

フローインジェクション分析法による耕地土壌・作物体中硫酸及び塩酸抽出態磷酸の迅速定量

中島 秀治・馬 瑩瑩*

(東北農業試験場・*黒龍江省農業科学院)

Rapid Determination of 0.5M H₂SO₄ and 1M HCl Extraction Forms of Phosphate in the Farm Soils by Flow Injection Analysis

Hideharu NAKAJIMA and MA Ying Ying*

(Tohoku National Agricultural Experiment Station・*Heilong Jiang Academy of Agricultural Science)

1 はじめに

農業生産現場に近い農業改良普及所や農業協同組合などの実験室における耕地土壌中0.5M硫酸抽出態磷酸(無機態磷酸)¹⁾及び作物体1M塩酸抽出態磷酸²⁾等々のフローインジェクション分析法(FIA)による迅速定量法(本法)について検討した。

2 試験方法

(1) 供試試料 図表中に示した。

(2) 装置 Tecator 5010型 FIA装置一式(図1) Mettler AE 260型電子天秤及び池田 SS-20D型振とう機

(3) 試薬液の調製 1) 硫酸抽出液 予め重量を求めた10ℓ容器に水5ℓを採り、500mlメスシリンダーに濃硫酸(H₂SO₄, 比重1.8)280mlを採り、静かに添加し天秤を用いて、水を加えて液量10kgにして用いた(約0.5MH₂SO₄)。

2) 塩酸抽出液 予め重量を求めた10ℓ容器に水約5ℓを採り、濃塩酸(HCl)870mlを1ℓメスシリンダーで採り添加し、天秤を用いて水を加えて液量10kgとして用いた(約1MHCl)。

3) モリブデン酸液(R1) 1ℓビーカーに約水200ml及びモリブデン酸アンモニウム[(NH₄)₆Mo₇O₂₄・4H₂O]30gを採り水に溶解し、水を加えてメスシリンダーで1ℓとして用いた。

4) アスכולビン酸液(R3) 1ℓビーカーにアスכולビン酸(C₆H₈O₆)20gを採り水を加えて溶解し、メスシリンダーで1ℓとした。

5) 磷酸標準液 1,000ml定容フラスコに特級磷酸二水素一カリウム(KH₂PO₄)1.917gを正確に採り、水を加えて溶解し特級硝酸1~2mlを添加し、標準線まで水を加えて定容し原液とした(P₂O₅1mg/1ml)。使用に際し標準液は液量100mlに付き、濃硫酸2.8ml、あるいは塩酸9mlづつそれぞれ添加して、試料液の濃度に合わせて正確に希釈して調製した。

6) 水 純水を用いた。

(4) 分析操作 1) 土壌 風乾土(2mm鋼板型篩全通)0.5gまたは湿潤土(3~4mmザル全通)1~2gを正確に40~50ml広口容器に採り、分注器を用いて硫酸抽出液25mlづつ添加した。栓をして約1時間振り混ぜて室温(20~25℃)で1昼夜静置した。広口ビンに乾燥濾紙を折りこみ上澄液を濾過(上澄液に不純物質が浮遊していない透明

な場合は濾過操作を省略した)して用いた。

2) 作物体 風乾物(2mm鋼板型全通、但し玄米は0.5mm)0.5~1gを正確に40~50ml広口容器に採り、分注器を用いて塩酸抽出液25mlづつ添加した。栓をして約1時間振り混ぜて、土壌と同様に操作した。

3) 定量 使用したFIA流路系図は、図1に示した。キャリア液は抽出液を用いた。試料液が着色し空試験値が生ずる場合は、発色試薬液(R₁, R₃)を添加せずに吸光度をFIAによって測定し吸光度を補正した。

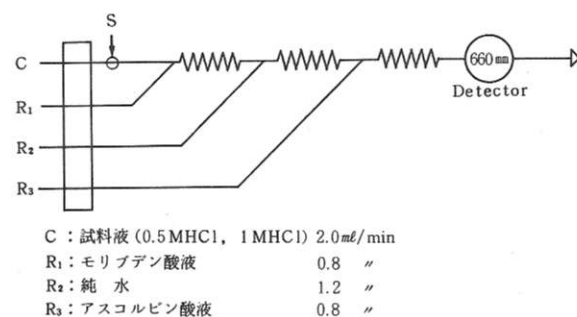


図1 FIA流路系図

3 結果

(1) 抽出法と定量値 供試土壌9点を硫酸と塩酸で抽出定量し表1に示した。FIAと回分法³⁾を比較すると良く一致した。硫酸及び塩酸抽出を比較すると、硫酸抽出が高い値を示した。しかし、作物体及び動物体(有機質肥料)では硫酸及び塩酸抽出間の定量値の差は分析誤差より少い。

表1 各種土壌と0.5M硫酸及び1M塩酸抽出態磷酸の比較 (乾土 P₂O₅ mg/100g)

No	供試土壌		0.5M H ₂ SO ₄		1M HCl	
	土 壌 名	採土位置	FIA	回分法	FIA	回分法
1	暗赤色土	作土	75.1	74.4	30.1	25.2
2	赤色土	下層	2.70	2.76	0.50	0.22
3	黄色土	"	12.8	10.3	3.50	3.29
4	灰色低地土	"	79.6	80.8	70.31	63.6
5	黒ボク土	表層	130	127	80.2	76.3
6	"	"	70.2	68.9	25.2	21.9
7	"	下層	181	178	48.7	81.0
8	砂丘未熟土	表層	18.1	18.4	15.3	12.7
9	泥炭土	下層	16.9	16.9	15.9	13.8

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

(2) 分析精度 供試土壤4点の分析精度を求め表2に示した。分析精度CV 2~5%で、FIAと回分法では差は認められない。動植物体試料でも同様であった。

表2 分析精度 (乾物 P_2O_5 mg/100g)

No.	供試土壤 (母材)	0.5M H_2SO_4						1M HCl		
		FIA			回分法			FIA		
		$\bar{X}$	Sx	CV	$\bar{X}$	Sx	CV	$\bar{X}$	Sx	CV
1	沖積	101	4.9	4.9	98.0	2.6	2.7	74.1	3.7	5.0
2	花崗岩質	61.6	1.8	2.9	64.9	3.3	5.0	52.1	3.2	6.1
3	酸性火山灰	126	3.7	2.9	134	4.8	3.6	107	3.7	3.5
4	中性火山灰	157	3.1	2.0	151	4.7	3.1	134	5.8	4.3

土壤型 褐色低地土: 沖積, 褐色森林土: 花崗岩質,
多腐植質黒ボク土: 中性及び酸性火山灰, n=5

(3) 有機質肥料 本法で有機質資材及び肥料中磷酸の評価を試みるため分画定量を行った。試料10点を酸分解²⁾, 硫酸及び塩酸抽出で磷酸を定量し表3に示した。硫酸と塩酸の抽出量には差がほとんどなかった。酸分解と酸液抽出を比較すると、米糠や菜種油粕は抽出態磷酸(無機態)が少なく、堆肥や魚粕は高いことが示された。

表3 有機質資料及び肥料中磷酸の分画 (乾物 P_2O_5 %)

No.	試料*	酸分解		0.5M H_2SO_4		1M HCl	
		A	B	A-B	B	A-B	A-B
1	籾殻	0.089	0.020	0.069	0.020	0.069	
2	米糠	6.1	0.19	5.9	0.19	5.9	
3	"	4.9	0.37	4.5	0.29	4.6	
4	稲藁堆肥	1.9	1.5	0.40	1.4	0.50	
5	"	1.8	1.2	0.60	1.1	0.70	
6	厩肥	2.0	1.2	0.80	1.2	0.80	
7	菜種油粕	3.4	0.19	3.2	0.19	3.2	
8	魚粕	12.0	9.8	2.2	10	2.0	
9	樹皮質	1.1	0.74	0.36	0.86	0.24	
10	草灰・泥炭	0.24	0.20	0.040	0.18	0.020	

* 風乾物粉碎調製 A: 過塩素酸・硫酸加熱分解
B: 抽出態磷酸(無機態) A-B: 有機態磷酸
No.1~6: 自家製品, No.7~10: 市販品

(4) 作物体 本法による生育期における無機及び有機態磷酸の濃度検定を試みた。大豆及び稲を用い結果を表4及び5に示した。大豆・三要素試験区では、堆肥施用により大豆中無機態磷酸濃度が上昇した。無堆肥区の無機態磷酸濃度の変動が激しい等々が判明した。また、稲においては、乾物生産量と稲体中無機態磷酸は正の相関が認められる。

(5) 米 玄米中無機態磷酸含有量から、玄米の劣化・品質評価を試みた。玄米試料6点を用い無機態磷酸を定量し表6に示した。無機態磷酸濃度は、良好、普通、屑・雑及び発芽米と順次濃度が上昇した。

4 ま と め

本法により耕地土壤中無機態(施肥磷酸の推定指標)の蓄積量が、また有機資材及び肥料中無機態(速効態磷酸の

表4 大豆開花期における磷酸濃度の分画 (乾物 P_2O_5 mg/100g)

試料	処理	大豆 収量	葉			茎		
			全量	無機	有機	全量	無機	有機
施肥	厩肥	A	B	A-B	A	B	A-B	
O	無	11	680	260	420	380	170	210
PK	"	150	670	330	340	410	260	150
NP	"	0.3	920	340	580	410	190	220
NK	"	10	290	100	190	160	80	80
NPK	"	78	580	300	280	360	230	130
O	有	120	680	300	380	330	170	160
PK	"	250	750	390	360	400	230	170
NP	"	190	720	410	310	420	260	160
NK	"	91	600	340	260	390	190	200
NPK	"	220	650	380	270	380	240	140

畑作三要素試験区 経年約30年
採取 1991年8月5日
全量(A): $HClO_4 \cdot H_2SO_4$ 加熱分解
無機(B): 1M HCl抽出

表5 水稻栄養生長期における磷酸濃度の分画 (乾物 P_2O_5 mg/100g)

No.	処 理 区			株当り 収量 (g)	全量	無機	有機
	栽培地	土壤型	重焼燐				
				A	B	A-B	
1	畑	黒ボク土	240	1.2	790	400	390
2			40	0.81	650	310	340
3	水田	黒泥土	240	2.6	820	520	300
4			40	2.5	910	570	340
5	水田	灰色低地土	240	3.0	890	510	380
6			40	2.1	910	560	360

重焼燐 kg/10a アキタコマチ
5月中旬移植, 6月下旬に完全展開葉採取
分析法 全量: 酸加熱分解, 無機: 1M塩酸抽出

表6 玄米中1N塩酸抽出態磷酸 (乾物 P_2O_5 mg/100g)

No.	土 壤	品 種	良好	普通	屑・雑	発芽
1	多湿黒ボク土	ササニシキ	24	31	45	170
2	"	コガネヒカリ	24	29	64	130
3	灰色低地土	ササニシキ	25	27	43	160
4	"	コガネヒカリ	25	26	55	150
5	褐色低地土	ササニシキ	25	28	59	130
6	"	コガネヒカリ	26	27	55	80

普通: 調整玄米(A), 良好: 完熟米(B), 屑・雑: (A-B)

推定指標)の濃度が、更に作物体では無機態の量的動態が求められる。本法は簡便であり、かつ分析精度は高く農業生産現場実験室で十分活用できると考えられた。

引 用 文 献

- 1) 江川 友治, 野中 昌法. 1980. 火山灰土壤中の有機リン含有量. 明治大学農学部研究報告 52: 55-68.
- 2) 中島 秀治, 市来 秀夫. 1986. 各種全磷酸定量法による定量値の比較. 東北農業研究 39: 145-146.
- 3) 中島 秀治, 高橋健太郎. 1991. 過塩素酸・硝酸分解による米中亜鉛, 銅及び鉄の迅速定量. 東北農業研究 44: 103-104