 = 0.997$ と極めて高く、回帰係数も 0.955 であり従来法とよく一致した。

(3) 定量に要する時間

本分解法-FIA分析法において、試料40点一組の測定に要した時間は分解に2~3時間、定量に1時間であり、従来法に比べ数倍迅速であった。

(4) FIA分析法の測定値と温度の関係

FIA分析において温度の変化は吸光度に影響を及ぼし

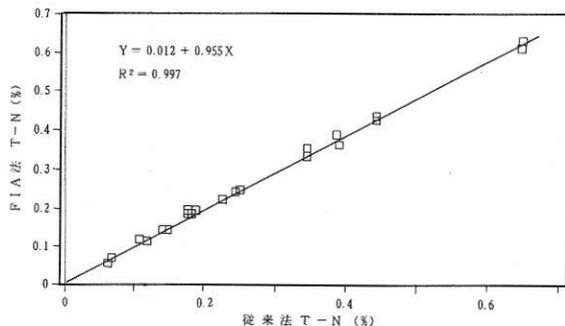


図 4 T-N分析におけるFIA法と従来法の比較

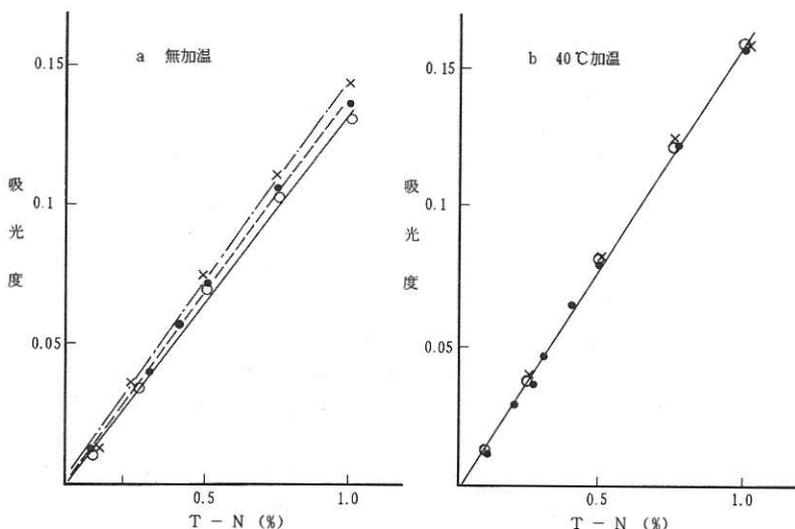


図 5 指示薬液の加温の有無と検量線の安定性

注. ○：測定開始時，●：20分後，×：40分後

測定値は変動する(図5-a)。この現象は硫酸と水酸化ナトリウムの中和熱によるケミホールド内の温度変化が、主に指示薬液(R2)の発色に影響しているものとみられる。また、アンモニアの拡散速度の変化により起こることも考えられる。したがってケミホールド内を一定温度に保つことが大切であり、本法のように指示薬液を一定に加温することにより、定量をより安定させることができる(図5-b)。

4 ま と め

本法は、全窒素の分析において従来法による測定値とほぼ同一の値を迅速に測定することができる。また硫酸銅を触媒として使用せず硫酸カリウムの量を高めた本分解法は、廃液処理が容易であり、突沸による分解の失敗もほとんど解消でき著しく安全であった。以上のことから本法は非常に実用性が高いと考えられる。