

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壌中の $10^{-3}\text{M H}_2\text{SO}_4$, $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HCl}$ 抽出態 燐酸の迅速定量

中 島 秀 治 ・ 新 良 力 也*

(東北農業試験場・*北海道農業試験場)

Rapid Determination of $10^{-3}\text{M H}_2\text{SO}_4$, $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HCl}$ Extraction Forms of Phosphate in the Farm Soils by Cassette Flow Injection Analysis

Hideharu NAKAJIMA and Rikiya NIRA*

(Tohoku National Agricultural Experiment Station・*Hokkaido 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, 耕地土壌中各種形態燐酸の簡便かつ迅速な定量法の効率化が要請されている。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)¹⁾による耕地土壌中の $10^{-3}\text{M H}_2\text{SO}_4$ (トルオーグ法), $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HCl}$ (ブレイ第2法・準法)抽出態燐酸の定量について検討した。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, 塩化スズ還元法), 島津Libaror ED-200型電子天秤及びイワキV-S型振り混ぜ機。
- (3) 試薬液の調製 Tecator製Aquatec 5200 Analyzerの付属品を取扱説明書に従い調製した。なお, その他の試薬液は, 前報²⁾で報告したものを用了。
- (4) 定量操作

1) $10^{-3}\text{M H}_2\text{SO}_4$ 抽出態燐酸 風乾土(2 mm全通) 0.500 gあるいは湿潤土1.00 gを約200 ml容器に採り

$10^{-3}\text{M H}_2\text{SO}_4$ 液100 mlを加え, 30分間振り混ぜ機で振り混ぜ静置し, 広口ビンへ乾燥ろ紙を折り込み上澄液の一部を流し込みろ過した。ろ紙を試薬液と共に分析装置を注入し燐酸を測定した。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燐酸を定量した。

2) $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HCl}$ 抽出態燐酸 50~60 ml容器に風乾土(2 mm全通) 1.00 gを採り $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HCl}$ 液20 mlを正確に添加する。湿潤土の場合は3.00 g採り $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HCl}$ 液40 mlを正確に添加する。次に1分間70~80回往復水平振り混ぜ機で1分間振り混ぜる。ただちに広口ビンへ乾燥ろ紙を折り込み上澄液の一部を流し込みろ過した。試料液と試薬液を共に分析装置に注入し燐酸を測定した。試料液と同様に標準液を調製し, 測定を行い, 検量線を作製して燐酸を定量した。

3) その他 農蚕農園芸局農産課の方法³⁾に従った。

3 試 験 結 果

(1) 各種土壌中の燐酸定量 各地から採取した9点の土壌中 $10^{-3}\text{M H}_2\text{SO}_4$, $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HCl}$ 抽出態燐酸について本法と回分法(アスコルビン酸還元法²⁾)により定量し, 定量値を比較し表1に示した。両法の相関は極めて

表1 各種土壌 (乾土 P_2O_5 mg/100g)

No.	供 試 土 壌		$10^{-3}\text{M H}_2\text{SO}_4$		$\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HCl}$	
	土 壌	採土位置	C-FIA	手 動	C-FIA	手 動
1	暗赤色土	作 土	8.3	7.7	14	19
2	赤 色 土	下 層	0.00	0.00	1.2	1.0
3	黄 色 土	下 層	0.27	0.30	3.5	4.1
4	灰色低地土	下 層	29	28	29	30
5	黒ボク土	表 層	0.00	0.00	8.9	8.6
6	黒ボク土	表 層	0.00	0.00	0.99	0.91
7	黒ボク土	下 層	1.3	1.5	17	13
8	砂丘未熟土	表 層	3.3	2.7	5.2	5.9
9	泥 炭 土	下 層	0.00	0.00	4.2	4.9

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, $10^{-3}\text{M H}_2\text{SO}_4$: トルオーグ法, $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HCl}$: ブレイ法2法
 C-FIA: カセット型フローインジェクション法, 手動: 回分法・アスコルビン酸還元法

表 2 分析精度

(乾土 P_2O_5 mg/100g)

分 析 法		中性火山灰			酸性火山灰			花 崗 岩 質			沖 積		
抽 出	定 量	$\bar{x}$	S_x	CV	$\bar{x}$	S_x	CV	$\bar{x}$	S_x	CV	$\bar{x}$	S_x	CV
$10^{-3}M$	C-FIA	0.24	0.03	13	5.1	0.4	7.9	13.3	0.6	4.7	11.2	0.8	7.1
H_2SO_4	手 動	0.18	0.02	9.4	4.8	0.3	6.5	12.6	0.7	5.6	10.6	0.8	7.6
$NH_4F \cdot$	C-FIA	22.1	0.7	3.2	32.9	1.8	5.5	37.2	2.5	6.7	31.4	1.8	5.7
HCl	手 動	21.1	0.8	3.8	30.8	0.9	2.9	36.6	2.2	6.0	32.6	2.3	7.1

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：多腐植質黒ボク土，
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， S_x ：標準偏差

高い。前報²⁾でも報告したが，本法でも $10^{-3}M$ H_2SO_4 抽出法を用いて，赤色土，黒ボク土，泥炭土中の可溶性磷酸を定量すると検出限界以下であったので，定量できなかった。

(2) 分析精度 東北農業試験場(厨川)の人工圃場土壌中の $10^{-3}M$ H_2SO_4 及び $NH_4F \cdot HCl$ 抽出態磷酸の定量を行い本法の分析精度を求めた。結果は表2に示したが，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磷酸定量値の変動係数は，中性火山灰の $10^{-3}M$ H_2SO_4 を除いてCV10%以下であった。中性火山灰の $10^{-3}M$ H_2SO_4 定量値が

CV13%であるのは，抽出リン酸濃度が本法の検出限界であったと考えられる。

(3) 圃場への応用 東北農業試験場(厨川)の各種土壌における厩肥連用試験区土壌中の $10^{-3}M$ H_2SO_4 及び $NH_4F \cdot HCl$ 抽出態磷酸をC-FIAと回分法で定量した。両法の値は良く一致し，各土壌とも厩肥施用量の増加にともなって各抽出態磷酸も増加することが判明した。

(4) 定量操作の迅速化 本法は，フローインジェクション分析装置を基盤によるカセット化(ブラックボックス化)したものであり，回分法と比較して分析時間は短縮し操作は簡便されたうえに，定量用ガラス器具類及び試薬使用量の削減ができた。なお，本法は土壌中のその他各種成分の迅速定量にも応用できる。

表 3 厩肥連用試験区 (乾土 P_2O_5 mg/100g)

土壌母材	処理 厩肥	$10^{-3}MH_2SO_4$		$NH_4F \cdot HCl$	
		C-FIA	手動	C-FIA	手動
中性火山灰	裸地	0.02	0.00	37	34
	0t	0.75	0.88	37	34
	4t	1.0	1.1	45	47
	8t	8.4	7.9	57	49
	16t	27	26	100	97
酸性火山灰	裸地	3.1	2.9	25	29
	0t	1.7	1.4	35	38
	4t	11	11	63	62
	8t	17	16	91	90
	16t	36	35	140	150
花 崗 岩 質	裸地	8.7	8.4	32	33
	0t	17	16	55	48
	4t	33	29	78	81
	8t	46	43	130	120
	16t	76	74	160	160
沖 積	裸地	11	10	38	32
	0t	15	14	40	44
	4t	25	24	70	66
	8t	39	34	91	88
	16t	76	65	150	150

注. 処理：10a 当たり施用量 経年数：約8年

4 ま と め

本法の検討結果は，回分法(アスコルビン酸還元法)と比較して，分析値の相関も分析精度も変わらない。分析操作は単純で迅速に各抽出態磷酸が定量でき，しかも，ガラス器具使用量が半減したので，農業現場実験室での活用が期待できる。

引 用 文 献

- 1) Johansson, O. 1987. Aquatec-the new water analyzer. In Focus (The Tecatorjournal of Technology for Chemical Analysis, Sweden) 10 (1) : 12-13.
- 2) 中島秀治，市来秀夫. 1985. 中性火山灰土壌に由来する草地及び畑地の磷酸肥沃度の迅速診断法. 東北農業研究 37 : 133-138.
- 3) 農林水産省農蚕園芸局農産課編. 1979. 可給態磷酸. 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.86-88.