

## 14 試験紙による肥料成分の検出

— 肥料中のアンモニア性窒素及びりん酸含有量の測定手法の検討 —

独立行政法人農林水産消費安全技術センター神戸センター

**キーワード** 定性試験, 試験紙, 肥料, アンモニア性窒素, りん酸

### 1. はじめに

肥料研究報告第 10 号に、肥料の定性法として市販の試験紙を利用する方法が検討され掲載された<sup>1)</sup>。

この報告に使用された試験紙は半定量紙であり、肥料中の成分含有量も測定できる可能性があることから、複数の測定者(大阪肥料品質保全協議会会員)による成分含有量測定を行い、その成績をとりまとめた。また、試験紙を用いて肥料成分含有量をより精度良く測定する方法について考察したので報告する。

### 2. 材料及び方法

#### 1) 供試試料

市販肥料(アンモニア性窒素 7.1%, 水溶性りん酸 13.1%:肥料分析法<sup>2)</sup>による分析結果)を目開き 500  $\mu\text{m}$  のふるいを全通するまで粉砕したものを試料として用いた。

#### 2) 装置及び器具

##### (1) 試験紙(試験キット)

アンモニア性窒素の測定 MQuant™ Ammonium Test

水溶性りん酸の測定 MQuant™ Phosphate Test

##### (2) 200 mL ポリエチレン製広口容器(蓋付き)

##### (3) 10 mL ポリスチレン製チューブ(スクリーキャップ付き)

#### 3) 試験方法

##### (1) 肥料中のアンモニアの検出

###### ① 抽出

試料を 0.5 g 秤量し、200 mL ポリ容器に入れ、メスシリンダーで水を 100 mL 加え、蓋をして約 30 秒間振り混ぜ、1 分間静置した。200 mL ポリ容器の上澄み溶液から 20 mL を採取し、別の 200 mL ポリ容器に入れ、メスシリンダーで水を 80 mL 加え、蓋をして振り混ぜ試料溶液とした。

なお、当日参加した測定者を 10 人程度の 5 グループに分け、上記の操作はグループ毎に 1 点行い、以下の操作は測定者毎に行った。

###### ② 定性反応操作及び判定

10 mL チューブに試料溶液 5 mL をピペットではかりとり、試験キットに付属の試薬 10 滴を加え、蓋をしてかるく振り混ぜ、試験紙の反応部分をこの試料溶液中に 3 秒間入れた。試験紙を取り出した後試験紙上の余分な水分をペーパーで吸い取り 10 秒間静置した。

試験紙の発色を試験キットに付属のカラースケールの  $\text{NH}_4\text{-N}$  値から読みとり、試料溶液中のアンモニア測定値とした。

③ 定量試験操作及び成分含有量計算

(1)の①の試料溶液から、測定者が 1 mL～5 mL の量を選択してピペットではかりとり、10 mL チューブに入れ、それぞれ試料溶液の総量が 5 mL となるよう水を加えた。その後の操作及び判定は②と同様に行った。

測定した試料溶液中のアンモニア測定値から次式によりアンモニア性窒素含有量を算出した。

$$\text{アンモニア性窒素含有量(質量分率(\%))} = \text{測定値(mg/L)} \times \text{希釈倍率} \times \text{濃度係数(0.0001)}$$

(注) 1 mL 分取の場合の希釈倍率は 5000 倍, 2 mL 分取は 2500 倍, 3 mL 分取は 1667 倍, 4 mL 分取は 1250 倍, 5 mL 分取は 1000 倍となる。

(2) 肥料中のりん酸の検出

① 抽出

(1)の①に同じ方法で抽出した試料溶液を各測定者に供試した。

② 定性反応操作及び判定

試料溶液に試験紙の反応部分を1秒間入れ、試験紙を取り出し、試験紙上の余分な水分をペーパーで吸い取り、試験キットに付属の試薬1滴を反応部に落とし 15 秒間静置した。試験紙上の余分な水分をペーパーで吸い取り、60 秒間静置した後試験紙の発色を試験キットに付属のカラースケールの  $\text{P}_2\text{O}_5$  値から読みとり、試料溶液中のりん酸測定値とした。

③ 定量試験操作及び成分含有量計算

①の試料溶液をさらに 2 倍, 4 倍, 7 倍, 10 倍, 15 倍に希釈した溶液を各測定者に供試し, ②と同じ操作により, 試料溶液中のりん酸測定値を測定した。

測定した試料溶液中のりん酸測定値から次式により水溶性りん酸含有量を算出した。

$$\text{水溶性りん酸含有量(質量分率(\%))} = \text{測定濃度(mg/L)} \times \text{希釈倍率} \times \text{濃度係数(0.0001)}$$

(注) 2 倍溶液の希釈倍率は 400 倍, 4 倍溶液は 800 倍, 7 倍溶液は 1400 倍, 10 倍溶液は 2000 倍, 15 倍溶液は 3000 倍となる。

### 3. 結果及び考察

#### 1) アンモニア定性反応操作及び測定値読みとり結果

各測定者の 3) (1)②の測定値を表 1 に示した。カラースケール値の間を測定値として読み取った人もいた。測定値は 78 mg/L～155 mg/L がほとんどであり、肥料分析法によるアンモニア性窒素の分析値(71 mg/L 相当)(以下、「A-N 分析値」という。)より高い測定値の読みとりとなった。

なお、アンモニアの測定において、参加者 42 人全員が検出でき、反応操作が困難となることはなかった。

表1 アンモニア濃度<sup>a)</sup>の測定値の分布

濃度 (mg/L)	8	～	23	～	47	～	78	～	155	～	311
人数	—	—	—	—	1	—	14	12	9	2	4

a) 肥料分析法によるアンモニア性窒素の分析値からの推定濃度は71 mg/L相当

## 2) アンモニア性窒素の定量結果

各測定者の 3) (1)③の希釈した試料溶液の測定値及び試料中のアンモニア窒素の含有量を表 2-1 に、また、その含有量の総平均値等の基本統計量を表 2-2 にまとめた。最頻値が A-N 分析値に最も近い成分含有量となった。希釈倍率を大きくするほど含有量平均値は小さくなり A-N 分析値に近くなった。希釈倍率を大きくすればスケール値の近傍やスケール値間に入りより精度良く定量できる可能性があるが、含有量計算に乗じる値が大きくなることからスケール間の値をより正確に読み取る技量が必要と考えられる。

希釈倍率を変えて複数回の測定を行った結果、その最頻値が分析値に最も近い値となった。

表2-1 アンモニア性窒素の試験成績

	試料溶液の希釈倍率									
	1000倍		1250倍		1667倍		2500倍		5000倍	
	測定値 <sup>a)</sup> (mg/L)	含有量 <sup>b)</sup> (%)	測定値 (mg/L)	含有量 (%)	測定値 (mg/L)	含有量 (%)	測定値 (mg/L)	含有量 (%)	測定値 (mg/L)	含有量 (%)
個別	78	7.8	63	7.8	47	7.8	20	5.0	8	4.0
成績	78	7.8	63	7.8	47	7.8	23	5.8	8	4.0
	78	7.8	78	9.8	47	9.8	23	5.8	8	4.0
	78	7.8	78	9.8	47	9.8	23	5.8	8	4.0
	90	9.0	80	10.0	60	10.0	35	8.8	10	5.0
	100	10.0	200	25.0	75	12.5	47	11.8	15	7.5
	117	11.7			75	12.5	47	11.8	23	11.5
	155	15.5			78	13.0			23	11.5
	300	30.0							23	11.5
	310	31.0							23	11.5
平均値	13.8		11.7		10.4		7.8		7.5	

a) 希釈した試料溶液中のアンモニア性窒素の測定値

b) 試料中のアンモニア性窒素の含有量

表2-2 アンモニア性窒素<sup>a)</sup>の試験成績の基本統計量

含有量の総平均値 (%)	中央値 (%)	最頻値 (%)	標準偏差 (%)
10.3	9.8	7.8	6.0

a) 肥料分析法によるアンモニア性窒素の分析値は7.1 %

## 3) リン酸性反応操作及び測定値読みとり結果

各測定者の 3) (2)②の測定値を表 3 に示した。カラスケール値の間を測定値として読み取った人もいた。

測定値は187 mg/Lがほとんどであり、肥料分析法による水溶性窒素の分析値(131 mg/L相当)(以下、「W-P分析値」という。)より高い測定値の読みとりとなった。

なお、りん酸の測定については、参加者41人全員が検出でき、反応操作が困難となることはなかった。

表3 りん酸の濃度濃度<sup>a)</sup>の測定値の分布の測定値の分布

濃度(mg/L)	7.5	～	19	～	37	～	75	～	187	～	374
人数	—	—	—	—	—	—	1	7	31	2	—

a) 肥料分析法による水溶性りん酸の定量値からの推定濃度は131 mg/L相当

#### 4) 水溶性りん酸の定量結果

各測定者の3)(2)③の希釈した試料溶液の測定値及び試料中のりん酸の含有量を表4-1に、また、その含有量の総平均値等の基本統計量を表4-2にまとめた。含有量の総平均値がW-P分析値に最も近い成分含有量となった。アンモニア性窒素の定量操作では、測定者が希釈操作を行ったため測定値にバラツキが認められたが、水溶性りん酸の定量操作では希釈操作がなかったため測定値は各倍率で揃った。また、個別成績では1人以外はW-P分析値に近い測定値がなかった。

希釈倍率を変えて複数回の測定を行った結果、測定値の総平均値が分析値に最も近い値となった。

表4-1 水溶性りん酸の試験成績

	試料溶液の希釈倍率									
	400倍		800倍		1400倍		2000倍		3000倍	
	測定値 <sup>a)</sup> (mg/L)	含有量 <sup>b)</sup> (%)	測定値	含有量	測定値	含有量	測定値	含有量	測定値	含有量
	(mg/L)	(%)	(mg/L)	(%)	(mg/L)	(%)	(mg/L)	(%)	(mg/L)	(%)
個別	300	12.0	187	15.0	75	10.5	37	7.4	16	4.8
成績	337	13.5	187	15.0	75	10.5	37	7.4	37	11.1
	374	15.0	187	15.0	75	10.5	56	11.3	37	11.1
	374	15.0	187	15.0	75	10.5	75	15.0	37	11.1
	374	15.0	187	15.0	75	10.5	75	15.0	37	11.1
	374	15.0	187	15.0	75	10.5	75	15.0	37	11.1
	374	15.0	187	15.0	75	10.5	100	20.0	37	11.1
	374	15.0	187	15.0	187	26.2				
	400	16.0								
平均値		14.6		15.0		12.5		13.0		10.2

a) 希釈した試料溶液中の水溶性りん酸の測定値

b) 試料中の水溶性りん酸の含有量

表4-2 水溶性りん酸<sup>a)</sup>の試験成績の基本統計量

含有量の総平均値(%)	中央値(%)	最頻値(%)	標準偏差(%)
13.1	15.0	15.0	3.6

a) 肥料分析法による水溶性りん酸の分析値は7.1%

#### 4. まとめ

試験紙を用いて複数の測定者による肥料中のアンモニア性窒素及びりん酸含有量の測定を行った。測定者全員が測定可能であった。また、アンモニア性窒素については希釈倍率を変えて複数回の測定を行った結果を用い、アンモニア性窒素については最頻値が、水溶性りん酸については総平均が、最も分析値に近い値となった。

#### 謝 辞

本調査にご参加いただいた大阪肥料品質保全協議会会員の皆様、協議会事務局((公財)日本肥糧検定協会関西支部、片倉コープアグリ(株)姫路工場)にお礼申し上げます。

#### 文 献

- 1) 齋藤晴文, 五十嵐総一, 佐久間健太, 橋本良美, 田丸直子, 平田絵理香, 添田英雄, 白井裕治: 試験紙による肥料成分の検出, 肥料研究報告, **10**, 242~266 (2017)
- 2) 農林水産省農業環境技術研究所: 肥料分析法(1992年版), 日本肥糧検定協会, 東京 (1992)