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） 振り混ぜ機

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。

（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、100 mL 共栓遠心沈殿管に入れる。

b） 塩酸（1+9）50 mL を加え、振り混ぜ機を用いて(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） 上下転倒式回転振り混ぜ機を使用する場合は、毎分 30 回転～40 回転に調整する。

（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。

a) 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入れ、減圧ろ過する。

b) 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。

c) 加熱後、速やかにデシケーターに移して放冷する。

d) 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。

(**4.2**) 酸不溶ーアルカリ不溶解物

(**4.2.1**) **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、100 mL 共栓遠心沈殿管に入れる。

b) 塩酸(1+9)50 mL を加え、振り混ぜ機を用いて(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。

f) 水酸化ナトリウム溶液(10 g/L)50 mL を加え、振り混ぜ機を用いて(2)1 時間振り混ぜる。

g) 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) 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)。

i) **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。

a) 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)。

b) 放冷後、不溶解物を共栓はかり瓶に移し替える。

c) 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。

d) 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。

e) 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 1 mg 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

a) 次の式によって腐植酸を算出する。

腐植酸(%(質量分率))

$$=(A_1/W_1)\times 100-(A_2/W_2)\times 100 \qquad \cdots\cdots \quad (1)$$

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。

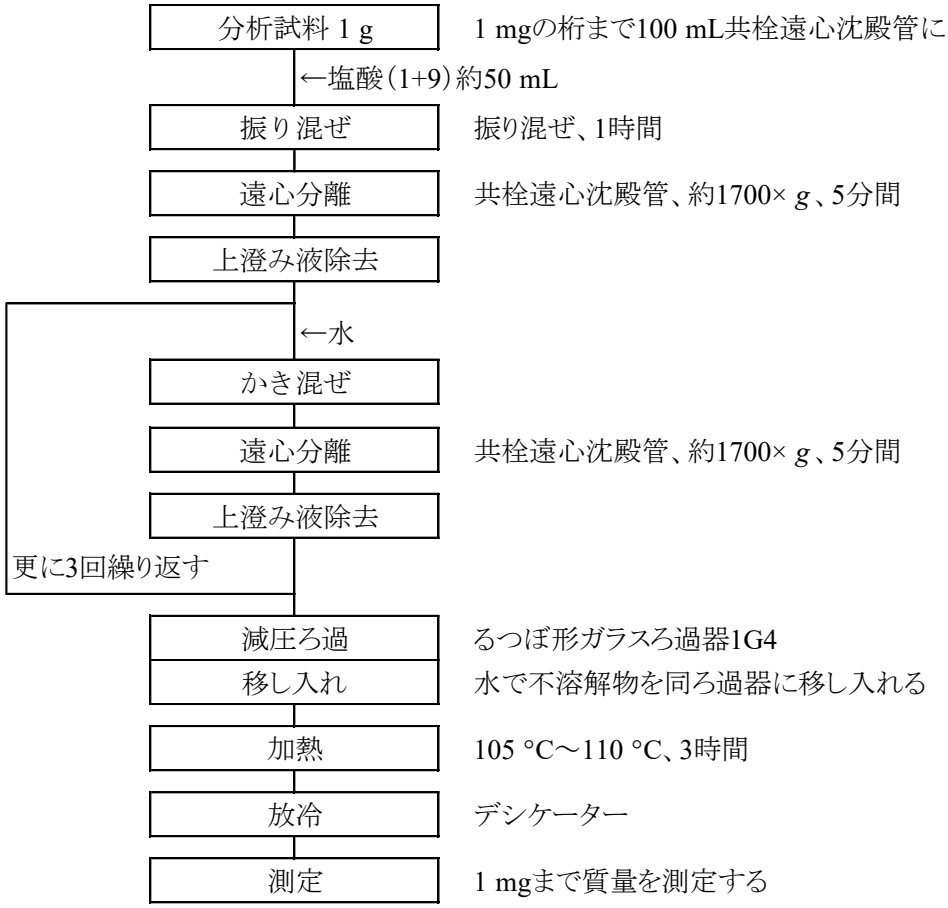


図1　腐植酸塩肥料中の腐植酸試験法フローシート
（酸不溶解物の試験操作（4.1））

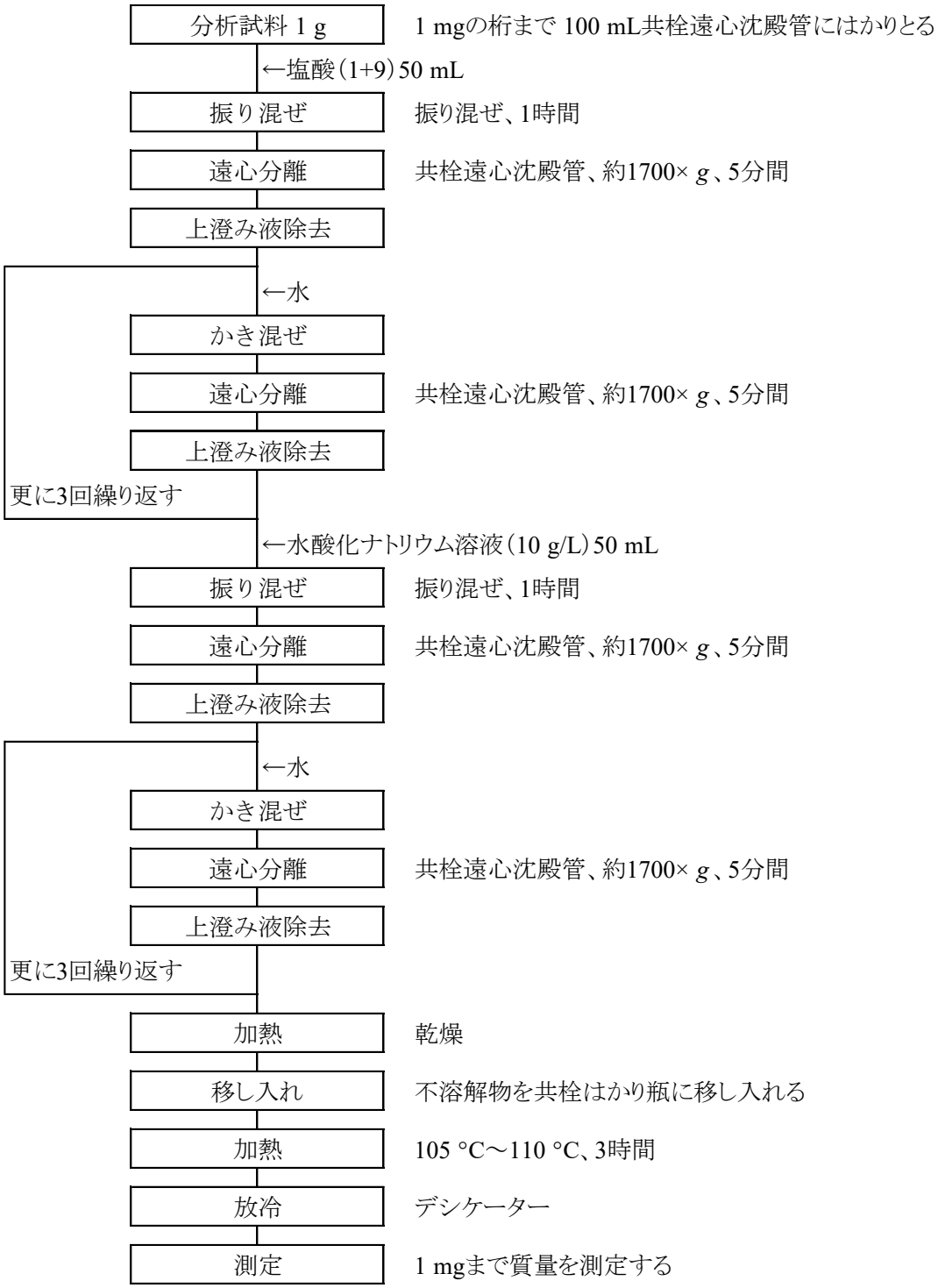


図2　腐植酸塩肥料中の腐植酸試験法フローシート
（酸不溶アルカリ不溶解物の試験操作（4.2））