

6.9 腐植酸(酸不溶アルカリ可溶分)

6.9.a 重量法

(1) 概要

この試験法は腐植酸塩肥料に適用する。この試験法の分類は Type A (Def-M) であり、その記号は 6.9.a-2017 又は H-acid.a-1 とする。

分析試料に塩酸(1+9)を加えて酸溶解物を溶離し、不溶解物をろ過し、不溶解物の質量を測定し、分析試料中の酸不溶解物を求める。別途分析試料に塩酸(1+9)を加えて酸溶解物を溶離し、不溶解物に水酸化ナトリウム液(10 g/L)を加えてアルカリ溶解物を溶離し、不溶解物をろ過し、分析試料中の酸不溶アルカリ不溶解物を求める。酸溶解物から酸不溶アルカリ不溶解物を差し引き、腐植酸(酸不溶アルカリ可溶分)を算出する。

(2) 試薬 試薬は、次による。

- a) 塩酸: JIS K 8180 に規定する特級又は同等の品質の試薬。
- b) 水酸化ナトリウム: JIS K 8576 に規定する特級又は同等の品質の試薬。

(3) 装置 装置は、次のとおりとする。

- a) 振とう機
- b) 乾燥器: 105 °C~110 °C に調節できるもの。
- c) るつぼ形ガラスろ過器: JIS R 3503 に規定するるつぼ形ガラスろ過器 1G4。予め 105 °C~110 °C の乾燥器で加熱した後、デシケーター中で放冷し、質量を 1 mg の桁まで測定しておく。
- d) 共栓はかり瓶⁽¹⁾: JIS R 3503 に規定する平形はかり瓶 50 mm×30 mm。予め 105 °C~110 °C の乾燥器で加熱乾燥した後、デシケーター中で放冷し、質量を 1 mg の桁まで測定しておく。

注(1) 飼料分析法・解説-2009-に記載されているアルミニウム製ひょう量皿を用いてもよい。

- (2) 共栓遠心沈殿管 100 mL を 30~40 回転/分で上下転倒して回転させられる回転振り混ぜ機を用いてもよい。

(4) 試験操作

(4.1) 酸不溶解物

(4.1.1) 抽出 抽出は、次のとおり行う。

- a) 分析試料 1 g を 1 mg の桁まではかりとり、共栓遠心沈殿管 100 mL に入れる。
- b) 塩酸(1+9) 50 mL を加え、振とう機を用いて⁽²⁾1 時間振り混ぜる。
- c) 遠心力約 1700×g で約 5 分間遠心分離し⁽³⁾、上澄み液を除去する⁽⁴⁾。
- d) 水を加えてかき混ぜ⁽⁵⁾、遠心力約 1700×g で約 5 分間遠心分離し⁽³⁾、上澄み液を除去する⁽⁴⁾。
- e) d) の操作を 3 回繰り返す。

注(2) 回転振り混ぜ機を使用する場合は、30~40 回転/分に調整する。

- (3) 半径 16.5 cm 及び回転数 3000 rpm で遠心力 1700×g 程度となる。
- (4) 駒込ピペット等を用いて取り除く。
- (5) ガラス棒を用いてかき混ぜ、ガラス棒に付着した不溶解物を水で洗浄し、洗浄液を遠心沈殿管に加える。

(4.1.2) **測定** 測定は、次のとおり行う。

- 水で(4.1.1)eの不溶解物を全てるつぼ形ガラスろ過器中に移し、減圧ろ過する。
- 不溶解物をるつぼ形ガラスろ過器とともに乾燥器に入れ、105℃～110℃で3時間加熱する。
- 加熱後、速やかにデシケーターに移して放冷する。
- 放冷後、るつぼ形ガラスろ過器をデシケーターから取り出し、その質量を1mgの桁まで測定する。

(4.2) 酸不溶－アルカリ不溶解物

(4.2.1) **抽出** 抽出は、次のとおり行う。

- 分析試料1gを1mgの桁まではかりとり、共栓遠心沈殿管100mLに入れる。
- 塩酸(1+9)50mLを加え、振とう機⁽²⁾を用いて⁽²⁾1時間振り混ぜる。
- 遠心力約1700×gで約5分間遠心分離し⁽³⁾、上澄み液を除去する⁽⁴⁾。
- 水を加えてかき混ぜ⁽⁵⁾、遠心力約1700×gで約5分間遠心分離し⁽³⁾、上澄み液を除去する⁽⁴⁾。
- d)の操作を3回繰り返す。
- 水酸化ナトリウム溶液(10g/L)50mLを加え、振とう機を用いて⁽²⁾1時間振り混ぜる。
- 遠心力約1700×gで約5分間遠心分離し⁽³⁾、上澄み液を除去する⁽⁴⁾。
- 水を加えてかき混ぜ⁽⁵⁾、遠心力約1700×gで約5分間遠心分離し⁽³⁾、上澄み液を除去する⁽⁴⁾。
- h)の操作を3回繰り返す。

(4.2.2) **測定** 測定は、次のとおり行う。

- 不溶解物を共栓はかり瓶とともに乾燥器に入れて加熱する⁽⁶⁾。
- 放冷後、不溶解物を共栓はかり瓶に移し替える。
- 不溶解物を共栓はかり瓶とともに乾燥器に入れ、105℃～110℃で3時間加熱する。
- 加熱後、共栓はかり瓶に蓋をし、速やかにデシケーターに移して放冷する。
- 放冷後、共栓はかり瓶をデシケーターから取り出し、その質量を1mgの桁まで測定する。

注(6) (4.2.2)b)の操作が可能になる程度の温度で乾燥する。

(5) 腐植酸の計算

- 次の式によって腐植酸を算出する。

$$\begin{aligned} & \text{腐植酸}(\%(\text{質量分率})) \\ & = (A_1/W_1) \times 100 - (A_2/W_2) \times 100 \quad \dots\dots (1) \end{aligned}$$

A_1 : (4.1.2)d)で測定した酸不溶解物の質量(g)

W_1 : (4.1.1)a)で採取した分析試料の質量(g)

A_2 : (4.2.2)e)で測定した酸不溶アルカリ不溶解物の質量(g)

W_2 : (4.2.1)a)で採取した分析試料の質量(g)

参考文献

1) 越野正義：第二改訂詳解肥料分析法, p.316~317, 養賢堂, 東京 (1988)

(5) **腐植酸試験法フローシート** 腐植酸試験法のフローシートを次に示す。

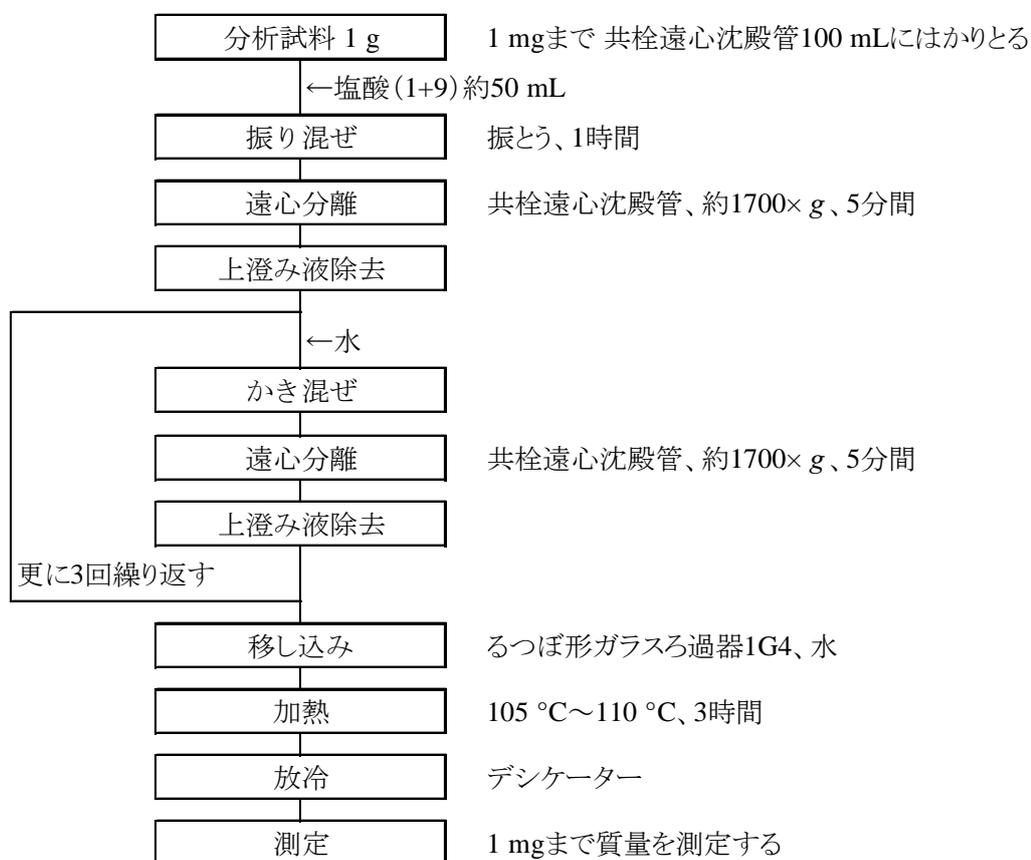


図1 腐植酸塩肥料中の腐植酸試験法フローシート
(酸不溶解物の試験操作(4.1))

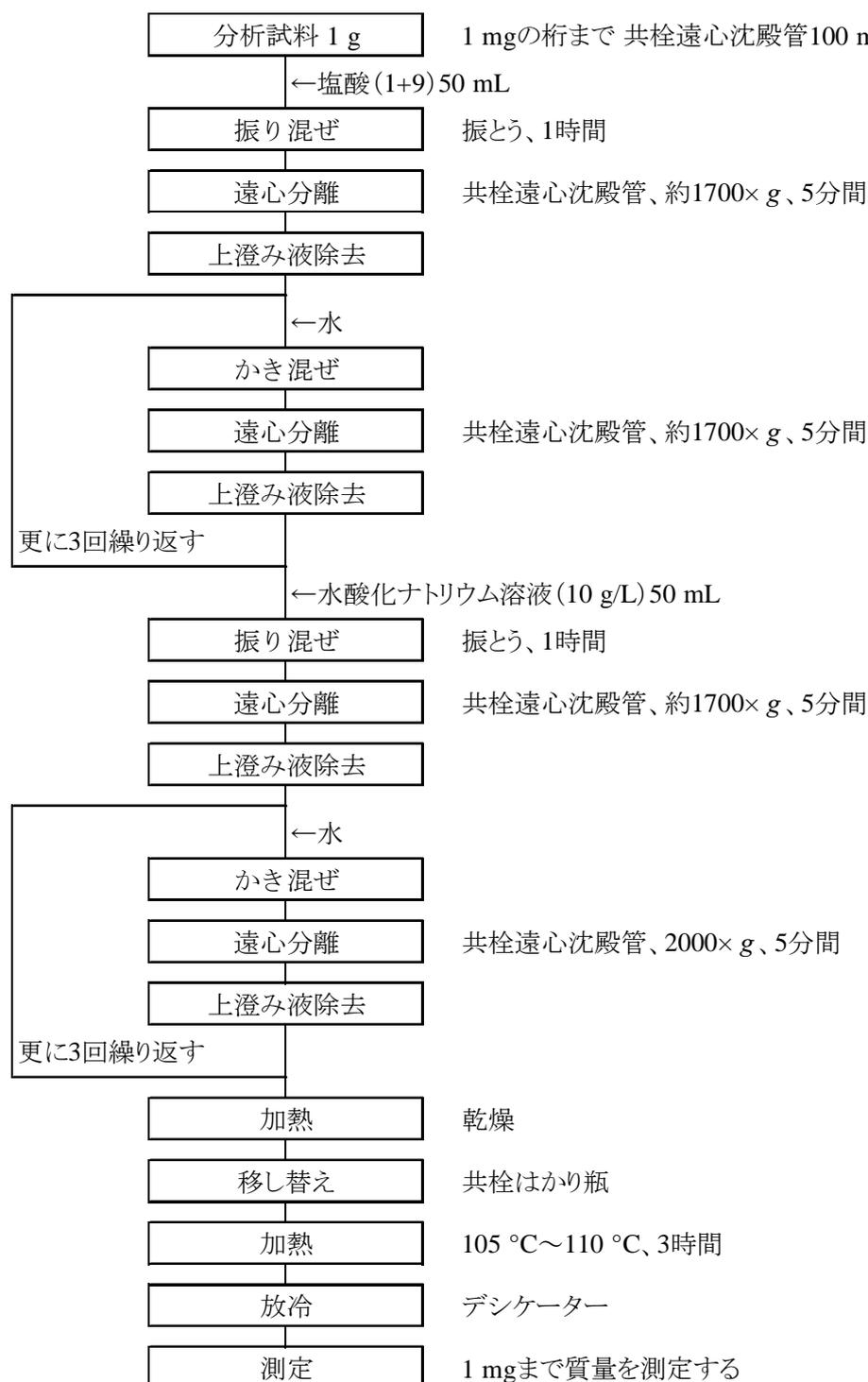


図2 腐植酸塩肥料中の腐植酸試験法フローシート
(酸不溶アルカリ不溶解物の試験操作(4.2))