

ナガサト式分析センターテキスト

水質、培養液、土壌の分析

**ナガサト産業株式会社**

昭和55年7月 第1版

## 初 版 に 際 し て

この度「ナガサト式分析センターテキスト」を刊行することになりましたが、これは筆者が九州電力株式会社在职時発刊していた「礫耕の知識—培養液（含土壤、水質）分析篇」第7版の改定、増補版である。

昭和53年度にナガサト産業株式会社の本社（久留米市）に分析センターを新設、以後広範な地域より送付されてくる土壤の分析を実施、好評を得ているのであるが、この度ナガサト産業株式会社より、初版として分析関係のテキストを発刊するに当り、上述の第7版中、土壤分析関連事項を更に記述すると共に、各成分分析の一部を改訂または増補を行った。

より一層のご活用を願うと共に、分析センター新設の趣あるときは「ナガサト式分析センター」方式を御採用されることをおすすめしたい。

ナガサト産業株式会社としては分析関係機器一切の納入、分析センターのレイアウト、分析業務の指導等を実施していることを付記して初版のこととする。

昭和55年7月1日

ナガサト産業技術顧問

九州養液栽培研究会会長

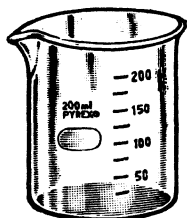
米澤農業研究所 米 澤 晃

## 目 次

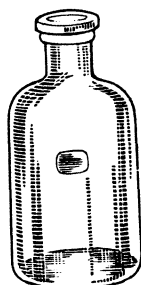
I	分析関係器具の名称および使用操作について	1
II	光電比色計による比色分析について	7
	1. 試薬および指示薬一覧表	7
	2. 光電比色計による分析	7
	3. アンモニア態窒素の比色分析	8
	4. 硝酸態窒素の比色分析	9
	5. 燐酸の比色分析	11
	6. 鉄の比色分析	12
III	加里の炎光光度分析について	13
IV	石灰・苦土・塩分の滴定分析について	15
	1. 石灰の滴定分析	15
	2. 苦土の滴定分析	16
	3. 塩分の滴定分析	17
V	土 壌 分 析 法	19
	1. 土 壌 の 採 取 と 乾 燥	19
	2. P H の 測 定	19
	3. アンモニア態窒素の定量分析	20
	4. 硝酸態窒素の定量分析	20
	5. 燐酸全量の定量分析	21
	6. アンモニア・燐酸吸収係数	21
	7. 加里・石灰・苦土・可給態鉄の分析	22
	8. 全鉄の定量分析	24
	9. 塩素の定量分析	24
VI	みかんの酸度分析について	25
VII	分析試薬一覧表	27
附	……参 考 資 料	29

# I 分析関係器具の名称および使用操作について

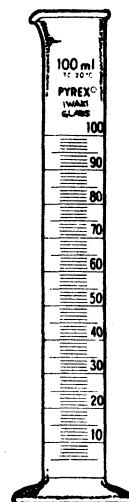
## 1. 分析用器具の名称 (寸法不同)



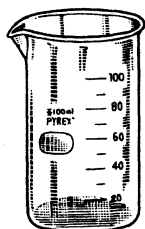
ビーカー



細口瓶



メスシリンダー



トールビーカー



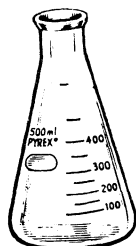
広口瓶



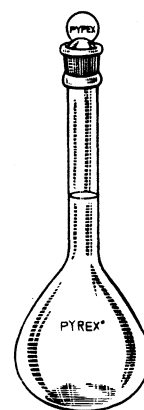
コニカルビーカー



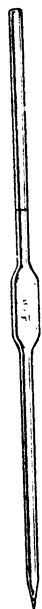
滴 瓶



三角フラスコ



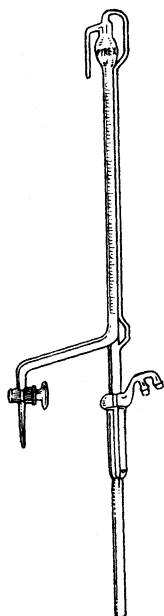
メスフラスコ



ホールピペット



メスピペット  
(先端目盛)



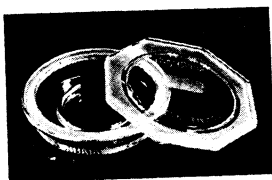
自動ビューレット



ポリ洗浄瓶



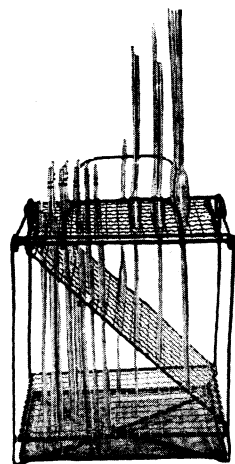
駒込ピペット  
(ゴム帽なし)



微量拡散分析器  
(コンウェイ)



磁製蒸発皿

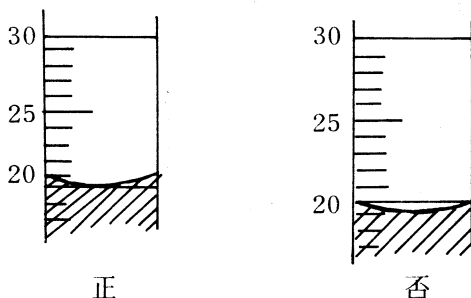


ピペット立て

## 2 メカニカス

- (1) 次図の機器についてはすべて次図のごとく標線のメカニカス（標線のところにある溶液の三日月型の下端）を必ず目の高さで読まねばならない。
- (2) 「メスフラスコで定容とする」ということは、例えば、硫酸態窒素の発色試料について

100 ml メスフラスコに発色試料をトルビーカーから移し更にトルビーカー内を純水で洗浄しながらメスフラスコに注ぎ込み、「純水で定容とする」の意味は純水を標線のところまで加えて正確に100 ml とするということである。



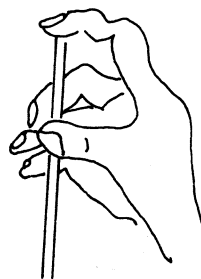
## 3 ピペット類の取扱い方

- (1) 試料のとり方

ピペットの吸込口から頬をふくらませずに、静かに標線または最高容量の目盛りより少し上まで吸い込む。純水または培養液ならば口中に吸い込んでも災害はないが、試薬中には劇物もあるので頬をふくらませて急に吸い込むと多量の溶液を口中に吸い込む危険がある。

- (2) 吸い込めばただちに右図のように人差指でピペットの吸込口を、親指、中指などで管を保持する。

- (3) 溶液をピペットより出すときは、人差指を心もち軽く吸込口より離して静かに溶液を落下させ、最後には少しピペットの先に残るので、吸入口を人差指で閉じホールピペットでは真中のふくらみを左手で、メスピペットの場合は中程をかるく握ると、管内の空気が膨張するため溶液を押し出される。



- ・メスピペットの場合は必要量の目盛の近くになれば極く少量ずつ、ピペットの先をビーカーなどの内壁につけて落下させ、正確に計量する。

#### 4. メスフラスコで定容とする場合の注意

- (1) メスフラスコは定容前に加熱しないこと。  
容器の膨張により(-)の誤差を生ずる。
- (2) 温溶液を使用した場合は、必ず室温まで放冷し（20℃前後が適当）、この冷却された溶液をメスフラスコに移すこと。
- (3) メスフラスコを熱して溶解しなくてはならないときは溶解後必ず室温まで放冷すること。
- (4) 最後に標線にメカニカスを一致させて正確に定容するためには、駒込ピペットで1滴1滴注ぎ込み、標線間際では $\frac{1}{2}$ 滴、 $\frac{1}{3}$ 滴と極く少量ずつ注ぎ込むこと。  
万一標線以上に注いだ場合はただちに駒込ピペットで余分の量をとるか、または吸取紙で吸収させる。

#### 5. 使用後の器具の洗浄

使用後の器具については、ホールピペットまたはメスピペットで同一タンク内の培養液または純水を連続採取するとき以外は必ず中性洗剤（ティーボールが最適であり、これはバイラス予防のための種子や機器の消毒、または展着剤に利用できる。）で十分洗浄し、清水でゆすぎ上げた後純水で洗浄するのを原則とする。

この洗浄を忠実に守らないとピペットやフラスコ、ビーカー、シリンダーなどの内部に試薬が残り、次の分析の際に、他の試薬を使用するとき、前に使用した試薬が混合して、正確な分析数値が測定できない。

#### 6. 光電比色計に使用する試験管またはセル（角型透明容器）の取扱

光電比色計は発色させた試料の濃度の都合により成分量を分析するのであるから、これに使用する試験管は常に清浄に保たねばならない。

光線の通過する試験管の下部に指紋などがついていると、その分だけが+の誤差となることに留意しなければならない。

## Ⅱ 光電比色計による比色分析について

### 1. 試薬および指示薬一覧表

分析対象	試薬または指示薬
アンモニヤ態窒素	ウインクラ-氏液 ロッシェル塩液
硝酸態窒素	フェノールジスルホン酸液 アンモニヤ水（1：2 稀釈液） 硫酸銀液 硫酸アルミニウム液
磷 酸	硝酸液（1：2 稀釈液） メタバナジン酸アンモニウム液 モリブデン酸アンモニウム液
鉄	塩酸ヒドロキシルアミン液（10%液） 0.2%ジピリジル液 無水亜硫酸ナトリウム

（注） 純水はイオン交換樹脂筒による脱塩水を使用のこと。

### 2 光電比色計による分析

発色させたそれぞれの試料を、光電比色計により吸光度を測定し、検量線の縦軸の吸光度により、横軸の濃度グラフをみて、 $me/l$ を求める方法である。

- (1) それぞれの要素の標準液を調製し、この標準液を適当にとり、4種程の濃度の異なった標準濃度液を使い、それぞれの試薬により発色させる。
- (2) 光電比色計では  $NH_4 - N$  の分析には  $425 m\mu$ 、 $NO_3 - N$ 、 $PO_4$  の分析には  $470 m\mu$ 、 $Fe$  には  $525 m\mu$  を使用し、発色した標準濃度液を所定の容器に入れて、光電比色計に挿入する。

波長は発色液に吸光され、この吸光の度が増幅されて、吸光度として目盛にあらわされる。

- (3) 濃度差により吸光度は異なるので、この吸光度をグラフの縦軸にとり、横軸に



標準液の取水  $ml$  を記入してグラフを作製する。この線を検量線という。

- (4) 次に試料を規定量取水し、試薬により発色させたものの吸光度を測定し、検量線グラフの縦軸の吸光度数に、測定した吸光度を合致させ、横軸をたどり検量線と合致した点から下方に垂線を下して、求める濃度を知る。

### 3. アンモニア態窒素 ( $NH_4 - N$ ) の比色分析

#### (1) 試薬の調製

イ 硫酸亜鉛液 (10% 液)

$ZnSO_4 \cdot 7H_2O - 10g$  を純水で  $100ml$  定容とする。

ロ 水酸化ナトリウム液

$NaOH - 25g$  を純水で  $100ml$  定容としてポリ瓶に貯える。

ハ EDTA 液

$2Na \cdot EDTA - 50g$  を水酸化ナトリウム液 ( $NaOH - 10g$  を純水  $60ml$  に溶かしたもの) に溶かし、放冷後、純水で  $100ml$  定容とし、ポリ瓶に貯える。

ニ ウィンクラー氏液

ヨウ化第2水銀  $HgI_2 - 1.0g$ 、臭化カリウム  $KBr - 5.0g$ 、水酸化ナトリウム  $- 2.5g$  を純水  $25ml$  で溶かし、さらに  $75ml$  の純水を加えて12時間以上放置して上澄液を褐色瓶にとり、ゴム栓をして冷暗所に貯える。

保存期間は冷暗所で1カ月である。

ホ ロッシェル塩液

酒石酸カリウムナトリウム  $KNaC_4H_4O_6 - 50g$  を約  $45^\circ C$  の温水  $100ml$  を加えてよく溶かし、ウィンクラー氏液  $5ml$  を加えてよく振りまぜ、数日間放置して後上澄液を褐色瓶にとり冷暗所に貯える。

#### (2) $NH_4 - N$ 標準液の調製

イ 濃硫酸入りデシケーター中で4時間乾燥した最純塩化アンモニウム  $NH_4Cl - 5.35g$  を精秤し、 $1,000ml$  定容とする。これを原液とする。

ロ 原液  $5ml$  を正確にメスピペットで  $500ml$  メスフラスコにとり純水で  $500ml$  定容とし、これを標準液とする。

この液 1 ml は  $\text{NH}_4 - \text{N} - 0.001 \text{ me}$  を含有する。本液 1 ml を試薬により発色、50 ml 定容とすれば 0.2 me/l に相当する。

(3) 標準液の発色

標準液をそれぞれ 1, 2, 3, 4 ml とり、ロッシェル塩液 1 ml、EDTA 液 2 滴を加えてよく振りまぜ最高の発色を示すまでウインクラ氏液を加え 50 ml 定容とし、10 分後比色する。

(4) 試料の発色

試料 10 ml に硫酸亜鉛液 1 ml を加え、よく混ぜてから NaOH 0.5 ml を加えて PH を約 1.05 に調節、再びよく混ぜたのち、純水で 50 ml 定容とする。

上澄液または遠心分離の上澄液を、正確に 25 ml をとり、標準液の発色に準じて発色させ、光電比色計で検量する。波長は 425 m $\mu$ 。口紙は  $\text{NH}_4 - \text{N}$  を含有しているものもあるので使用できない。

(5) (4)試料の発色は工業用排水や試料が極端に濁っている場合であるが、通常の礫耕、水耕の培養液や井戸水では試料 5 ml をとり、ロッシェル塩液 1 ml、ウインクラ氏液 4 ml を加えて発色させるだけで十分である。(米澤)

#### 4. 硝酸態窒素 ( $\text{NO}_3 - \text{N}$ ) 比色分析

(1) 試薬の調製

イ アンモニヤ (1 : 2 希釈液)

濃アンモニヤ水 1 容に対し、純水 2 容を加える。

ロ フェノールジスルホン酸液

濃硫酸 (95% 以上) を 150 ml とり、これに純フェノール  $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH} - 25 \text{ g}$  を冷却しながらかきまぜて加え、更に発煙硫酸 ( $\text{SO}_3$  15% 以上) 75 ml を冷却しながら加えて時々かきまぜ、湯煎上で 100  $^{\circ}\text{C}$  で 2 時間加熱し、熟成する。

ハ 硫酸銀液

純硫酸銀  $\text{Ag}_2\text{SO}_4 - 43,972 \text{ g}$  を精秤し、1,000 ml 定容とし褐色瓶に貯える。

本液 1 ml は塩素イオン  $\text{Cl} - 1 \text{ mg}$  に相当する。

## ニ 硫酸アルミニウム液

5 g の硫酸アルミニウム  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  を純水で溶解し、100 ml 定容とする。

### (2) 硫酸態チッソ標準液の作整

105～110℃で約4時間乾燥した特級  $\text{KNO}_3$  (硝酸カリウム) - 1,011 g を精秤して1,000 ml とし、50 ml を蒸発乾固し、フェノールジスルホン酸液 2 ml を加えて、ガラス棒で混合、完全に溶解し、純水を約100 ml 加えて稀め、500 ml メスフラスコに移し、トールビーカー内を純水でよく洗って、洗液をメスフラスコに加えた後、純水で標線まで満たして混和する。

この液 1 ml は 0.001 me の  $\text{NO}_3$  を含み長期保存にえる。本液 1 ml を試薬により発色 100 ml 定容とすれば 1 me / l に相当する。

### (3) 標準液の発色

$\text{NH}_4 - \text{N}$  の標準液の発色に準じ、標準液 4, 8, 12, 16 ml をとり、純水を加え、100 ml 定容として使用する。

### (4) 試料の発色

イ 試料 1 ml を蒸発皿にとり、蒸発乾固する。

ロ 冷却後フェノールジスルホン酸液を 2 ml 加え、内容物を完全に溶解させる。

ハ つぎに純水約 50 ml を加えてよくふりまぜ、アンモニア水を最高の黄色を呈するまで加える。約 15 ml を必要とする。

ニ つぎに 100 ml メスフラスコに発色試料を移し、更に蒸発皿内を純水で洗浄しながら、メスフラスコに注ぎ込み、純水で定容としてよく混和し光電比色計で検量する。

ホ 濃度が高い場合 (15 me 以上) は、試料 0.5 ml をとり、イ、ロ、ハ、ニ の操作に準じて発色せしめて検量する。

ヘ Cl が多量に含有されている場合

Cl が 30 ppm 以上あれば、試料 10 ml を 50 ml メスフラスコにとり、硝酸銀液 2～25 ml、硫酸アルミニウム液 10 ml を加えてよく振りまぜ、更にアンモニア水数滴を加えて純水で定容とし、よく混和して 60 分以上放置する。

この上澄液 10 ml をとり、イ、ロ、ハ、ニ、ホに準じて発色させ光電色計で検

量する。

ト 水質分析には試料 10 ml をとり、検量結果を  $\frac{1}{10}$  とする。

## 5. 磷酸 ( $\text{PO}_4$ ) の比色分析

### (1) 試薬の調製

#### イ 硝酸液

濃硝酸  $\text{HNO}_3$  - 1 容に対し、純水 2 容を加える。

#### ロ メタバナジン酸アンモニウム液

メタバナジン酸アンモニウム  $\text{NH}_4\text{VO}_3$  - 1.25 g を 250 ml の温水に溶解し、冷却後濃硝酸 10 ml を加えて、純水で 500 ml 定容とする。

ハ モリブデン酸アンモニウム  $(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  - 25 g を約 50℃ の温水 400 ml にとかし、冷却後純水で 500 ml 定容とする。

イ、ロ、ハの各液は混合してはならない。使用時各 5 ml 宛別個にとる。

### (2) 標準液の作製

110℃ で 2～3 時間乾燥した特級磷酸-カリウム  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  - 0.4537 g を精秤し、純水 400 ml、 $\text{HNO}_3$  4 ml を加えて、純水で 1,000 ml 定容とする。この液 1 ml には  $\text{PO}_4$  を 0.01 me を含む。本液 1 ml を試薬により発色、50 ml 定容とすれば 0.4 me/l に相当する。

### (3) 標準液の発色

$\text{NH}_4$ -N の標準液の発色に準じ、標準液を 5, 10, 15, 20 ml とり 純水を加えて約 25 ml としたのち、発色試薬をそれぞれ 5 ml ずつ加えてから 50 ml 定容として、10 分後比色する。

### (4) 試料の発色

試料 25 ml を 50 ml メスフラスコにとり、発色試薬を 5 ml ずつとってメスフラスコを振盪しながら加えたのち、純水で定容とし、10 分間放置して発色させ光電比色計で検量する。

## 6. 鉄 ( Fe ) の比色分析

### (1) 試料の調製

イ 塩酸ヒドロキシルアミン液 ( 5 % 液 )

塩酸ヒドロキシルアミン 5 g を純水で 100 ml とする。

ロ ジピリジル液 ( 0.2 % 溶液 )

0.2 g の  $\alpha$ - $\alpha$  ジピリジルを 10 % 酢酸液 100 ml にとかす。

ハ 無水亜硫酸ナトリウム

### (2) 標準液の作製

硫酸第一鉄アンモニウム  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  を 0.3511 g 精秤して約 400 ml の純水にとかし、これに約 6 規定硫酸 ( 濃硫酸 5 ml を純水 25 ml に少しずつ加えてうすめる ) を 10 ml 加えてから純水で 500 ml とする。この液 100 ml をとり純水で 1,000 ml 定容とする。

この液 1 ml 中には 0.01 mg の Fe を含む。本液 1 ml を試薬により発色、50 ml 定容とすれば 0.4 ppm に相当する。

### (3) 標準液の発色

50 ml メスフラスコ 5 個のうち 4 個に Fe 標準液をそれぞれ 2.5, 7.5, 10 ml ずつ正確にとり残りの 1 個には標準液を入れず、ブランクテスト用とする。

この 5 個のメスフラスコに純水を加えてそれぞれ約 25 ml としたのち、塩酸ヒドロキシアミン液 1 ml、ジピリジル液 1 ml を加え、さらに  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  粉末 0.2 g を加えたのち、純水で 50 ml 定容とし、10 分間放置する。

### (4) 試料の発色

試料 25 ml をとり、塩酸ヒドロキシルアミン液 1 ml を加え、つぎにジピリジル液 1 ml を加えさらに  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  粉末 0.2 g を加えてから 10 分間放置する。

冷後メスフラスコに移し、ビーカー内側を純水ですすぎフラスコに加え、純水で 50 ml 定容し、光電比色計を検量する。525 m $\mu$ 。

PH が 5.2 以上であれば  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  粉末を加える必要はない。

### Ⅲ 加里の炎光光度分析について

加里の分析については

硝酸コバルチ法（アンモニアの妨害を受けて+の誤差が甚だしい）

テトラフェニール硼素滴定法（試薬および操作が頗る複雑である）

があるが、炎光光度法に優るものはない。

#### (1) K標準液の調製

最純塩化カリウム（KCl）を500～600℃で40～50分間加熱後デシケータ中で放冷し、その7.455 gを精秤して純水で1,000 ml定容とする。その100 mlを純水で1,000 mlとし、更にその40 mlを1,000 ml定容としたものを標準液とする。

この1 ml中にはKとして0.0156 mgを含有する。

#### (2) 操 作

炎光光度計に通電し、圧力計を規定通りとして、ガスバルブを開きガスノズルに点火する。焰の長さは約2 mmが最適である。

焰が一定の安定に達するまでのウォーミングアップはメーカー、および器種によって異なるが、最低20分、最高40～50分を必要とするので、必ず所要時間をメーカーに確認されたい。

焰が安定すればKを全く含有しない純水を吸込チューブに吸水させ噴射させて増幅器の0点を合わせる。次にK標準液を吸水させ90に目盛り（Fine）を合わせる。これを順次3～4回行って、90の目盛りに指針が合致し、全く指針が動かぬことを確認する。

次に標準液を $\frac{1}{4}$ 、 $\frac{1}{2}$ 、 $\frac{3}{4}$ に希釈した標準液を調製したもので、それぞれ%を計量して検量線を作製する。

#### (3) 分 析

試料2.5 mlを取水し、純水で100 ml定容としたものを吸水させ%により定量

する。

(注) (1) 試料 2.5 ml を純水で 100 ml 定容としたものが 90 % を示したとすれば、その濃度は 16 me/l に相当する。

(2) 標準液を  $\frac{1}{4}$ ,  $\frac{1}{2}$ ,  $\frac{3}{4}$ , 1 に希釈した場合、濃度により検量線は直線とはならず  $\frac{1}{2}$ ,  $\frac{3}{4}$  が少し + の方に傾くことがある。

(3) 最高濃度の 100 % とせず、90 % として使用するのは、100 % 以上に指針が振り切れると光電管を損傷することがあるからである。

#### (4) 分析後の処置

分析終了後は吸込チューブに純水を少くとも 3 分間以上吸水させて噴射ガラス器具内を十分洗浄しなければならない。これを怠ると目詰りや噴射ガラス器具内が汚染する。

吸込チューブは不使用時純水槽より引き抜いておかねばならない。

## Ⅳ 石灰 (Ca)・苦土 (Mg)・塩分 (Cl) の滴定分析について

### 1. 石灰 (Ca) の滴定分析

Ca、Mg の EDTA 液による定量分析については、磷酸根  $\text{PO}_4^{3-}$  の妨害が著しいので試料を陰イオン交換樹脂カラムを通し、 $\text{PO}_4^{3-}$  を除いた試料を使用すれば正確な滴定値が得られる。

なお、Ca、Mg、Cl の分析には、必ずマグネチックスターラーを使用すること。ビーカーを手でふりながら滴定するとプラスの誤差を生じる。

#### (1) 試薬の調製

##### ① 8 N・KOH 液 (PH 13 緩衝液)

44.8 g の水酸化カリウム KOH を純水で 100 ml 定容とする。

##### ② 5% 塩酸ヒドロキシルアミン液

塩酸ヒドロキシルアミン 5 g を純水で 100 ml とする。

##### ③ 5% いんぺい用トリエタノールアミン

いんぺい用トリエタノールアミン 5 ml を純水で 100 ml 定容とする。

##### ④ NN 指示薬

市販のドータイト NN 希釈粉末を使用するか、

NN 指示薬純末を 0.5 g とり無水硫酸ナトリウムもしくは、硫酸加里 50 g と混合し、十分すりつぶして使用する。

##### ⑤ 0.005 M・EDTA 標準液

80℃ で 5～6 時間乾燥した特級 2 Na・EDTA の 1.86 g を精秤し、純水で 1,000 ml 定容として、ポリ瓶に貯える。

(力価標定は省略する。)

この標準液 1 ml は正確に調製された場合  $\text{Ca } 1 \text{ ml} = \text{Ca } 0.2004 \text{ mg}$

$\text{Mg } 1 \text{ ml} = \text{Mg } 0.12156 \text{ mg}$  に相当する。

#### (2) 操 作

- ① 試料 10 ml をトルビーカーにとり、純水約 100 ml、8 N・KOH 液 4 ml を加えてときどきかくはんしながら 3～5 分放置する。



- ② つぎに5%塩酸ヒドロキシルアミン液、5%いんぺい用トリエタノールアミンを、それぞれ約4滴、NN指示薬希釈粉末約0.1gを加え、標準液で滴定する。滴定終点の変色は赤→赤紫→青
- ③ 8N・KOH液を加えたときに生ずる白濁沈澱が少くないときは、①、②の操作を予備試験とし、別のトールビーカーに試料10mlをとり、②の滴定値より約1ml少ない標準液を加え、つぎに8N・KOH液4mlを加え、よく振り混ぜたのち3～5分放置し、②の操作にしたがって滴定する。

$$\text{Caのme}/\ell = \text{標準液消費量ml}$$

(注)

- (イ) 手動ビューレット内の残液は廃棄し、使用の都度注入する。
- (ロ) 自動ビューレット使用の際は、標準液はポリ瓶に入れ、標準液に浸されている自動ビューレット下部のガラス部分は切り捨て、ポリチューブに取替えると共に、使用後の自動ビューレット内の標準液は廃棄する。
- (ハ) Ca, Mgの水質分析には試料50mlをとり、分析結果を $\frac{1}{5}$ とする。
- (ニ) 塩酸ヒドロキシルアミン……3価の金属を2価に還元する。
- (ホ) いんぺい用トリエタノールアミン…… $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{3+}$ などと安定なキレート化合物を生成するので滴定の際妨害されない。
- (ヘ) 重金属を含有した工場用排水には $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ などが多量に含有されているので、この水質分析には5% KCN (シアン化加里…青酸加里) を使用して、いんぺいしなければならぬが培養液やかん水用水、農業用土壌の分析には使用しなくても十分正確な分析結果が得られている上、使用上の危険も考えられるので、KCNは使用しないこととした。
- (米澤)

## 2 苦土 ( Mg ) の滴定分析

### (1) 試薬の調製

#### ① BT指示薬

市販のドータイト液状ユニバーサルBT指示薬を使用するか、BT粉末0.5g、塩酸ヒドロキシルアミン0.5gにメタノール100mlを加えたものを使用する。(暗赤色)

#### ② PH 10 緩衝液

塩化アンモニウム  $\text{NH}_4\text{Cl}$  - 67.5g にアンモニア水 570ml を加え、純水

で1,000 ml とする。但し市販BT指示薬を使用するときは、PH 10 緩衝液は使用しない。

③ 5% 塩酸ヒドロキシルアミン液

塩酸ヒドロキシルアミン5 g を純水で100 ml とする。

④ 5% いんぺい用トリエタノールアミン

いんぺい用トリエタノールアミン5 ml を純水で100 ml 定容とする。

(2) 操 作

① 試料10 ml、市販BT指示薬3滴をトールビーカーにとり、純水約100 ml、5%塩酸ヒドロキシルアミン液を、それぞれ数滴加えてよく振りまぜる。

または試料10 ml、BT指示薬2～3滴に、純水約100 ml、PH 10 緩衝液約1 ml、5%塩酸ヒドロキシルアミン液、5%いんぺい用トリエタノールアミンを、それぞれ約4滴加えてよく振りまぜる。

② つぎに標準液により、石灰の分析操作に準じて滴定する。

紫色に変色すれば、その後は1滴、1滴正確に滴定しなければ、終点の変色が速かなので、プラスの誤差を生じる。

滴定終点の変色

赤 → 赤紫 → 青

Mg の  $\text{me}/\ell = (\text{苦土の標準液消費量ml} - \text{石灰の標準液消費量ml})$

### 3. 塩分 (CI) の滴定分析

(1) 試薬の調製

① 1N重炭酸ナトリウム液 (PH緩衝液)

重炭酸ナトリウム  $\text{NaHCO}_3$  - 8.4 g を純水で100 ml 定容とする。

② クロム酸カリウム液 (5%液)

クロム酸カリウム  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  - 5 g を純水で100 ml 定容とし、上澄液を使用する。

③ 0.01 N硝酸銀液

濃硫酸入りデシケーター中で4時間乾燥した硝酸銀  $\text{AgNO}_3$  - 1.7 g を純水で100 ml 定容とし、褐色ポリ瓶に貯える。

(力価評定は省略)

(2) 操 作

- ① 試料のPHが6.5以下であれば、1N重炭酸ナトリウム液を試料10 ml ごとに1～2滴加えてよく振りまぜ、PHを7前後とする。
- ② 試料10 ml を、それぞれ2個の磁製皿にとり、純水40 ml を加える。
- ③ クロム酸カリウム液をそれぞれ4滴加えてよく振りまぜる。
- ④ 硝酸銀液で石灰(Ca)分析操作の②～④項に準じて行なうが、
  - (イ) 滴定による変色は黄→白濁→永生の微赤褐色沈澱
  - (ロ) 試料が白濁すれば、半滴、半滴確実に滴下してよく振りまぜないと、反応が緩慢なので、滴下しすぎることもある。
- ⑤  $C1 \cdots \cdots 0.01 \text{ N硝酸銀液 } ml \times 35,453 \text{ ppm}$
- ⑥ 水質分析には試料50 ml をとり、クロム酸カリウム液5滴を加え、滴定値を $\frac{1}{5}$ とする。

(3) 注 意

必ず使用した純水と、同量の純水を用いてブランク・テストを行い、消費した0.01N硝酸銀液 ml を差引くこと。

## V 土 壤 分 析 法

### 1. 土 壤 の 採 取 と 乾 燥

分析対象の一は場の表土約 5 cm を竹べら等で取り除き必要に応じて約 10 cm、20 cm、30 cm と所要深度の土壌を約 10 カ所以上から均等量を新しいポリエチレン袋にとり 300 ~ 500 g として密封する。

分析室に持ち帰った土壌はナガサト式遠赤外線乾燥器により乾燥し、2 mm 目フルイでふるって根、石等の異物を取除く。

### 2 PH の 測 定

#### (1) 抽出液

(イ) 脱塩水

(ロ) IN・KCl 液

130℃で5時間乾燥した KCl - 74,555 g を無炭酸脱塩水で 1,000 ml 定容とする。

#### (2) PH測定器具

PH指示薬またはPHメーター

#### (3) 操 作

試験管に乾土を 2 mm 目フルイに通した土壌 20 g をとり、(2本使用する)脱塩水、IN・KCl をそれぞれ 50 ml 加えて、約 15 分間振とう器により振とうして 30 分以上静置する。

この際懸濁液の温度は 15 ~ 20℃ に保つことが望ましい。

PH指示薬を使用するときは、上澄液を駒込ピペットで所定量採取し、所定の標準管比色を行なう。

PHメーターの場合は、約 15 分間振とう器により振とうしビーカーに移し、軽くかきまぜて測定する。

#### (4) 記 録

測定値は必ず PH 5.6 (H<sub>2</sub>O)、PH 5.3 (KCl) 等と記しておく。通常 KCl 抽出液による PH は、H<sub>2</sub>O による PH よりも酸性度が強い。

(注) PHについてはナガサト栽培テキスト、シリーズ(PH)を参照されたい。

### 3 アンモニヤ態窒素(NH<sub>4</sub>-N)の定量分析

- (1) 乾土 20 g をとり、1N・KCl 50 ml を加え、15 分間振とう器により振とうする。通常PH値測定後の上澄を利用する。
- (2) 上澄液または遠心分離の上澄液 1 ml を微量拡散分析ユニットの外室にとり、炭酸カリウム過飽和溶液上澄液 1 ml を加え、内室に 0.1 NH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 ml を加え、フタをし、静かに外室の液が混じるように左右に傾け、室温で 1 時間放置する。  
内室に NH<sub>4</sub>-N を含まない純水を加えて 駒込ピペットで 50 ml ビーカーに移し、これを数回くりかえしたのち、純水を加えて約 25 ml とする。
- (3) この液にロッシェル塩液 4 滴、ウインクラ-氏液 2 ml を加え、純水で 50 ml 定容とし、10 分後比色する。
- (4) 土壌 0.4 g 中に含有される NH<sub>4</sub>-N 量を示す。

ここに、

$$20 \text{ g} \times \frac{1 \text{ ml}}{50 \text{ ml}} = 0.4 \text{ g}$$

$$\frac{\text{吸光度数}}{0.170} \times 1.25 = y \text{ mg} / 100 \text{ g}$$

(注) (1) 炭酸カリウム過飽和溶液……炭酸カリウムは 20℃ の水 100 ml に 112 g 溶解するので、炭酸カリウム 200 g を 250 ml のポリ瓶に入れ、純水 100 ml を加えてよくふりまぜる。この時発熱するので、冷水にポリ瓶をひたしながら行う。炭酸カリウムの沈澱が底になくれば適宜炭酸カリウムを追加する。

(2) 0.1 N・H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ……市販されている。

### 4 硝酸態窒素(NO<sub>3</sub>-N)の定量分析

#### (1) 抽出液

(イ) 1N・CuSO<sub>4</sub>・5H<sub>2</sub>O (硫酸銅液)

CuSO<sub>4</sub>・5H<sub>2</sub>O - 249.6783 g を脱塩水で 2 l 定容とする。

(ロ) CuSO<sub>4</sub> 液、純水約 900 ml に硫酸銀 3 g を加えて溶かし、1N・CuSO<sub>4</sub> の 20 ml を加えて純水で 1,000 ml 定容とする。

(イ)  $\text{Ca}(\text{OH})_2 + \text{CaCO}_3$  混合粉末

$\text{Ca}(\text{OH})_2$  と  $\text{CaCO}_3$  を 1 : 2.5 の割合で乳鉢でよく混和する。

(2) 操作

(イ) 乾土 10 g に  $\text{CuSO}_4$  液 50 ml を加え、10 分間振とうする。

混合粉末を 0.7 g 加え、5 分間振とうし、定量濾紙 (5 種 A) で濾過、最初の 20 ml は捨てる。

(ロ) 濾液 10 ml を定法により、蒸発乾固し、フェノールジスルホン酸液 2 ml で溶解、水約 50 ml を加えて、アンモニア水 (1 : 2) を最高の呈色を示すまで加えた後 100 ml 定容とし、光電比色計で検量する。

ここに、

$$10 \text{ g} \times \frac{10 \text{ ml}}{50 \text{ ml}} = 2 \text{ g}$$

$$x \text{ me/l} \times 0.7 \text{ mg} = y \text{ mg} / 100 \text{ g}$$

## 5. 燐酸全量の定量分析 $\text{P}_2\text{O}_5$

(1) 抽出液

$\text{HCl}$  (1 : 1)

(2) 操作

(イ) 乾土 5 g に  $\text{HCl}$  1 ml、脱塩水約 20 ml を加えて、約 3 分間煮沸後活性炭素 0.1 g を加えよく振りまぜて 10 分間放置する。

(ロ) 定量濾紙 Na. 7 で濾過、沈澱を脱塩水約 5 ml で 2 回洗浄濾過し 50 ml 定容とする。

(ハ) この液 10 ml に発色試薬各 5 ml を加え、脱塩水で 50 ml 定容とし、10 分間放置後比色する。

$$x \text{ me/l} \times 59.082 \text{ mg} = y \text{ mg} / 100 \text{ g}$$

## 6. アンモニア、燐酸吸収係数

(1) 試薬

燐酸 2 アンモン  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  の 2.5 % 液をリン酸を用いて PH を正確に 7.0

とする。

## (2) 操 作

(イ) 乾細土 100 g に磷酸 2 アンモン液 200 ml を加え、ときどき振とうして 24 時間経過後、遠心分離する。

(ロ) 上澄液を脱塩水で 200 ml 定容とし、

磷酸 2 アンモン液 5 ml、この液 5 ml をそれぞれ 50 ml メスフラスコにとり、脱塩水約 20 ml を加え定法により発色せしめ 50 ml 定容として 30 分間放置後、比色してその差の 100 分率を吸収係数とする。

・磷酸吸収係数は

(ロ) に準じ、磷酸 2 アンモン液 5 ml、この液 5 ml をとり、脱塩水約 20 ml を加え、発色試薬各 5 ml を加えて 50 ml 定容とし、10 分間放置後、比色してその差の 100 分率を吸収係数とする。

(注) 脱色用の活性炭素は和光純薬 KK 製を指定する。それ以外のメーカー品はブランク。テストの結果殆んどが活性炭素そのものに磷酸が含有されており、+ の誤差を与えている。(米澤)

## 7. 加里 ( $K_2O$ )、石灰 ( $CaO$ )、苦土 ( $MgO$ )、可給態鉄 ( $Fe$ ) の定量分析

### (1) 抽出液

酢酸ナトリウム  $NaC_2H_3O_2 \cdot 3H_2O$  の 10% 溶液を酢酸  $CH_3COOH$  で正確に PH 5.2 とする。

(2) 乾土 20 g に抽出液 50 ml を加え、15 分間振とう器で振とうして定量濾紙 No. 5 A で濾過する。

### (イ) 石灰・苦土の分析

濾液 5 ml に対し定法により Ca、Mg の滴定分析を行なう。

滴定値は土壌 2 g 中の Ca、Mg 含有量を示す。

ここに、

$$20 \text{ g} \times \frac{5 \text{ ml}}{50 \text{ ml}} = 2 \text{ g}$$

$$\text{CaO} \cdot \text{M} / 200 \text{ EDTA } x \text{ ml} \times 14.03 = y \text{ mg} / 100 \text{ g}$$

$$\text{MgO} \cdot \text{M} / 200 \text{ EDTA } x \text{ ml} \times 10.08 = y \text{ mg} / 100 \text{ g}$$

(ロ) 加里の分析

濾液 2.5 ml に純水を加え、100 ml 定容として炎光光度計により me/l を検量する。

ここに、

$$x \text{ me/l} \times 4,692 \text{ mg} \times 2.5 = y \text{ mg} / 100 \text{ g}$$

$$(11.73)$$

(ハ) 可給態鉄の分析

(i) 濾液 10 ml (または 20 ml) を取水し、5% 塩酸ヒドロキシルアミン液約 1 ml、 $\alpha - \alpha$  ジピリジル液 1 ml を加えて発色させ、50 ml 定容とし 10 分間放置して検量する。

(ii) 濾液が黄褐色に着色していれば、アンモニア水 (1 : 2) を約 2 ~ 3 ml 加えて、アンモニア、アルカリ性とし、煮沸 (2 ~ 3 分間) して水酸化鉄として沈澱させ、ろ紙 No. 5 A でろ過し、沈澱を塩酸 (1 : 2) 10 ml で溶解し、PH 5.5 緩衝液 (20% 酢酸ナトリウム液を酢酸を加えて PH 5.5 とする) 10 ml を加え、次に 5% 塩酸ヒドロキシルアミン液約 1 ml、 $\alpha - \alpha$  ジピリジル液約 1 ml を加えて発色させる。

(iii) この処理によっても黄褐色が除去できない場合は、 $\alpha - \alpha$  ジピリジル液を加えて発色させる前に、ろ液を 50 ml 定容としてブランクテストを行い、次に  $\alpha - \alpha$  ジピリジル液を 1 ml 正確に加えて発色させる。

ここに、

$$10 \text{ ml 取水のとき } \frac{\text{吸光度}}{2.78} \times 2 = y \text{ mg} / 100 \text{ g}$$

$$20 \text{ ml 取水のとき } \frac{\text{吸光度}}{2.78} = y \text{ mg} / 100 \text{ g}$$

(iii) のとき

$$y \text{ mg} \times \frac{51}{50} = \text{mg} / 100 \text{ g}$$



## 8. 鉄（全 Fe）の定量分析

### 操 作

乾土 5 g に HCl (1 : 1) 1 ml、純水 約 20 ml を加え、約 5 分間煮沸し、定量口紙 No. 5 A で口過する。口液を純水を加えて 50 ml 定容とし、その 10 ml に対し、可給態鉄に準じて発色させる。

(注) 可給態鉄、全鉄の分析に、脱色用として活性炭素を使用してはならない。すべての分析用活性炭素には鉄が含有されており、この活性炭素中の鉄は完全に除去することは不可能である。(米澤)

## 9. 塩素（Cl）の定量分析

乾土 10 g に純水 50 ml を加えて 15 分間しんとうし、口紙 No. 5 A で口過、この 5 ml に対し、純水 40 ml を加えて、以下塩素分析法により 0.01 N 硝酸銀液で滴定する。

$$0.01 \text{ N 硝酸銀液 } ml \times 35.453 = y \text{ mg} / \text{乾土 } 100 \text{ g}$$

## VI みかんの酸度分析について

### 1. 試薬の調製

N/10、NaOH

0.1% フェノールフタレイン液

いずれも無炭酸純水を使用のこと

### 2. 操作

幼果の場合、果汁 2 ml、熟果では 5 ml にフェノールフタレイン液 3 滴を加えて N/10 NaOH で中和滴定を行なう。磁器皿を使用する。

終点 → 微紅色が 30 秒消滅しない点

### 3.

$$\text{クエン酸}\% = \text{N}/10 \text{ NaOH ml} \times F \times 0.0064 \\ \times 100 \text{ ml}/\text{果汁 ml}$$

(注) N/10 NaOH ml = クエン酸 0.0064 g

但し F = 1

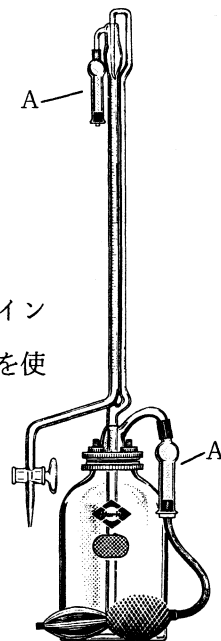
果汁が着色し、滴定終点が鮮明を欠く場合は、脱塩水 10 ~ 20 ml を加える。但し、添加した同量の脱塩水に対し、ブランクテストを行ない、補正する。

果汁 5 ml のときクエン酸% = N/10 NaOH ml × F × 0.128

" 2 ml " = N/10 NaOH ml × F × 0.322

(注) (1) N/10・NaOH液は市販されている。

(2) 酸度滴定用自動ビューレット……Aはカルシウム管を示す。この中にソーダライムを充填し、外気のCO<sub>2</sub>がビューレット内に浸入し、N/10・NaOH液に吸収されてN/10・NaOHのアルカリ度を減少させないようにしなければならない。ソーダライムはCO<sub>2</sub>吸収剤である。1年1回使用期直前に必ず取替えること。



酸度滴定用  
自動ビューレット

## VII 分析試薬一覧表

(すべて試薬は特級であることが望ましい)

No. 1

試 薬 名	備 考	試 薬 名	備 考
NH <sub>4</sub> -N用		K用	
○硫酸亜鉛		塩化加里 (標)	
水酸化ナトリウム		Ca・Mg用	
○2Na・EDTA		水酸化加里	
①ヨウ化第2水銀		・塩酸ヒドロキシル・アミン	
臭化カリウム		いんぺい用トリエタノールアミン	
酒石酸カリウム・ナトリウム		①NN指示薬	
塩化アンモニウム (標)		硫酸加里	
NO <sub>3</sub> -N用		・2Na・EDTAまたは	
濃アンモニア水		0.1M-EDTA標準液	
濃硫酸		①BT指示薬	
フェノール (石炭酸)		メタノール	
発煙硫酸		・塩化アンモニウム	
①硫酸銀		・濃アンモニア水	
硫酸アルミニウム		C1用	
硝酸カリウム (標)		①重炭酸ナトリウム	
PO <sub>4</sub> -P用		①クロム酸加里	
硝 酸		①硝酸銀または	
①メタバナジン酸アンモニウム		0.1M硝酸銀液	
リン酸一加里 (標)		(土壌分析用)	
Fe用		PH用	
①塩酸ヒドロキシルアミン		・塩化加里	
1g α-αジピリジル		NH <sub>4</sub> -N用	
硫酸第一鉄アンモニウム (標)		炭酸加里	
・濃硫酸		0.1N-硫酸	
○無水亜硫酸ナトリウム			

(在庫整理用又は棚卸用に利用されたい)

●……標準液作製用を示す。当社で作製するか、又は検量線を作成するので購入の必要はない。

・印…既出    ○印…出来れば購入する    ⊕は 25 g 入り    他は 500 g    No.2

試 薬 名	備 考	試 薬 名	備 考
NO <sub>3</sub> -N用			
硫酸銅			
消石灰			
沈降性炭酸カルシウム			
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 用			
塩 酸			
NH <sub>4</sub> -N・P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 吸収係数用			
○リン酸 2 アンモニウム			
○リン酸			
K <sub>2</sub> O・CaO・Mg 用			
酢酸ナトリウム			
酢 酸			
可給態鉄用			
(特にない)			
全鉄用			
(特にない)			
C1 用			
(特にない)			
みかん酸度用			
0.1 N・水酸化ナトリウム			
フェノールフタレイン			

参考資料 - 1

1961 モントリオール国際化学連合総会承認

国際原子量表抜粋

元素名	記号	原子量	元素名	記号	原子量
アルミニウム	Al	26.9815	マグネシウム	Mg	24.312
バリウム	Ba	137.34	マンガン	Mn	54.9381
ビスマス	Bi	208.980	水銀	Hg	200.59
ホウ素	B	10.811	モリブデン	Mo	96.94
カリシウム	Ca	40.08	窒素	N	14.0067
炭素	C	12.01115	酸素	O	15.9994
塩素	Cl	35.453	リン	P	30.9738
クローム	Cr	51.996	カリウム	K	39.102
コバルト	Co	58.9332	ケイ素	Si	28.086
銅	Cu	63.54	ナトリウム	Na	22.9898
フッ素	F	18.9948	イオウ	S	32.064
水素	H	1.00797	バナジウム	V	50.942
ヨウ素	I	126.9044	亜鉛	Zn	65.37
鉄	Fe	55.847	銀	Ag	107.870
鉛	Pb	207.19			

## 参考資料 - 2

### 濾紙および濾過器特性

#### 1. 濾紙 濾水時間…… 100 ml × 秒

種類	濾水時間 (秒)	沈澱保持性 (下記沈澱の濾液が透明となること)		適用範囲
1 種	80 以下	水酸化鉄	定 性	粗大ゼラチン状沈澱用
2 種	120 "	硫酸鉛		中位の大きさの沈澱用
3 種	300 "	硫酸バリウム		微細沈澱用
4 種	1800 "	硫酸バリウム		微細沈澱用の硬質濾紙沈澱るかき集める硬さ必要
5	A	70 "	定	粗大ゼラチン状沈澱用
	B	240 "		中位の大きさの沈澱用
	C	720 "		微細沈澱用
6 種	480 "	硫酸バリウム		微細沈澱用の薄い濾紙

#### 2. ガラスロート

No.	細孔の大きさ $\mu$
G 1	120 ~ 100
G 2	50 ~ 40
G 3	30 ~ 20
G 4	10 ~ 5

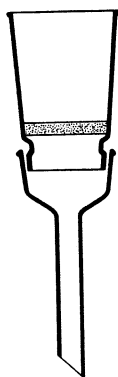
11 G 4 …… とはブフナー濾斗型  
ガラス濾過器の 11 号のもので細  
孔が 10 ~ 5 のものを示す。

型	るつぼ型		ブフナー型			
No.	1	2	3	11	17	25
濾板の径	30 ± 2	40 ± 2	30 ± 2	40 ± 2	65 ± 2	90 ± 3
容量 $ml$	30	50	30	60	140	450

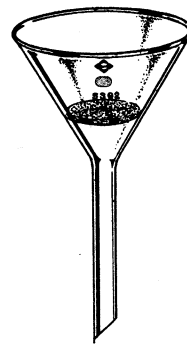
型	るつぼ型		ブフナー型			
No.	26	51	51	52	53	54
濾板の径	110 ± 5	130 ± 5	18 ± 1	23 ± 1	30 ± 1	32 ± 1
容量 $ml$	750	1200	15	40	70	70



るつぼ型



ブフナー型



ロート型