

カセット型フローインジェクション分析法による耕地土壤中の各種形態窒素の迅速定量

中 島 秀 治・斎 藤 雅 典

(東北農業試験場)

Rapid Determination of Different Forms of Nitrogen in the Farm Soils

by Cassette Flow Injection Analysis

Hideharu NAKAJIMA and Masanori SAITO

(Tohoku National Agricultural Experiment Station)

1 は じ め に

農業生産現場実験室(農業改良普及所, 農業協同組合などの実験室)において, 耕地土壤中各種形態窒素の簡便かつ迅速な定量法の確立が要請されている。そこで, カセット型フローインジェクション分析法(C-FIA, 本法)による耕地土壤中の硝酸態, アンモニア態及び全窒素の定量を検討したのでその結果を報告する。

2 試 験 方 法

(1) 供試土壌 図表中に示した。

(2) 装 置 Tecator製Aquatec 5200 Analyzer (カセット型フローインジェクション分析装置, 透過膜及びCdカラム利用), 島津Lifror ED-200型電子天秤, イキV-S型振り混ぜ機及び市販熱板(250℃まで昇温可能)。

(3) 試薬液の調製 Tecator製Aquatec 5200 Analyzerの付属品を取り扱い説明書に従い調製した。なお, その他の試薬液は, 前報^{2), 4)}で報告したものをを用いた(ただし, 窒素全量定量用水酸化ナトリウムは, 6Mに調製した)。

(4) 定量操作

1) 硝酸態窒素 100ml容器に風乾土(2mm全通)10.0gまたは湿潤土10.0~20.0gを採り, 0.4g硫酸カリウム液あるいは, 10%塩化カリウム液を50ml添加し, 30分間振り混ぜ機で振り混ぜ静置したのち, 上澄液の一部を乾燥ろ紙を折り込んだ広口ビンへ流し込みろ過した。ろ液を試薬液と共に分析装置に注入し窒素を測定した。試料液と同様に標準液を調製し測定を行い検量線を作製して, 硝酸態窒素を定量した。

2) アンモニア態窒素 100ml容器に風乾土(2mm全通)5.0gあるいは, 湿潤土10.0gを採り, 10%塩化カリウム液50mlを添加し, 30分間振り混ぜ機で振り混ぜ静置し, 上澄液の一部を乾燥ろ紙を折り込んだ広口ビンへ流し込みろ過した。ろ液を試薬液と共に分析装置に注入し窒素を測定した。試料液と同様に標準液も調製し検量線を作製してアンモニア態窒素を定量した。

3) 窒素全量 予め重量測定した50ml三角フラスコに風乾土(2mm全通)0.50gあるいは湿潤土1.0gを採り, 水0.5~1ml添加し数分間放置する。次いで濃硫酸(H_2

SO_4)約3mlを加え5~30分間放置する。過塩素酸($HClO_4$)約0.5ml添加し ϕ 3cm漏斗をかぶせて熱板上にて, 約130℃で5~10分間加熱, 次いで約200℃で40~50分間加熱する。白濁化すれば, 分解終了する。しかし, 有機物の着色が強い場合は, 放冷後, 過塩素酸を再度滴下し, 加熱する。全加熱時間が約60分以内となるように加熱温度及び過塩素酸添加量を調整する。放冷後, 漏斗上から突沸に注意しながら, 水約10~30ml添加し, 漏斗を洗浄し取り除き, 電子天秤を用いて, 試料液量を正確に50.0gとした。よく混合し上澄液の一部を試薬液と共に分析装置に注入し窒素を測定した。標準液には6%硫酸を添加して調製し, 測定を行い検量線を作製して窒素全量を定量した。

4) その他の測定操作 Tecator製Aquatec 5200 Analyzer装置の取り扱い説明書に従った。また, 比較検討に用いたその他の定量操作は農蚕園芸局農産課の方法³⁾及び前報⁴⁾に従った。

3 試 験 結 果

(1) 各種土壌中の窒素定量 各地から採取した9点の土壌中の各種形態窒素の定量を行い分析の正確さを求めた。硝酸態窒素は, 本法とフェノール硫酸法(回分法)³⁾で, アンモニア態窒素と窒素全量は, 本法とフローインジェクション法²⁾で, それぞれ比較定量を行った(表1)。それぞれの定量値の分析相関は $r=0.9^{**}$ 以上であった。

(2) 分析精度 東北農業試験場(厨川)の人工柵圃場土壌中の各種形態窒素の定量を行い, 本法の分析精度を求めた(表2)。中性火山灰(多腐植質黒ボク土), 酸性火山灰(多腐植質黒ボク土), 花崗岩質(褐色森林土)及び沖積(褐色低地土)を母材とする耕地土壌中の硝酸態, アンモニア態窒素及び窒素全量の本法の定量値の変動係数はいずれも10%以内であった。

(3) 圃場調査への応用 厩肥連用試験区土壌を本法で定量し, 表3に示した。本法は比較的用いた他の定量法と良く一致した。母材の異なる耕地土壌において, 厩肥連用施用量によって耕地土壌中の硝酸態, アンモニア態及び窒素全量の窒素濃度が上昇することが本法でも数量化できた。

(4) 畑状態保温静置土壌中の硝酸態窒素定量 多腐植質黒ボク土による耕地土壌50点について, 畑状態保温静置を行い, 本法の正確さを求めた。本法とフェノール硫酸法

表1 各種土壌

(乾土Nmg/100g)

No	土 壌 採土位置	NO ₃ -N		NH ₄ -N		窒素全量	
		C-FIA	フェノール硫酸	C-FIA	FIA	C-FIA	FIA
1	暗赤色土 作土	0.51	0.68	0.64	0.67	170	192
2	赤 色 土 下層	0.15	0.10	0.57	0.54	40.0	41.3
3	黄 色 土 下層	1.3	1.2	0.47	0.47	27.0	24.9
4	灰色低地土 下層	0.52	0.53	0.31	0.28	70.2	64.2
5	黒ボク土 表層	12.	11.	0.70	0.69	391	432
6	黒ボク土 表層	2.1	2.3	0.04	0.04	117	151
7	黒ボク土 下層	5.8	6.2	1.1	0.98	335	320
8	砂丘未熟土 表層	0.29	0.28	0.01	0.03	0.0	2.02
9	泥 炭 土 下層	1.1	0.96	5.4	5.4	1800	1790

注. 採土地, No 1, 2: 沖繩県石垣市 No 3: 愛知県豊橋市 No 4: 埼玉県川越市

No 5: 茨城県つくば市 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

分析法, C-FIA: カセット型フローインジェクション FIA: フローインジェクション フェノール硫酸: 回分法 (バッチ法)

で定量した (図1)。両法間の相関は0.8~5.5 $\mu\text{g/ml}$ で, $r=0.99^{**}$, 回帰係数1.00, 回帰定数0.005 $\mu\text{g/ml}$ となった。

(5) 定量操作の迅速化 C-FIAは, フローインジェクションの流路系が装置内の基盤とコンピュータによってブラックボックス化されている。用いる試薬も, 取り扱い説明書によって, イオン交換水に溶解した試薬液を, 装置内に注入すれば, 共に注入された試料液と化学反応を起し, 自動的に各種形態窒素が計測される。このため, 試料液調製後の窒素濃度測定操作は迅速化された。もちろん定量操作のガラス器具の省略, 試薬類の節約, 等々その他の合理化が可能となった。

表2 分析精度

(乾土 Nmg/100g)

定 量 成 分 分析法	中性火山灰			酸性火山灰			花 崗 岩 質			沖 積		
	$\bar{x}$	Sx	CV	$\bar{x}$	Sx	CV	$\bar{x}$	Sx	CV	$\bar{x}$	Sx	CV
NO ₃ -N C-FIA	2.80	0.17	6.0	1.21	0.08	6.6	1.07	0.07	6.5	0.20	0.02	10
フェノール硫酸	2.99	0.09	3.0	1.12	0.03	2.7	0.96	0.04	4.2	0.18	0.03	16
NH ₄ -N C-FIA	2.87	0.05	1.7	1.40	0.10	7.1	0.63	0.06	9.5	0.75	0.05	6.7
FIA	2.37	0.05	2.1	1.30	0.06	4.6	0.75	0.02	2.7	0.72	0.07	9.7
窒 素 C-FIA	670	17	2.5	387	12	3.1	39.3	3.1	7.9	110	5.5	5.0
全 量 FIA	637	14	2.2	350	14	4.0	37.4	2.9	7.8	110	8.9	8.1

注. 供試土壌の母材 中性火山灰: 多腐植質黒ボク土, 酸性火山灰: 多腐質黒ボク土, 花崗岩質: 褐色森林土, 沖積: 褐色低地土, 厨川人工粋圃場土壌
n=5, CV: 変動係数%, $\bar{x}$: 平均値, Sx: 標準偏差

表3 厩肥連用試験区

(乾土 Nmg/100g)

土壌の 母 材 処理	厩肥	NO ₃ -N		NH ₄ -N		窒素全量	
		C-FIA	フェノール硫酸	C-FIA	FIA	C-FIA	FIA
中 性 火山灰	裸地	0.99	1.2	1.3	1.3	715	657
	0t	0.50	0.45	1.4	1.5	706	613
	4t	2.2	2.4	1.9	1.5	749	771
	8t	2.8	3.2	2.1	2.0	819	786
	16t	7.0	7.6	3.3	3.3	1210	1020
酸 性 火山灰	裸地	0.65	0.61	0.75	0.80	321	331
	0t	0.35	0.27	0.93	0.95	347	347
	4t	1.2	1.0	1.2	1.0	401	470
	8t	2.0	2.1	1.5	1.5	426	511
	16t	3.9	4.0	1.9	1.9	664	630
花 崗 岩 質	裸地	0.20	0.21	0.50	0.50	30.2	29.4
	0t	0.20	0.17	0.69	0.70	56.0	59.2
	4t	0.45	0.49	0.67	0.65	128	112
	8t	0.79	0.70	0.77	0.81	151	160
	16t	5.1	5.2	0.99	1.0	238	202
沖 積	裸地	0.40	0.35	0.54	0.55	145	122
	0t	0.20	0.24	0.50	0.49	125	120
	4t	0.65	0.60	0.52	0.54	158	150
	8t	1.5	1.0	0.67	0.7	205	182
	16t	5.0	4.7	1.4	1.4	349	358

注. 処理: 10a 当たり施用量 経年数: 約8年

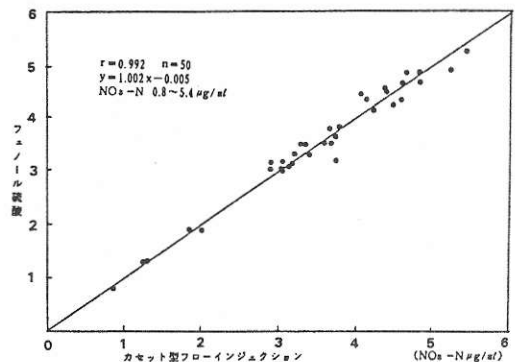


図1 保温静地耕地土壌中の硝酸態窒素

注. 多腐植質黒ボク土
湿潤土 10g → 10% KCl 50ml 抽出

4 ま と め

本法は従来行われていた回分法とも相関が高く定量操作も簡単でかつ迅速化が可能なので, 農業生産現場実験室における耕地土壌中各種形態窒素の定量法として本法は, 十分使用できるものと考えられる。

引 用 文 献

- 1) Johansson, O. 1987. Aquatec-the new water analyzer. In Focus (The Tecatorjournal of Tech-

- nology for Chemical Analysis, Sweden) 10 (1): 12-13.
- 2) 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.
- 3) 農林水産省農畜園芸局農産課編. 1979. 全窒素. 可給態窒素, 土壌環境基礎調査における土壌, 水質及び作物体分析法. p.61-73, 84-85.
- 4) 渡部幸一郎, 中島秀治. 1986. フローインジェクション分析法による水田土壌中の窒素定量. 東北農業研究 39: 61-62.