4.2.2 可溶性りん酸

4.2.2.b キノリン重量法

(1) 概要

この試験法は亜りん酸等を含有しない肥料に適用する。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 4.2.2.b-2017 又は S-P.b-1 とする。

分析試料に水を加えて抽出し、次にくえん酸アンモニウム溶液を加えて抽出し、それぞれの抽出液の一定量(等容量)をあわせる。硝酸及び水を加えて加熱し、非オルトりん酸をオルトりん酸イオンに加水分解し、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、分析試料中のアンモニアアルカリ性くえん酸アンモニウム溶液可溶性りん酸(可溶性りん酸($S\text{-}P_2O_5$))を求める。

(2) 試薬 試薬は、次による。

a) 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。

b) アンモニア水: JIS K 8085 に規定する特級(NH_3 28 %(質量分率))又は同等の品質の試薬。

c) ペーテルマンくえん酸塩溶液: JIS K 8283 に規定するくえん酸一水和物 173 g を水に加えて溶かし、窒素 42 g に相当するアンモニア水を冷却しながら徐々に加える。冷却した後、水を加えて 1000 mL とする。なお、この液の比重が 1.082～1.083(15 ℃)であり、1 mL 当たりの窒素量が 42 mg であることを確認する。

d) モリブデン酸ナトリウム溶液: モリブデン酸ナトリウム二水和物 70 g を水 150 mL に溶かす。

e) キノリン溶液: 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。

f) キモシアク溶液: 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。

(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: 65 ℃±2 ℃ 及び 60 ℃～65 ℃ に調節できるもの。

b) 乾燥器: 220 ℃±5 ℃ 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 ℃±5 ℃ 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。

(4) 試験操作

(4.1) 抽出 抽出は、次のとおり行う。

a) 分析試料 2.5 g を 1 mg の桁まではかりとり、小型乳鉢に入れる。

b) 水約 20 mL～25 mL を加え、よくすりつぶしその上澄み液をろ紙 6 種で 250 mL 全量フラスコにろ過(1)する。

c) 更に **b)**の操作を 3 回繰返した後、小型乳鉢内の不溶解物を水でろ紙上に移し入れ、ろ液が約 200 mL になるまで水で洗浄する。

d) ろ液に少量の硝酸を加え、更に標線まで水を加え、試料溶液(1)とする。

e) ろ紙上の不溶解物をろ紙とともに別の 250 mL 全量フラスコ(2)に移し入れ、ペーテルマンくえん酸塩液 100 mL を加えて栓をし、ろ紙が完全に崩れるまで振り混ぜる。

f) **e)**の全量フラスコを 65 ℃±2 ℃ の水浴中で 15 分ごとに振り混ぜながら 1 時間加熱する。

g） 速やかに水浴中等で冷却した後、標線まで水を加える。

h） ろ紙 3 種でろ過し、試料溶液(2)とする。

注(**1**） 長脚漏斗を用いるとよい。

(**2**） 250 mL 首太全量フラスコを用いるとよい。

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(1)及び試料溶液(2)の一定量(P_2O_5として 10 mg～30 mg 相当量で、ペーテルマンくえん酸塩溶液 8 mL 相当量以下)[3]をトールビーカー300 mL 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可溶性りん酸($S\text{-}P_2O_5$)を算出する。

分析試料中の可溶性りん酸(%(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(2.5 g)

V_1: 試料溶液の定容量(250 mL)

V_2: **a**)における試料溶液の分取量(mL)

注(**3**） 試料溶液(1)及び試料溶液(2)の分取量は同じであること。

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) 可溶性りん酸試験法フローシート 肥料中の可溶性りん酸試験法のフローシートを次に示す。

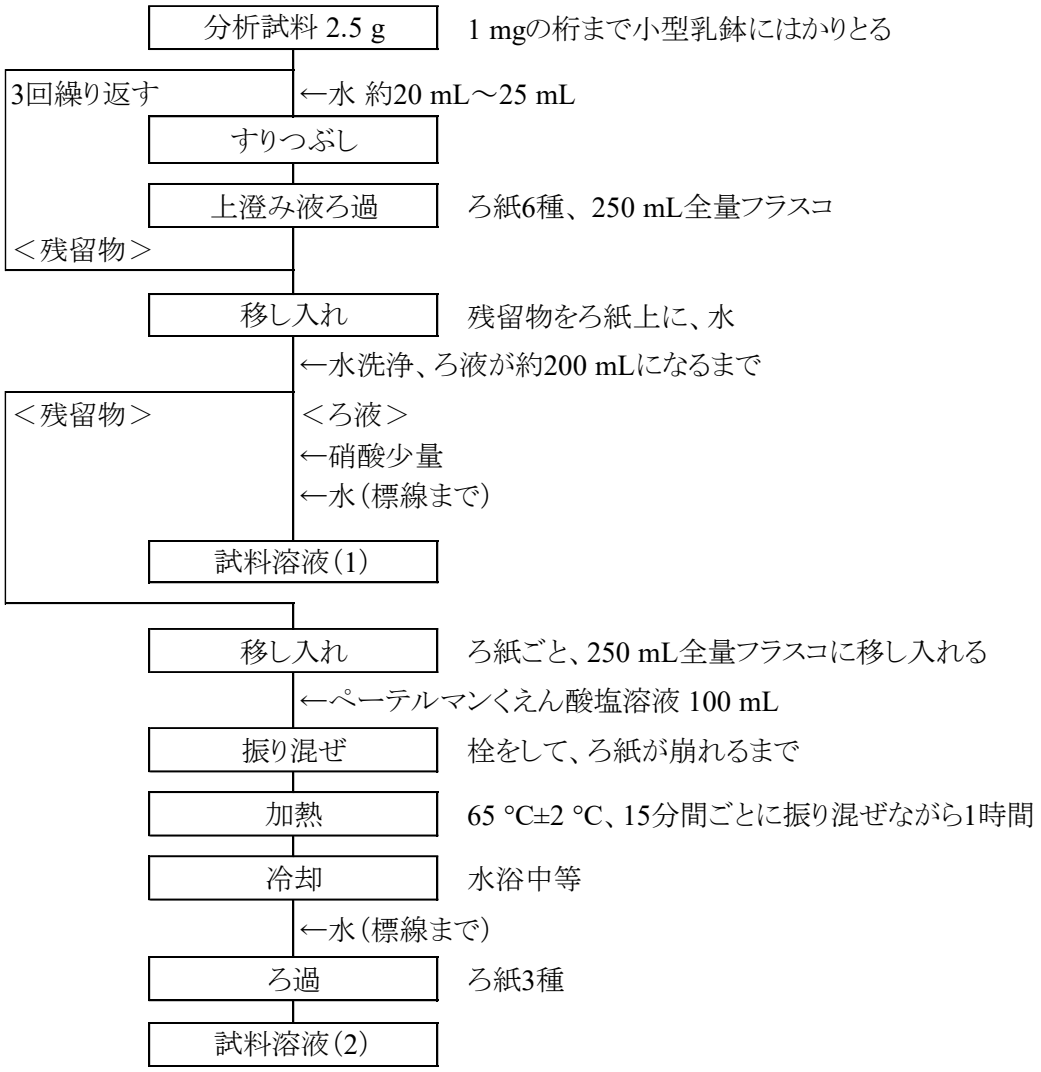


図1　肥料中の可溶性りん酸試験法フローシート（抽出操作）

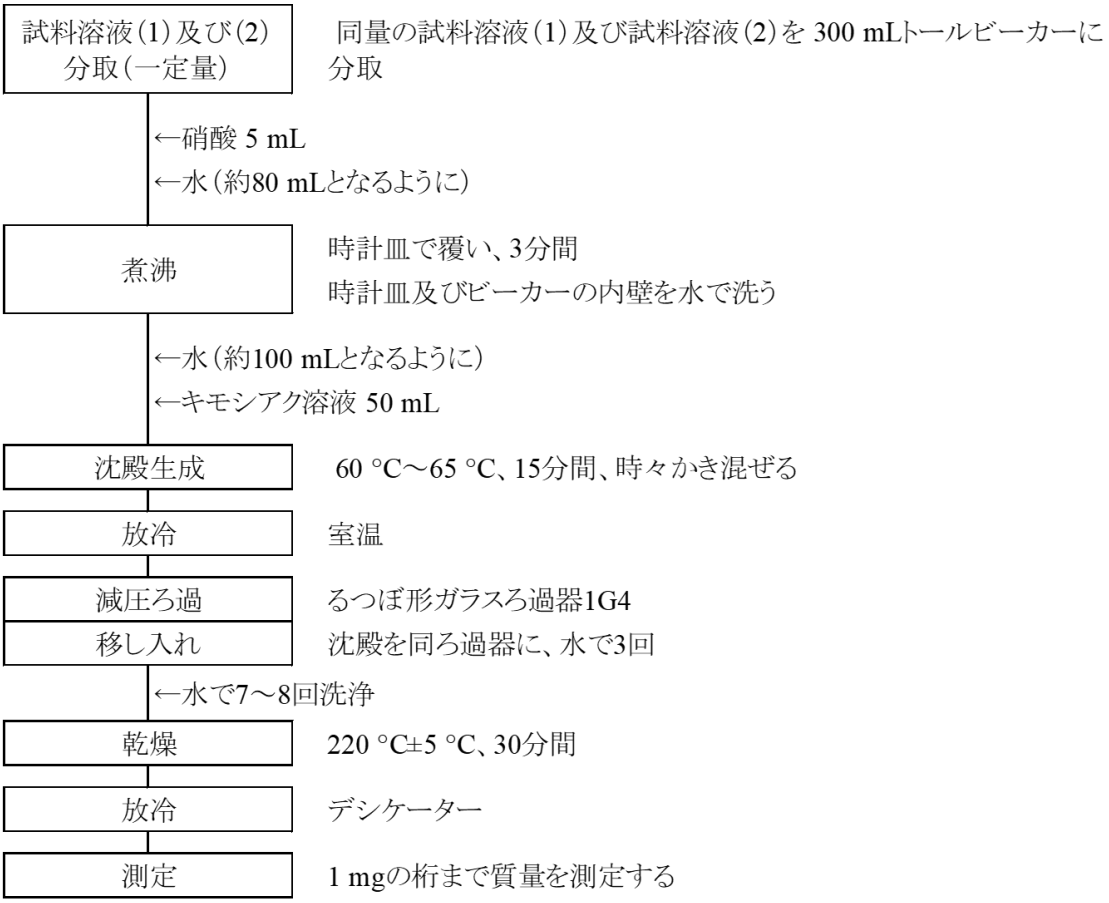


図2　肥料中の可溶性りん酸試験法フローシート（測定操作）