4.2.1 りん酸全量

4.2.1.b キノリン重量法

(1) 概要

この試験法は有機物を含む肥料に適用する。比較的りん酸含有量の高い肥料に適する。この試験法の分類は Type E であり、その記号は 4.2.1.b-2017 又は T-P.b-1 とする。

分析試料に硫酸、硫酸カリウム及び硫酸銅(II)五水和物を加え、ケルダール法で前処理し、りん酸全量($T\text{-}P_2O_5$)をりん酸イオンにし、キノリン、モリブデン酸及び硝酸と反応して生ずるりんモリブデン酸キノリニウムの質量を測定し、分析試料中のりん酸全量($T\text{-}P_2O_5$)を求める。

(2) 試薬 試薬は、次による。

a) 硫酸: JIS K 8951 に規定する特級又は同等の品質の試薬。

b) 硝酸: JIS K 8541 に規定する特級(HNO_3 60 %(質量分率))又は同等の品質の試薬。

c) モリブデン酸ナトリウム溶液(1): モリブデン(VI)酸二ナトリウム二水和物 70 g を水 150 mL に溶かす。

d) キノリン溶液(1): JIS K 8279 に規定するキノリン 5 mL を硝酸 35 mL 及び水 100 mL の混合溶液に加える。

e) キモシアク溶液(1): JIS K 8283 に規定するくえん酸一水和物 60 g を硝酸 85 mL 及び水 150 mL の混合溶液に加え溶かす。モリブデン酸ナトリウム溶液の全量を徐々に加えて混合する。溶液をかき混ぜながらキノリン溶液の全量を徐々に加える。一夜放置した後、ろ紙 3 種で全量をろ過する。JIS K 8034 に規定するアセトン 280 mL を加え、更に水を加えて 1000 mL とする。

f) 分解促進剤(2): JIS K 8962 に規定する硫酸カリウムと JIS K 8983 に規定する硫酸銅(II)五水和物(3)を 9 対 1 の割合で混合する。

注(1) 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

(2) 錠剤が市販されている。

(3) 必要に応じて粉末にする。

(3) 器具及び装置 器具及び装置は、次のとおりとする。

a) 水浴: 60 °C～65 °C に調節できるもの。

b) 乾燥器: 220 °C±5 °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 220 °C±5 °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) 分解フラスコ: ケルダールフラスコ

(4) 試験操作

(4.1) ケルダール分解 分解は、次のとおり行う。

a) 分析試料 0.5 g～5 g を 1 mg の桁まではかりとり、300 mL 分解フラスコに入れる。

b) 分解促進剤 5 g～10 g を加え、更に硫酸 20 mL～40 mL を加えて振り混ぜ、穏やかに加熱する。

c) 泡が生じなくなってから硫酸の白煙が発生するまで加熱する。

d) 有機物が完全に分解するまで強熱する(4)。

e) 放冷後、少量の水を加えて良く振り混ぜ、水で 250 mL～500 mL 全量フラスコに移し入れる。

f） 冷却した後、標線まで水を加える。

g） ろ紙 3 種でろ過し、試料溶液とする。

注（**4**） 溶液の色が変化しなくなってから、更に 2 時間以上加熱する。

備考 1. （**4.1**）の操作で得た試料溶液は、附属書 B に示した成分にも適用できる。

（**4.2**） **測定** 測定は、次のとおり行う。

a） 試料溶液の一定量（P_2O_5として 10 mg～30 mg 相当量で、硫酸として 5 mL 相当量以下）を 300 mL トールビーカーにとる。

b） 硝酸 5 mL を加え、水を加えて約 80 mL とする。

c） 時計皿で覆い、約 3 分間煮沸した後、時計皿及びトールビーカーの内壁を水で洗い、水を加えて約 100 mL とする。

d） 直ちに、キモシアク溶液 50 mL を加え、60 °C～65 °C の水浴中で時々かき混ぜながら約 15 分間加熱してりんモリブデン酸キノリニウムの沈殿を生成させる。

e） 時々かき混ぜながら室温まで放冷後、るつぼ形ガラスろ過器で減圧ろ過し、トールビーカーを水で 3 回洗浄して沈殿を全てるつぼ形ガラスろ過器中に移し入れ、更に水で 7 回～8 回洗浄する。

f） 沈殿をるつぼ形ガラスろ過器とともに乾燥器に入れ、220 °C±5 °C で約 30 分間加熱する。

g） 加熱後、速やかにデシケーターに移して放冷する。

h） 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 1 mg の桁まで測定する。

i） 次の式によって分析試料中のりん酸全量（$T\text{-}P_2O_5$）を算出する。

分析試料中のりん酸全量（$T\text{-}P_2O_5$）（%（質量分率））

$$= A \times 0.032\,07 \times (V_1/V_2) \times (1/W) \times 100$$

A： **h**）における沈殿の質量（g）

W： 分析試料の質量（g）

V_1： 試料溶液の定容量（mL）

V_2： **a**）における試料溶液の分取量（mL）

参考文献

1） 越野正義：第二改訂詳解肥料分析法，p.98~106，養賢堂，東京 (1988)

(5) りん酸全量試験法フローシート 肥料中のりん酸全量試験法のフローシートを次に示す。

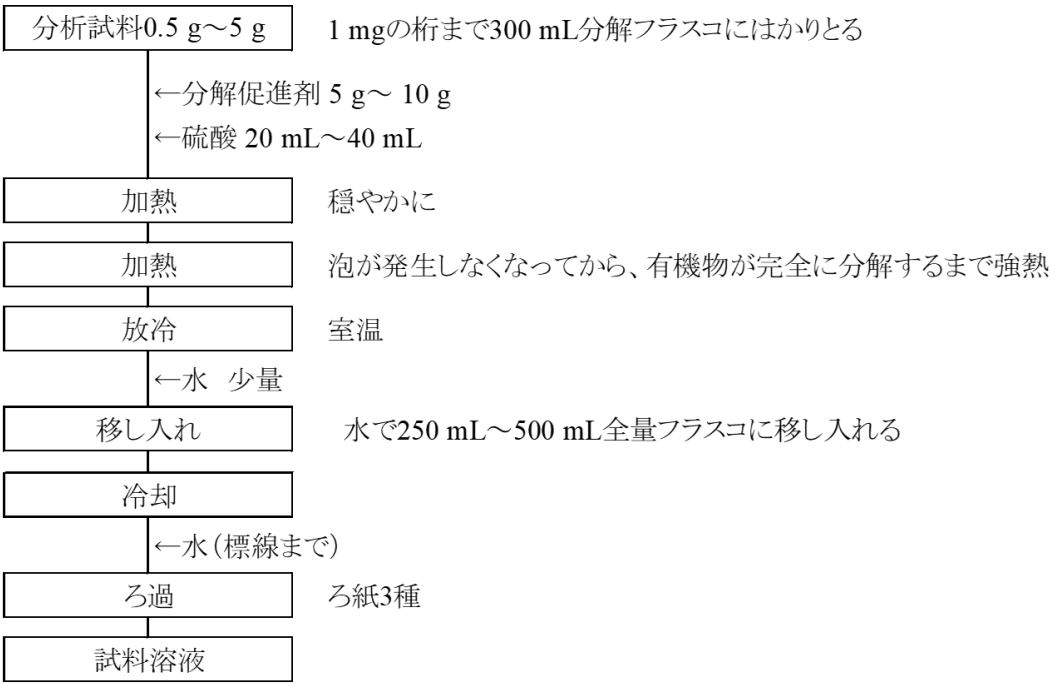


図1　肥料中のりん酸全量試験法フローシート（ケルダール分解操作）

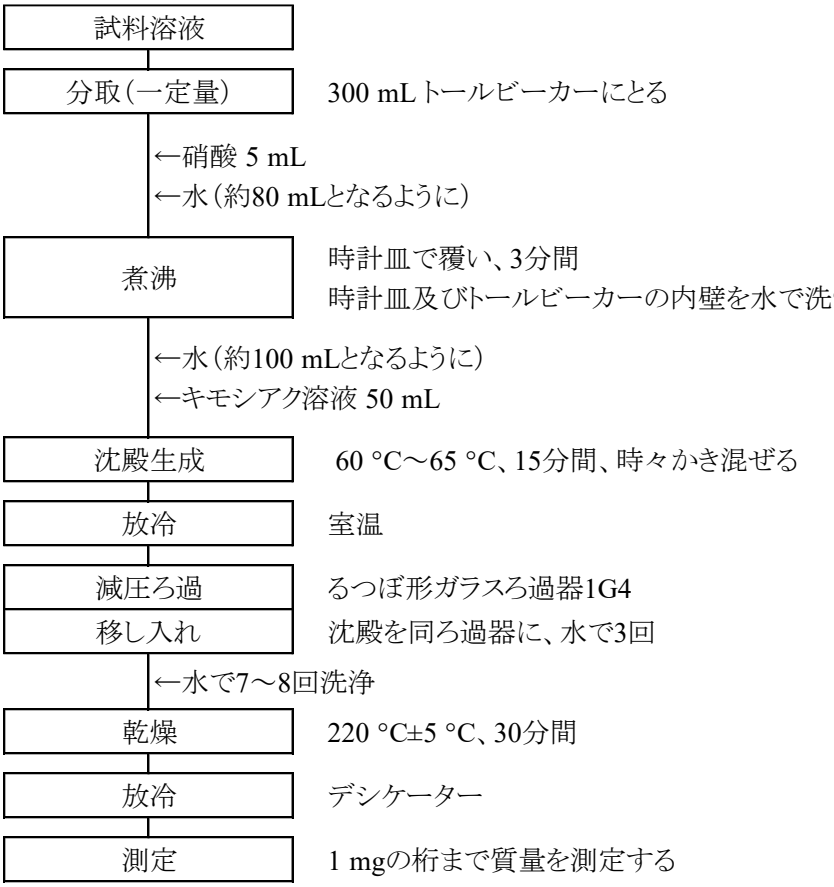


図2　肥料中のりん酸全量試験法フローシート（測定操作）