

12 試験紙による肥料成分の検出

齋藤晴文¹, 五十嵐総一², 佐久間健太¹, 橋本良美¹, 田丸直子¹, 平田絵理香³,
添田英雄³, 白井裕治¹

キーワード 定性試験, 定性試験紙, 肥料, アンモニア性窒素, 硝酸性窒素, リン酸, 加里

1. はじめに

従来, 独立行政法人農林水産消費安全技術センター (FAMIC) が実施してきた肥料の定性法は, 分析機器の測定と異なり, 経験及び知識による判定となり, 特殊な技術が必要である。

このことから, 今回, 市販のアンモニウムイオン, 硝酸イオン, リン酸イオン及びカリウムイオンを検出する試験紙について, アンモニア性窒素, 硝酸性窒素, リン酸及び加里の定性試験法としての利用の可否について検討した。

2. 材料及び方法

1) 供試試料

流通しているなたね油かす及び魚かすを目開き 1 mm のふるいを全通するまで粉砕したもの並びに流通肥料 (普通肥料 12 銘柄, 汚泥肥料 6 銘柄) を試料として用いた。また, 添加試験に用いた硫酸アンモニア, 塩化加里及び硝酸石灰並びにカリウムイオン用試験紙の偽陽性の原因の確認試験に用いた塩化アンモニア, 硫酸アンモニア, リン酸一アンモニア及びリン酸二アンモニアについては, 試薬を肥料の代わりに用いた。

なお, 機器分析により求めた流通肥料中の成分含量は表 1 のとおり。

2) 試薬

- (1) 水: JIS K0557 に規定する A3 の水
- (2) くえん酸溶液: 特級 (関東化学) のくえん酸一水和物 20 g を水に溶かして 1000 mL とした。
- (3) 塩酸: 有害物質分析用 (和光純薬工業)
- (4) 28 % アンモニア水: 特級 (関東化学又は和光純薬工業)
- (5) 硫酸ナトリウム: 残留農薬試験・PCB 試験用 (関東化学)

3) 器具及び装置

- (1) 試験紙: 試験に用いた試験紙, その検出対象イオン及びその測定濃度範囲は表 2 のとおり。

¹ 独立行政法人農林水産消費安全技術センター肥飼料安全検査部

² 独立行政法人農林水産消費安全技術センター福岡センター (現) 長崎県北振興局農林部

³ 独立行政法人農林水産消費安全技術センター福岡センター

(2) 100 mL 三角フラスコ

(3) 10 mL ポリエチレンテレフタレート製チューブ

表1 流通肥料の機器分析値

(質量分率 %)

	肥料の種類	アンモニア 性窒素	硝酸性 窒素	水溶性 りん酸	水溶性 加里	く溶性 りん酸	く溶性 加里	塩酸可溶 性りん酸	塩酸可溶 性加里
グループ A ^{c)}	過りん酸石灰	— ^{a)}	—	12.3	—	—	—	—	—
	熔成りん肥	—	—	—	—	20.3	0.1	20.2	0.2
	けい酸加里肥料	—	—	—	—	0.3	19.1	0.3	20.4
	なたね油かす	N.D. ^{b)}	N.D.	0.4	1.2	0.9	1.4	0.9	1.5
	魚かす	0.2	N.D.	0.9	1.3	6.4	1.3	6.6	1.4
グループ B ^{d)}	指定配合肥料①	6.5	N.D.	12.3	7.7	—	—	—	—
	指定配合肥料②	4.1	0.03	6.4	6.5	—	—	—	—
	化成肥料	6.3	0.07	5.1	11.5	—	—	—	—
	硫酸苦土肥料	N.D.	N.D.	N.D.	0.1	—	—	—	—
	鉍さいけい酸質肥料	N.D.	N.D.	N.D.	0.1	—	—	—	—
グループ C ^{e)}	混合りん酸肥料	—	—	—	—	4.7	0.4	4.9	0.4
	鉍さいけい酸質肥料	—	—	—	—	0.1	0.4	0.2	0.4
	熔成りん肥	—	—	—	—	20.2	0.2	20.3	0.2
	成形複合肥料	—	—	—	—	10.7	11.3	10.6	11.4
グループ D ^{f)}	汚泥発酵肥料①	N.D.	N.D.	0.1	0.3	0.6	0.5	0.7	0.5
	汚泥発酵肥料②	0.4	N.D.	0.7	2.0	1.8	2.6	1.9	2.6
	汚泥発酵肥料③	N.D.	0.27	0.5	1.6	3.0	1.9	3.1	1.8
	工業汚泥肥料①	0.2	N.D.	0.4	0.2	4.5	0.3	4.8	0.3
	工業汚泥肥料②	0.5	N.D.	0.6	0.2	3.0	0.3	3.2	0.3
	し尿汚泥肥料	0.2	N.D.	0.6	0.3	1.3	0.4	1.3	0.4

a) 機器分析実施せず

b) 定量下限未満

c) 添加試験に用いた試料

d) 流通肥料(普通肥料)の試験(水による抽出)に用いた試料

e) 流通肥料(普通肥料)の試験(くえん酸溶液による抽出)に用いた試料

f) 流通肥料(汚泥肥料)の試験(水、くえん酸溶液及び塩酸(1+23)による抽出)に用いた試料

表2 試験に用いた試験紙, その検出対象イオン及びその測定濃度範囲

試験紙の種類	検出対象イオン	測定濃度範囲(mg/L)
MQuant TM Ammonium Test	アンモニウムイオン	10 ~ 400
MQuant TM Nitrate Test	硝酸イオン	10 ~ 500
QUANTOFIX [®] Nitrate/Nitrite		10 ~ 500
MQuant TM Phosphate Test	りん酸イオン	10 ~ 500
MQuant TM Potassium Test	カリウムイオン	250 ~ 1500
QUANTOFIX [®] Potassium		200 ~ 1500

4) 試験方法

(1) 抽出

(i) 水による抽出

ア 調製肥料

硫酸アンモニア、塩化加里及び過りん酸石灰のうち2種類を2.5 g ずつ秤量し、100 mL 三角フラスコに入れ、水平方向に振り混ぜ混合した。採取量の約20倍量の水を加え30秒間振り混ぜ試料溶液とした。

イ 調製肥料以外

分析試料0.5~5 gをはかりとり、10 mL ポリエチレンテレフタレート製チューブ又は100 mL 三角フラスコに入れた。採取量の約20倍量の水を加え30秒間振り混ぜ試料溶液とした。必要に応じてろ過した。

(ii) くえん酸溶液及び塩酸(1+23)による抽出

ア 調製肥料

硫酸アンモニア、塩化加里及び過りん酸石灰のうち2種類を2.5 g ずつ秤量し、100 mL 三角フラスコに入れ、水平方向に振り混ぜ混合した。採取量の約20倍量のくえん酸溶液又は塩酸(1+23)を加え、30秒間振り混ぜ又は1時間適宜振り混ぜ試料溶液とした。

イ 調製肥料以外

分析試料0.5~5 gをはかりとり、10 mL ポリエチレンテレフタレート製チューブ又は100 mL 三角フラスコに入れ、採取量の約20倍量のくえん酸溶液又は塩酸(1+23)を加え、30秒間振り混ぜ又は1時間適宜振り混ぜ試料溶液とした。必要に応じてろ過した。

(2) 定性反応操作及び判定

(i) アンモニウムイオン

試料溶液約5 mLを10 mLのプラスチック製チューブに入れ、付属の試薬10滴を加えて振り混ぜ、試験紙の反応部分をこの試薬液中に3秒間入れた。試験紙を取り出した後余分な水分を除き、10秒間静置した。試験紙が橙色に発色した場合、試料溶液にアンモニウムイオンが含まれていると判定した。

(ii) 硝酸イオン

試料溶液に試験紙の反応部分を1秒間入れ、試験紙を取り出した後余分な水分を除き、1分間静置した。試験紙が紫色に発色した場合、試料溶液に硝酸イオンが含まれていると判定した。

(iii) りん酸イオン

試料溶液に試験紙の反応部分を1秒間入れ、試験紙を取り出した後余分な水分を除き、付属の試薬1滴を試験紙の反応部に落とし、15秒間待った。余分な水分を除いた後、60秒間静置し、試験紙が藍色に発色した場合、試料溶液にりん酸イオンが含まれていると判定した。

(iv) カリウムイオン

ア MQuant™ Potassium Test

試料溶液に試験紙の反応部分を1秒間入れ、試験紙を取り出した後余分な水分を除き、付属の試薬1滴を試験紙の反応部に落とし、試験紙が橙色に発色した場合、試料溶液にカリウムイオンが含まれていると判定した。

イ QUANTOFIX® Potassium

試料溶液に試験紙の反応部分を1秒間入れ、試験紙を取り出した後余分な水分を除き、10 mL ポリエチレンテレフタレート製チューブに入れた付属の試薬に試験紙の反応部分を60秒間入れた。試験紙が橙色に発色した場合、試料溶液にカリウムイオンが含まれていると判定した。

3. 結果及び考察

1) 添加試験の結果(水による抽出)

なたね油かす、魚かす及び調製肥料に、硫酸アンモニア、硝酸石灰、過りん酸石灰及び塩化加里を、0.5 %及び2.0 % (質量分率、以下同じ。)相当量を添加し、2の4)(1)(i)水による抽出を行った溶液について2の4)(2)の各操作を実施した結果を表3及び写真1~6に示した。

添加試験ではMQuant™とQUANTOFIX®の定性結果は一致した。

硫酸アンモニア及び硝酸石灰の添加試験では、0.5 %、2.0 %ともにアンモニウムイオン及び硝酸イオンの定性反応を示した。(写真1~3)

過りん酸石灰の添加試験では、0.5 %、2.0 %ともにりん酸イオンの定性反応を示した。ただし、水溶性りん酸を多く含む魚かすについては、過りん酸石灰を添加しなくてもりん酸イオンの定性反応を強く示したため、添加の影響を確認出来なかった。(写真4)

塩化加里の添加試験では、水溶性加里を多く含むなたね油かす及び魚かすについて、塩化加里を添加しなくてもカリウムイオンの定性反応を強く示したため、添加の影響を確認出来ず、水溶性加里を含まない調製肥料においても、塩化加里を添加しなくてもカリウムイオンの定性反応を強く示したため、添加の影響を確認出来なかった。なお、肥料に添加したのと同量の試薬を水に加えたブランク試験において、0.5 %相当量(メーカー推奨測定対象範囲未満)の添加区では、カリウムイオンの定性反応を示さなかった。(写真5及び6)

表3 添加試験の結果(水による抽出)

添加成分 (検出対象イオン)	添加割合 (%) ^{a)}	ブランク	なたね油 かす	魚かす	調製肥料 (①+② ^{b)})	調製肥料 (②+③ ^{b)})	調製肥料 (①+③ ^{b)})
硫酸アンモニア (アンモニウム イオン)	2.0	+ ^{c)}	+	+	N.E. ^{d)}	+	N.E.
	0.5	+	+	+	N.E.	+	N.E.
	0	-	+ -	+ -	N.E.	-	N.E.
硝酸石灰 (硝酸イオン)	2.0	+	+	+	N.E.	+	N.E.
	0.5	+	+	+	N.E.	+	N.E.
	0	-	-	-	N.E.	-	N.E.
過りん酸石灰 (りん酸イオン)	2.0	+	+	+	N.E.	N.E.	+
	0.5	+	+	+	N.E.	N.E.	+
	0	-	+	+	N.E.	N.E.	-
塩化加里 (カリウムイオン)	2.0	+	+	+	+	N.E.	N.E.
	0.5	-	+	+	+	N.E.	N.E.
	0	-	+	+	+	N.E.	N.E.

a) 質量分率

b) ① 硫酸アンモニア, ② 過りん酸石灰, ③ 塩化加里, 混合割合は1:1

c) +: 定性試験陽性, +-: 定性試験陽性(微弱), -: 定性試験陰性

d) 試験実施せず

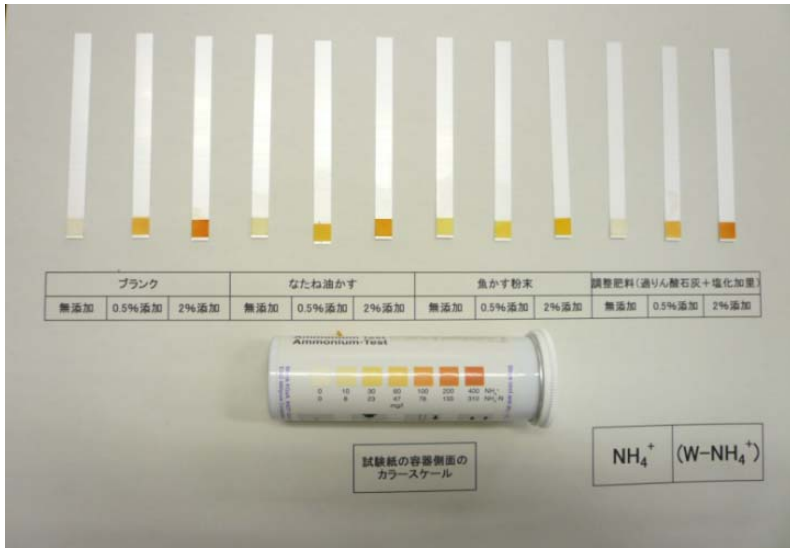


写真1 硫酸アンモニアの添加試験結果

試験紙

MQuant™ Ammonium Test

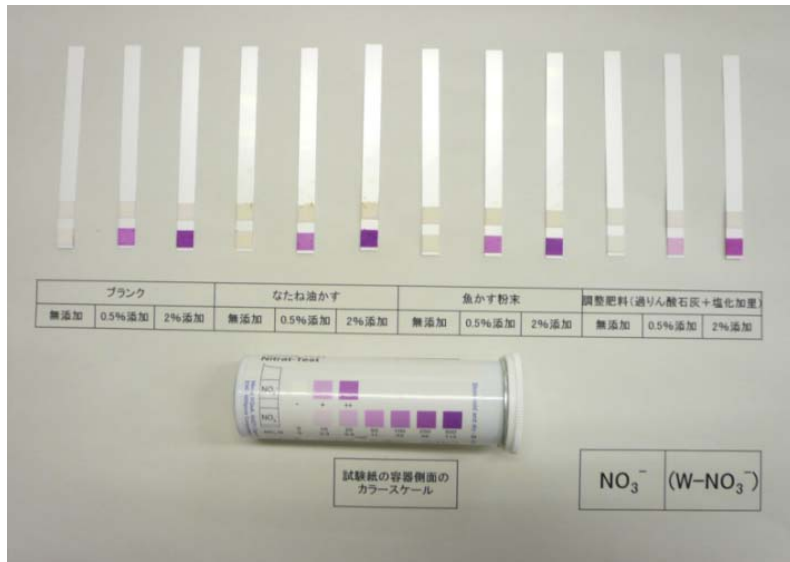


写真2 硝酸石灰の添加試験結果

試験紙

MQuant™ Nitrate Test

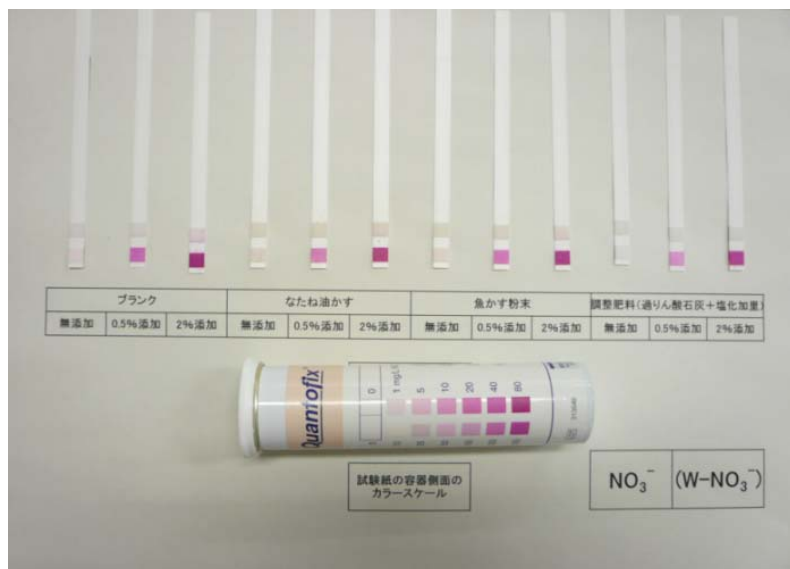


写真3 硝酸石灰の添加試験結果

試験紙

QUANTOFIX® Nitrate/Nitrite

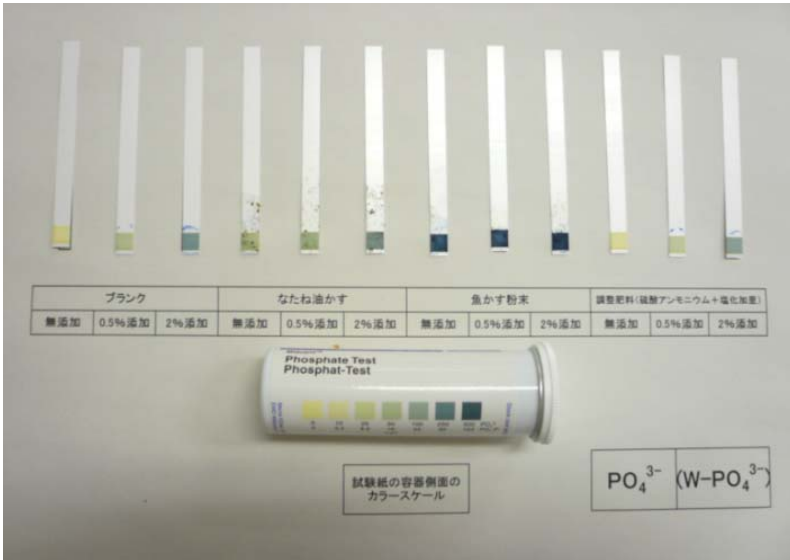


写真 4 過りん酸石灰の添加試験結果

試験紙

MQuant™ Phosphate Test

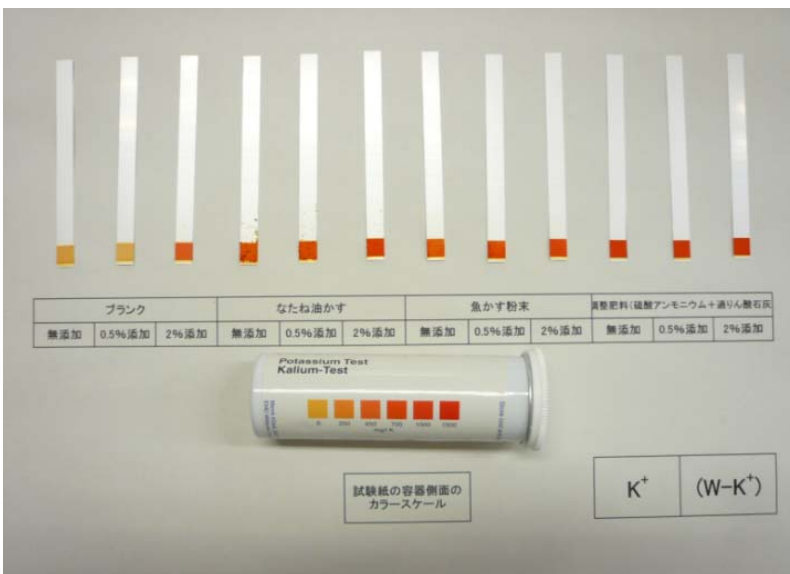


写真 5 塩化加里の添加試験結果

試験紙

MQuant™ Potassium Test

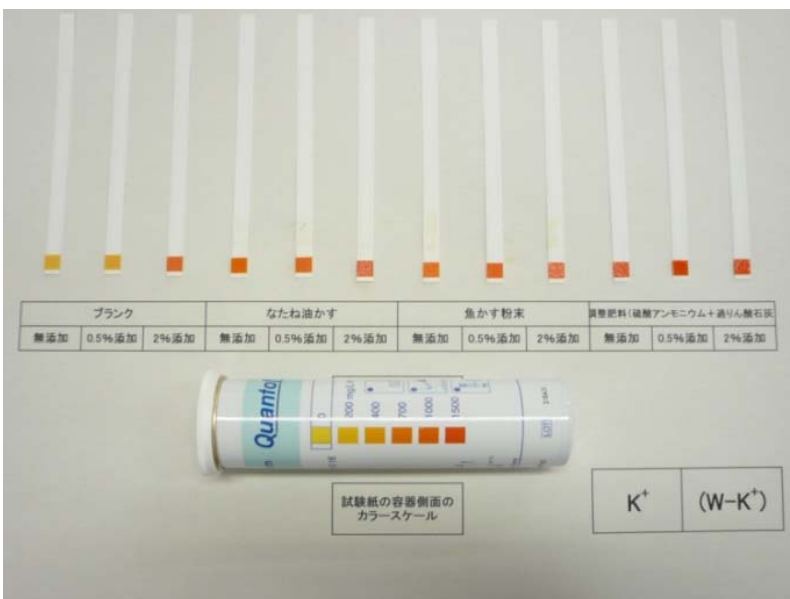


写真 6 塩化加里の添加試験結果

試験紙

QUANTOFIX® Potassium

2) 添加試験の結果(くえん酸溶液による抽出)

なたね油かす、魚かす及び調製肥料に、熔成りん肥及びけい酸加里肥料を、0.5 %及び 2.0 %相当量を添加し、2 の 4) (1) (ii)くえん酸溶液による抽出を行った溶液について 2 の 4) (2)の各操作を実施した結果を表 4 及び写真 7～12 に示した。熔成りん肥及びけい酸加里肥料が 30 秒間振とうでは溶解しない可能性を考慮し、1 時間静置し、その間適宜振とうを行う抽出方法との比較を行った。

添加試験では MQuant™と QUANTOFIX®の定性結果は一致した。

熔成りん肥の添加試験では、30 秒間振とうでりん酸イオンの定性反応を示さなかったが、1 時間適宜振とうではりん酸イオンの定性反応を示すものがあつた。なお、く溶性りん酸を多く含む魚かすについては、30 秒間振とう、1 時間適宜振とうのいずれも、熔成りん肥を添加しなくても強くりん酸イオンの定性反応を強く示したため、添加による差を確認出来なかつた。(写真 7 及び 8)

けい酸加里肥料の添加試験では、く溶性加里を多く含むなたね油かす及び魚かすについて、けい酸加里肥料を添加しなくてもカリウムイオンの定性反応を強く示したため、添加の影響を確認出来ず、まったく溶性加里を含まない調製肥料においても、けい酸加里肥料を添加しなくても強くカリウムイオンの定性反応を示したため、添加の影響を確認出来なかつた。なお、肥料に添加したのと同量の肥料を水に加えたブランク試験において、0.5 %及び 2.0 %相当量(メーカー推奨測定対象範囲未満)の添加区では、カリウムイオンの定性反応を示さなかつた。(写真 9～12)

表4 添加試験の結果(くえん酸溶液による抽出)

添加成分 (検出対象イオン)	添加割合 (%) ^{a)}	ブランク		なたね油かす		魚かす		調製肥料 (①+② ^{b)})		調製肥料 (①+③ ^{b)})	
		30 s ^{c)}	1 h ^{c)}	30 s	1 h	30 s	1 h	30 s	1 h	30 s	1 h
		熔成りん肥 (りん酸イオン)	2.0	+ ^{d)}	+	+	+	+	+	N.E. ^{e)}	N.E.
	0.5	-	+	+	+	+	+	N.E.	N.E.	-	-
	0	-	-	+	+	+	+	N.E.	N.E.	-	-
けい酸加里肥料 (カリウムイオン)	2.0	-	-	+	+	+	+	+	+	N.E.	N.E.
	0.5	-	-	+	+	+	+	+	+	N.E.	N.E.
	0	-	-	+	+	+	+	+	+	N.E.	N.E.

a) 質量分率

b) ① 硫酸アンモニア, ② 過りん酸石灰, ③ 塩化加里, 混合割合は1:1

c) 30 s: 30秒間振とう, 1 h: 1時間適宜振とう

d) +: 定性試験陽性, +-: 定性試験陽性(微弱), -: 定性試験陰性

e) 試験実施せず

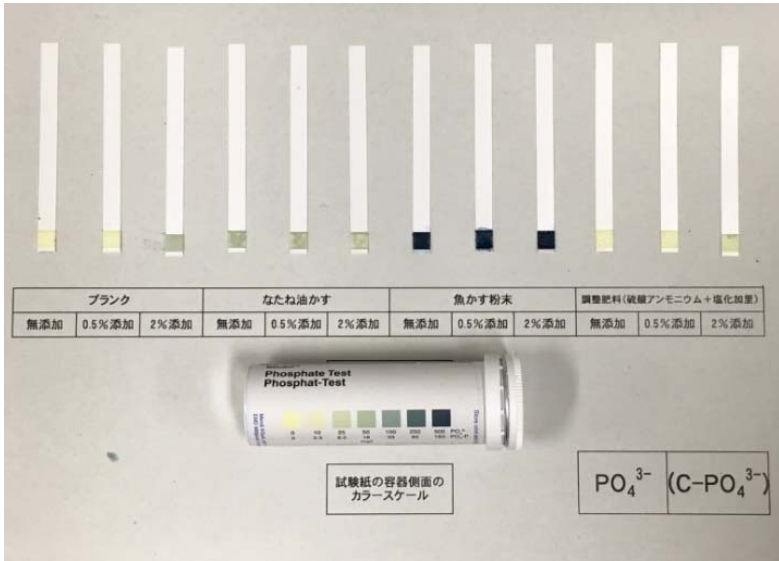


写真 7 熔成りん肥の添加試験結果

抽出方法

くえん酸溶液 30 秒間振とう

試験紙

MQuant™ Phosphate Test

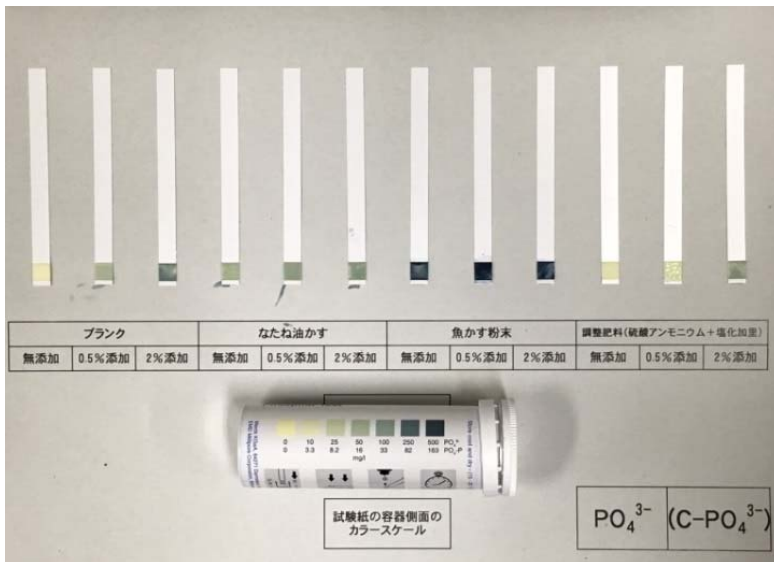


写真 8 熔成りん肥の添加試験結果

抽出方法

くえん酸溶液 1 時間適宜振とう

試験紙

MQuant™ Phosphate Test

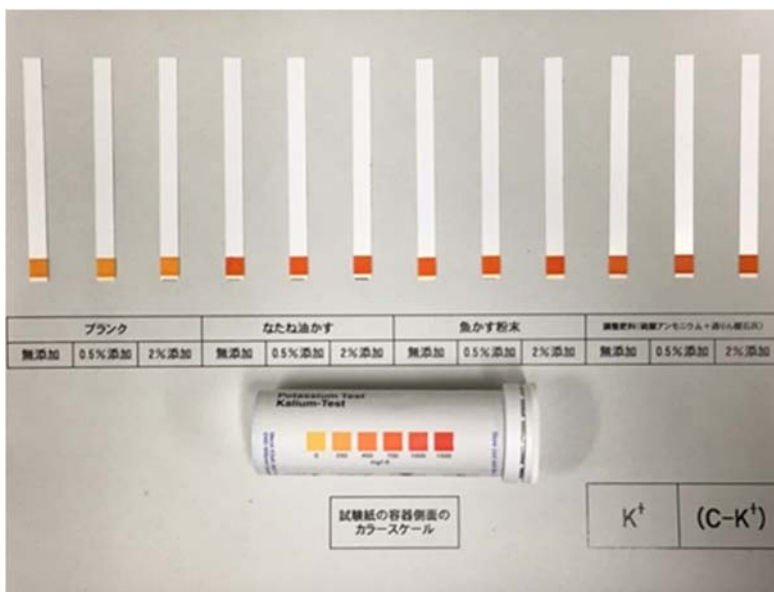


写真 9 けい酸加里肥料の添加試験結果

抽出方法

くえん酸溶液 30 秒間振とう

試験紙

試験紙:MQuant™ Potassium Test

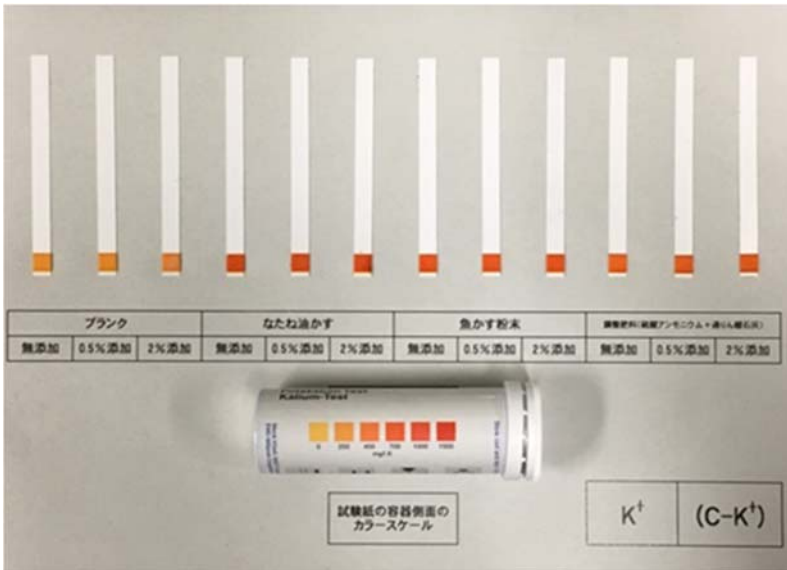


写真 10 けい酸加里肥料の添加試験結果

抽出方法

くえん酸溶液 1 時間適宜振とう

試験紙

MQuant™ Potassium Test

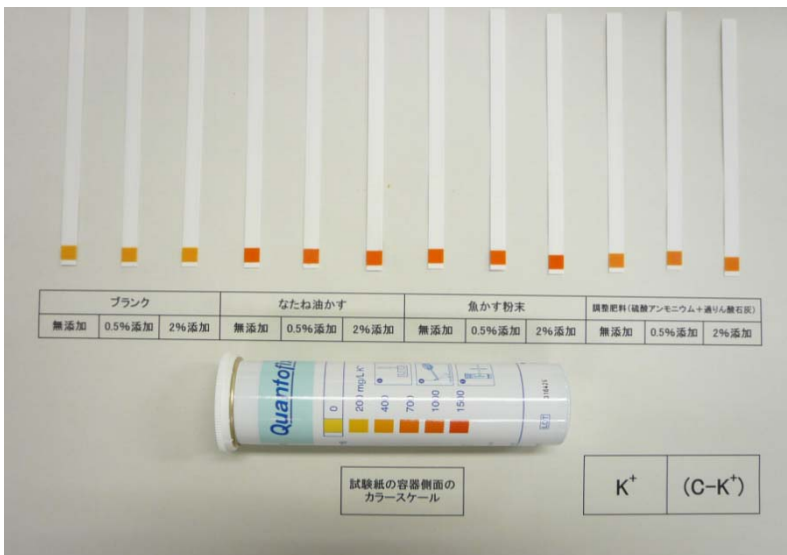


写真 11 けい酸加里肥料の添加試験結果

抽出方法

くえん酸溶液 30 秒間振とう

試験紙

QUANTOFIX® Potassium

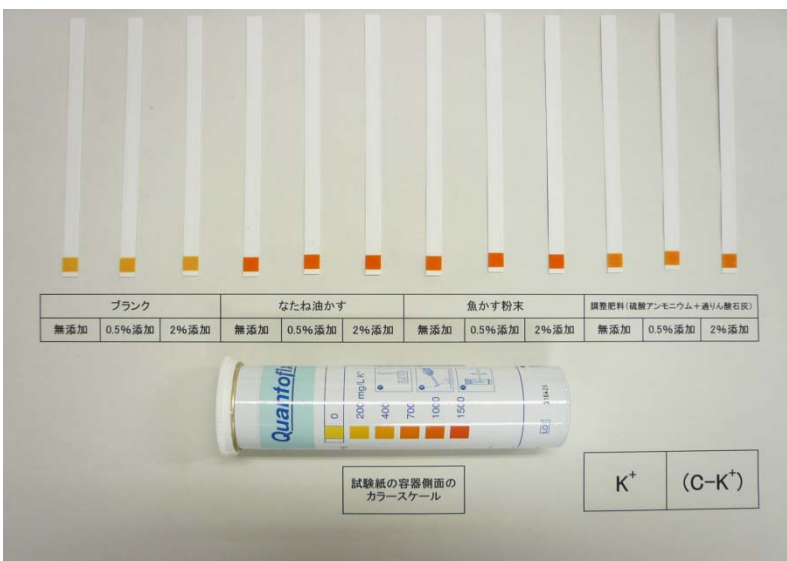


写真 12 塩化加里の添加試験結果

抽出方法

くえん酸溶液 1 時間適宜振とう

試験紙

QUANTOFIX® Potassium

3) カリウムイオン用試験紙における偽陽性の原因の確認

塩化加里の添加試験及びけい酸加里の添加試験において、水溶性及びく溶性加里を含まない調製肥料においてもカリウムイオンの定性反応を示したことから、調製肥料の原料として用いた過りん酸石灰及び硫酸アンモニウム由来のイオンが偽陽性の原因として疑われた。

それぞれのイオンを含む水溶液を調製し、2の4)(2)(iv)アの操作を実施した結果、試験紙は、25 g/Lの過りん酸石灰溶液はカリウムイオンの定性反応を示さず、25 g/Lの硫酸アンモニウム溶液はカリウムイオンの定性反応を示した。さらに硫酸ナトリウム溶液と、アンモニア水を用いて2の4)(2)(iv)アの操作を実施したところ、硫酸ナトリウム溶液は25 g/Lの濃度までカリウムイオンの定性反応を示さず、アンモニア水は0.60%の濃度でカリウムイオンの定性反応を示した。(写真13及び14)

以上の結果から、偽陽性の原因はアンモニウムイオンであると考えられたため、アンモニアを含有する4種の肥料(塩化アンモニア、硫酸アンモニア、りん酸一アンモニア及びりん酸二アンモニア)を1 g/L～4 g/L含む溶液をそれぞれ調製し、2の4)(2)(iv)ア及びイの操作を実施したところ、すべて4 g/L以下の濃度でもカリウムイオンの定性反応を示した。(写真15～18)

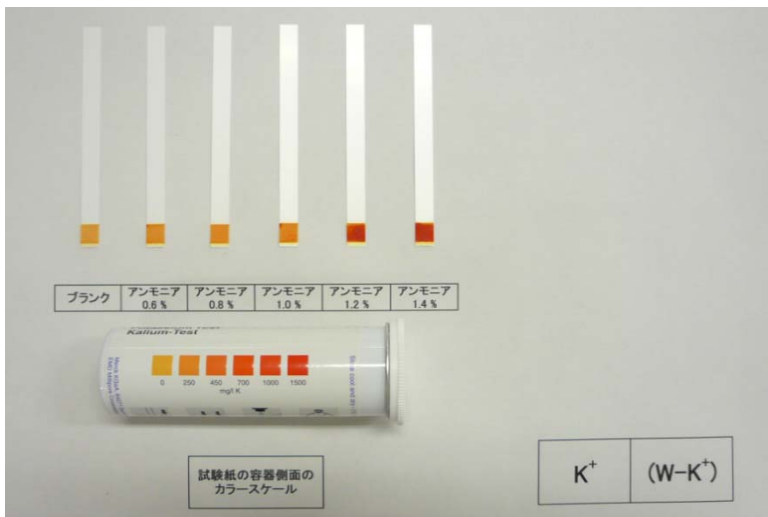


写真13 アンモニア水の偽陽性試験結果

試験紙
MQuant™ Potassium Test



写真14 アンモニア水の偽陽性試験結果

試験紙
QUANTOFIX® Potassium

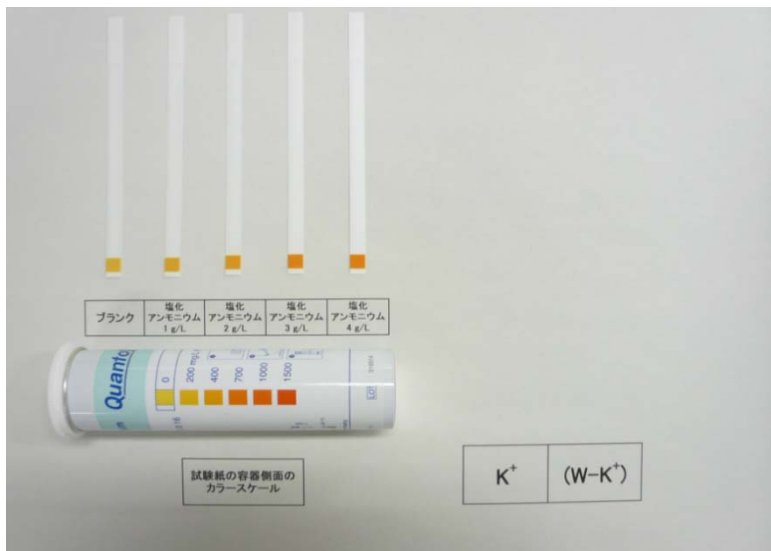


写真 15 塩化アンモニアの偽陽性
試験結果

試験紙

QUANTOFIX[®] Potassium

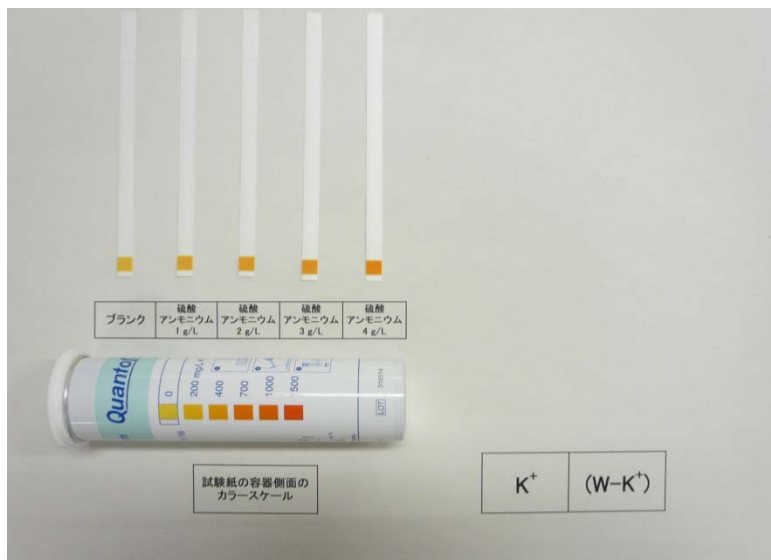


写真 16 硫酸アンモニアの偽陽性
試験結果

試験紙

QUANTOFIX[®] Potassium

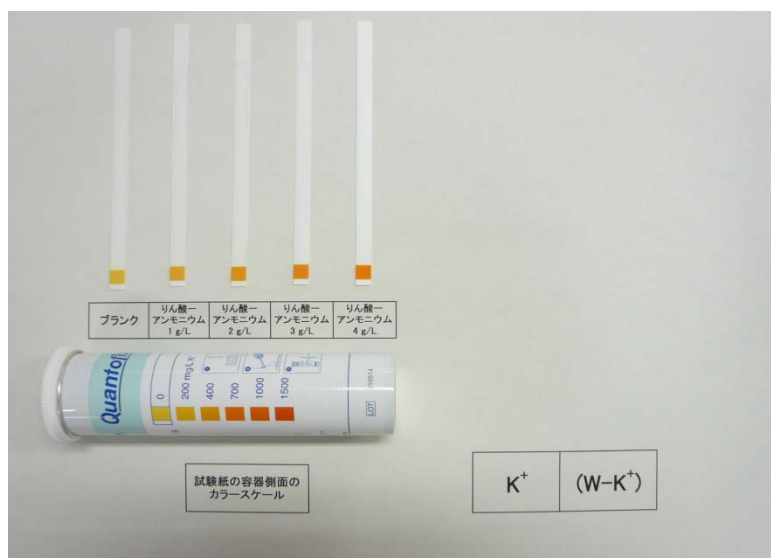


写真 17 りん酸一アンモニアの偽陽性
試験結果

試験紙

QUANTOFIX[®] Potassium

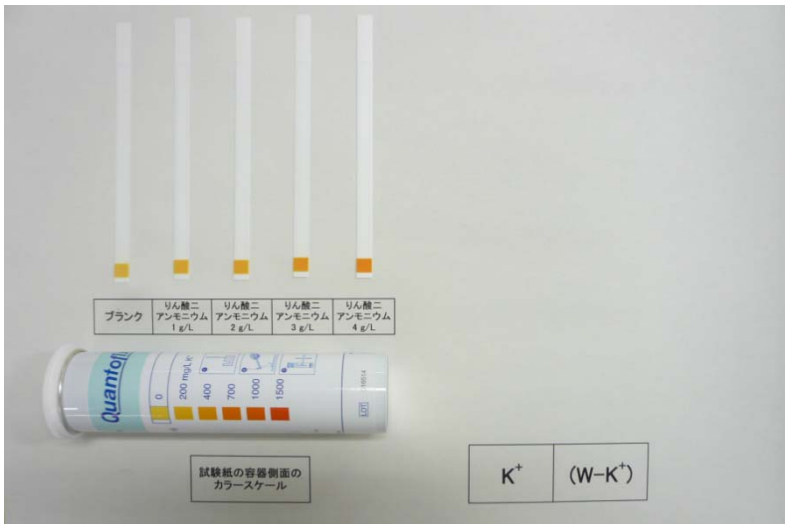


写真 18 リン酸二アンモニアの偽陽性試験結果

試験紙

QUANTOFIX[®] Potassium

4) 流通肥料(普通肥料)の結果(水による抽出)

指定配合肥料 2 銘柄, 化成肥料 1 銘柄, 硫酸苦土肥料 1 銘柄及び鉍さいけい酸質肥料 1 銘柄を用いて, 2 の 4) (1) (i) 水による抽出を行った溶液について 2 の 4) (2) の各操作を実施した結果を表 5 及び写真 19 ~24 に示した.

流通肥料の試験では MQuant[™]と QUANTOFIX[®]の定性結果は一致した.

指定配合肥料及び化成肥料がカリウムイオンの定性反応を示したことについては, 3) で示したアンモニウムイオンによる偽陽性の可能性も考えられた.

表5 流通肥料(普通肥料)の確認(水による抽出)

検出対象イオン	指定配合肥料①	指定配合肥料②	化成肥料	硫酸苦土肥料	鉍さいけい酸質肥料
アンモニウムイオン	+a)	+	+	-	-
硝酸イオン	-	+ -	+	-	-
りん酸イオン	+	+	+	-	-
カリウムイオン	+	+	+	-	-

a) + : 定性試験陽性, + - : 定性試験陽性(微弱), - : 定性試験陰性

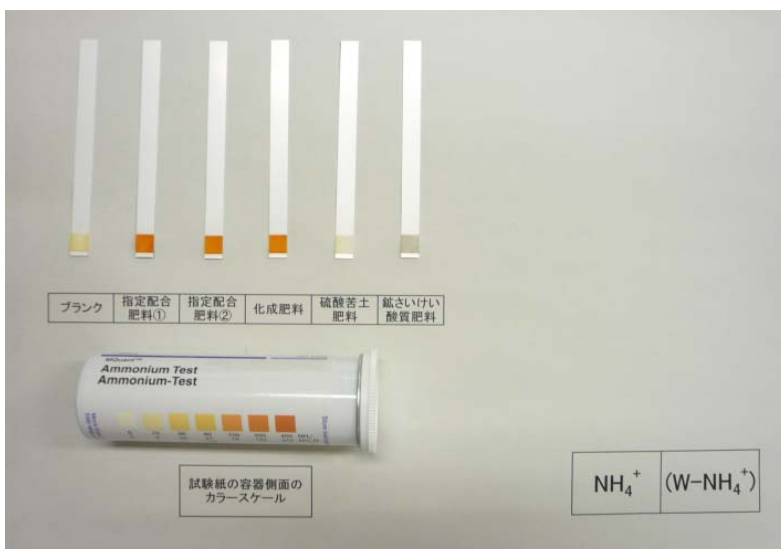


写真 19 流通肥料(普通肥料)の試験結果

試験紙

MQuant[™] Ammonium Test



写真 20 流通肥料(普通肥料)の試験結果

試験紙

MQuant™ Nitrate Test

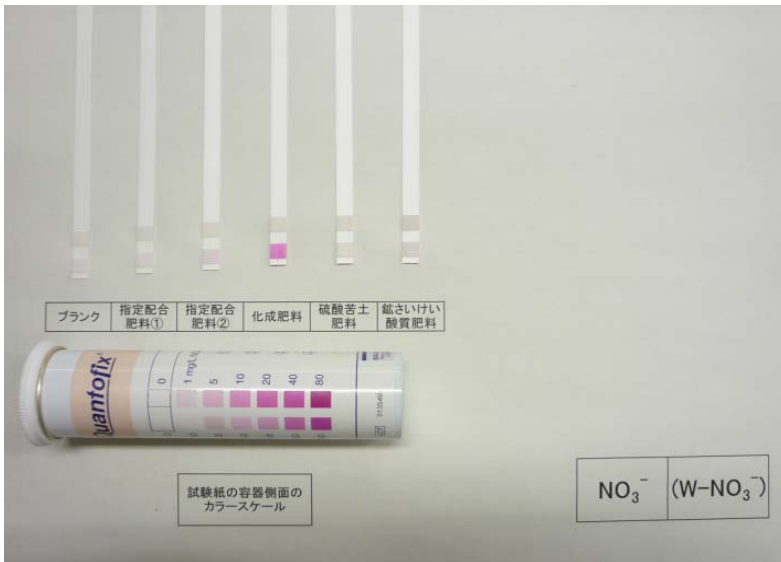


写真 21 流通肥料(普通肥料)の試験結果

試験紙

QUANTOFIX® Nitrate/Nitrite

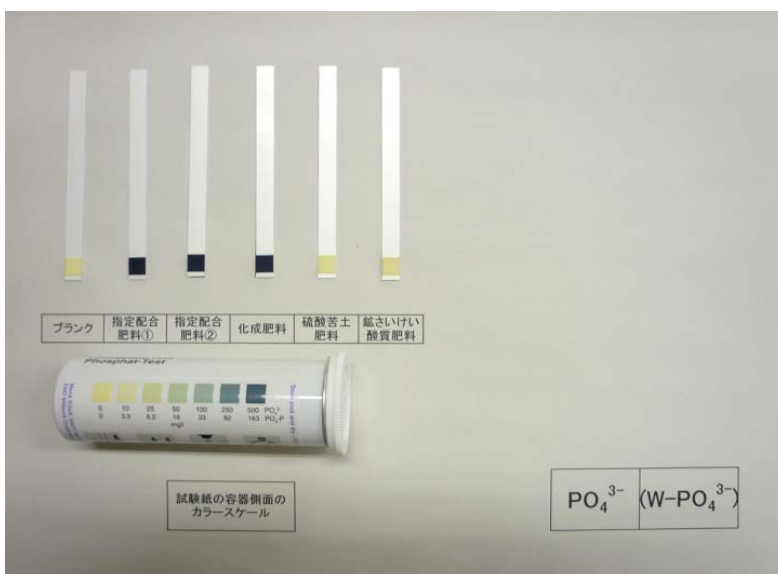


写真 22 流通肥料(普通肥料)の試験結果

試験紙

MQuant™ Phosphate Test

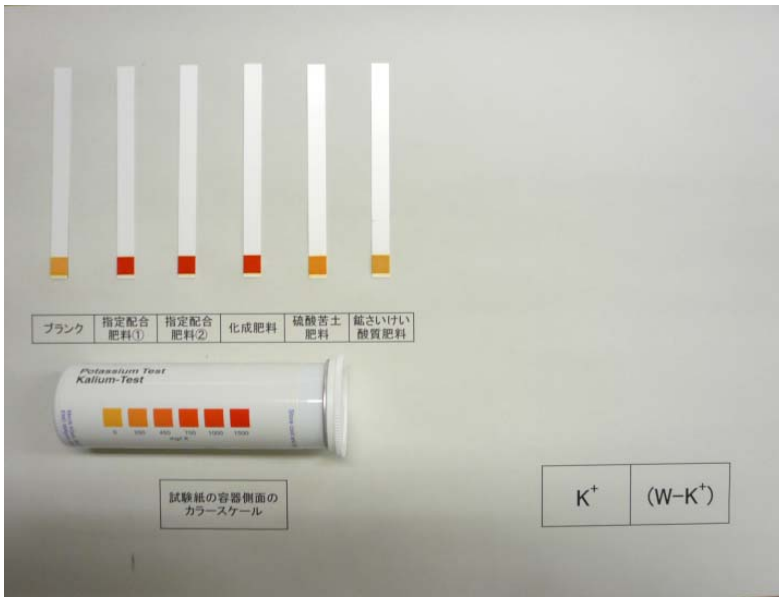


写真 23 流通肥料(普通肥料)の試験結果

試験紙

MQuant™ Potassium Test

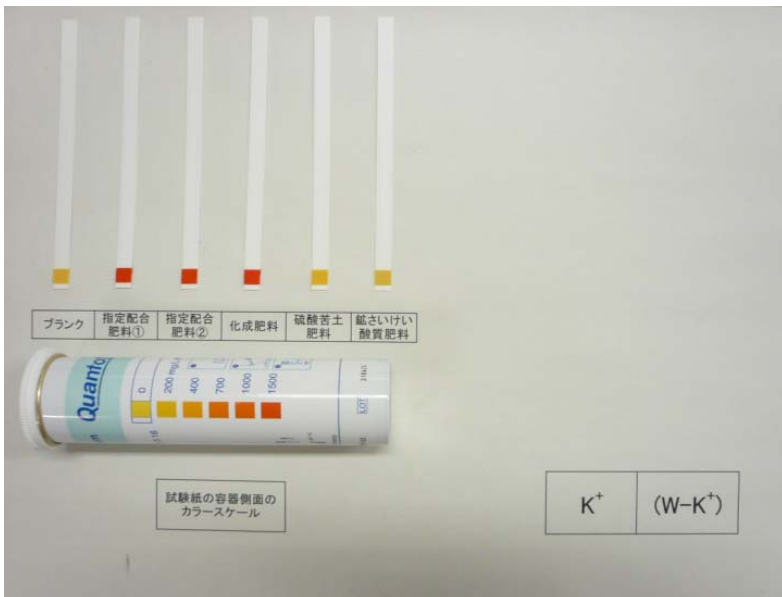


写真 24 流通肥料(普通肥料)の試験結果

試験紙

QUANTOFIX® Potassium

5) 流通肥料(普通肥料)の結果(くえん酸溶液による抽出)

指定配合肥料, 混合りん酸肥料, 鉍さいけい酸質肥料, 熔成りん肥料及び成形複合肥料をそれぞれ1 銘柄ずつを用いて, 2 の 4) (1) (ii)くえん酸溶液による抽出を行った溶液について 2 の 4) (2)の各操作を実施した結果を表 6 及び写真 25~27 に示した.

カリウムイオン用試験紙について, 一部が MQuant™と QUANTOFIX®の試験紙で異なる定性反応を示したが, これはそれぞれの測定対象濃度範囲が異なるためと考えられた.

混合りん酸肥料, 鉍さいけい酸質肥料及び成形複合肥料がカリウムイオンの定性反応を示したことについては, 3)で示した偽陽性である可能性も考えられた. く溶性りん酸を含む 1 銘柄がりん酸イオンの定性反応を示さなかったが, 当該銘柄のく溶性りん酸は 0.1 % 以下と微量であった. 試験紙の測定対象濃度範囲を下回る量のく溶性りん酸を含む 2 銘柄がりん酸イオンの定性反応を示した.

表6 流通肥料(普通肥料)の確認(くえん酸溶液による抽出)

検出対象イオン	試験紙	混合りん酸 肥料	鉍さい けい酸質肥料	熔成りん肥	成形複合肥料
りん酸イオン	MQuant™ Phosphate Test	+ ^{a)}	—	+	+
カリウムイオン	MQuant™ Potassium Test	+	—	—	+
	QUANTOFIX® Potassium	+—	+	—	+

a) +: 定性試験陽性, +—: 定性試験陽性(微弱), —: 定性試験陰性

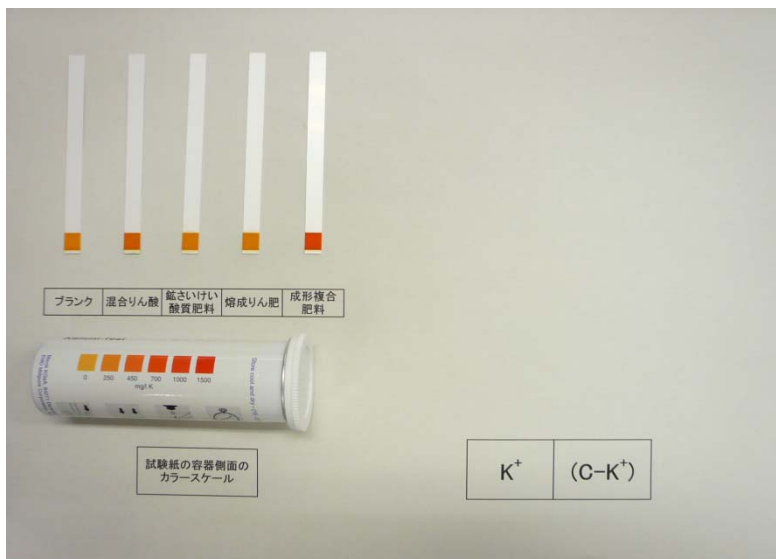


写真 25 流通肥料(普通肥料)の試験結果

試験紙

MQuant™ Potassium Test



写真 26 流通肥料(普通肥料)の試験結果

試験紙

QUANTOFIX® Potassium



写真 27 流通肥料(普通肥料)の試験結果

試験紙
MQuant™ Phosphate Test

6) 流通肥料(汚泥肥料)の結果(水、くえん酸溶液及び塩酸による抽出)

汚泥発酵肥料 3 銘柄, 工業汚泥肥料 2 銘柄及び下水汚泥肥料 1 銘柄を用いて, 2 の 4) (1) (i) 水による抽出並びに 2 の 4) (1) (ii) くえん酸溶液及び塩酸(1+23)による抽出を行った溶液について 2 の 4) (2) の各操作を実施した結果を表 7 及び写真 28~39 に示した. なお, 水による抽出はアンモニウムイオン, 硝酸イオン, りん酸イオン及びカリウムイオンを対象とし, くえん酸溶液及び塩酸(1+23)による抽出はりん酸イオン及びカリウムイオンを対象とした.

流通肥料の試験では MQuant™ と QUANTOFIX® の定性結果は一致した.

試験紙の測定対象濃度範囲に入る量の水溶性りん酸を含む 1 銘柄がりん酸イオンの定性反応を示さなかったが, 当該銘柄の水溶性りん酸は 0.1 % 以下と微量であった. また, 塩酸可溶性の加里を 0.5 % ~ 2.6 % 含有する 3 銘柄が, カリウムイオンの定性反応を示さなかった.

また, 参考として, ろ過していない溶液を用いた定性反応の例を写真 40 に示した. ろ過していない溶液を用いると汚泥の着色により判定が困難となることから, 汚泥肥料の定性においては, ろ過が必要と考えられた.

表7 流通肥料(汚泥肥料)の確認(水、くえん酸溶液又は塩酸による抽出)

検出対象イオン	溶媒	汚泥発酵肥料①	汚泥発酵肥料②	汚泥発酵肥料③	工業汚泥肥料①	工業汚泥肥料②	下水汚泥肥料
アンモニウムイオン	水	- ^{a)}	+	-	+	+	+
硝酸イオン	水	-	-	+	-	-	-
りん酸イオン	水	-	+	+	+	+	+
	くえん酸溶液	+ -	+	+	+	+	+
カリウムイオン	塩酸	+	+	+	+	+	+
	水	-	+	+	-	+ -	-
	くえん酸溶液	+ -	+	+	+ -	+ -	+ -
	塩酸	-	-	-	-	-	-

a) +: 定性試験陽性, +-: 定性試験陽性(微弱), -: 定性試験陰性

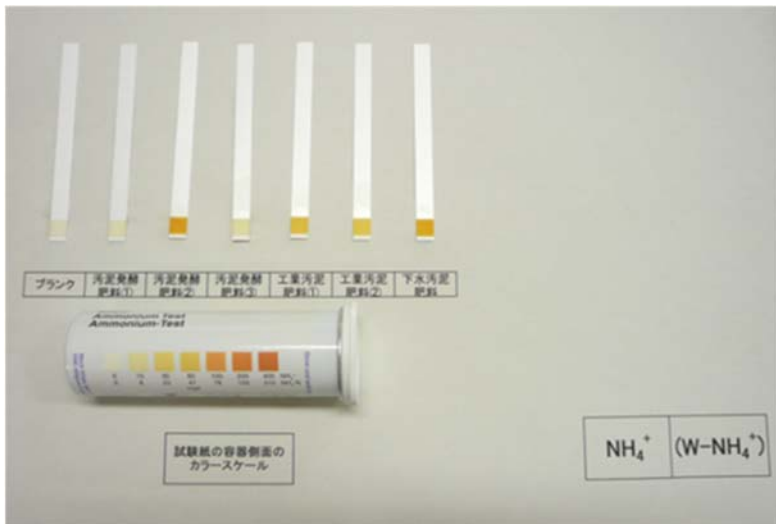


写真 28 流通肥料(汚泥肥料)の試験結果

試験紙

MQuant™ Ammonium Test

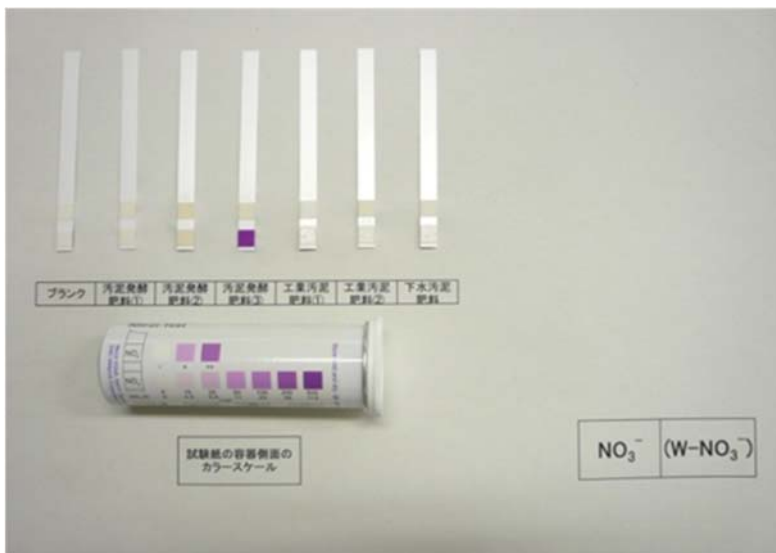


写真 29 流通肥料(汚泥肥料)の試験結果

試験紙

MQuant™ Nitrate Test



写真 30 流通肥料(汚泥肥料)の試験結果

試験紙

QUANTOFIX® Nitrate/Nitrite

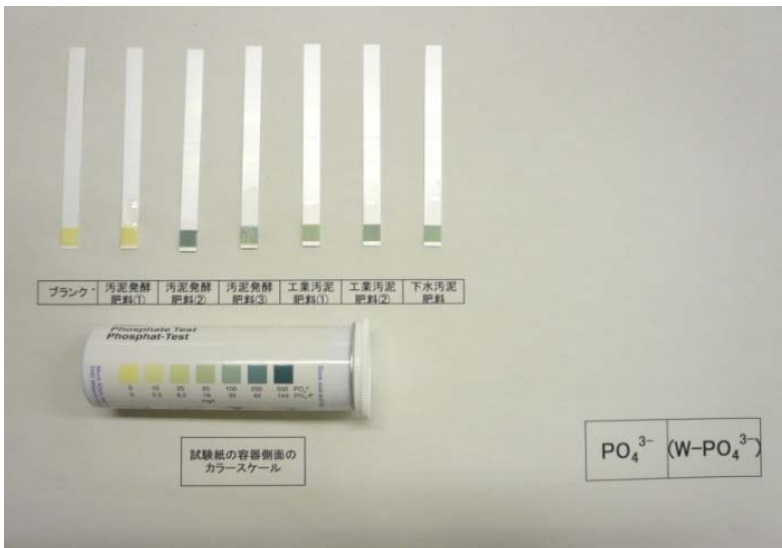


写真 31 流通肥料(汚泥肥料)の試験結果

試験紙

MQuant™ Phosphate Test

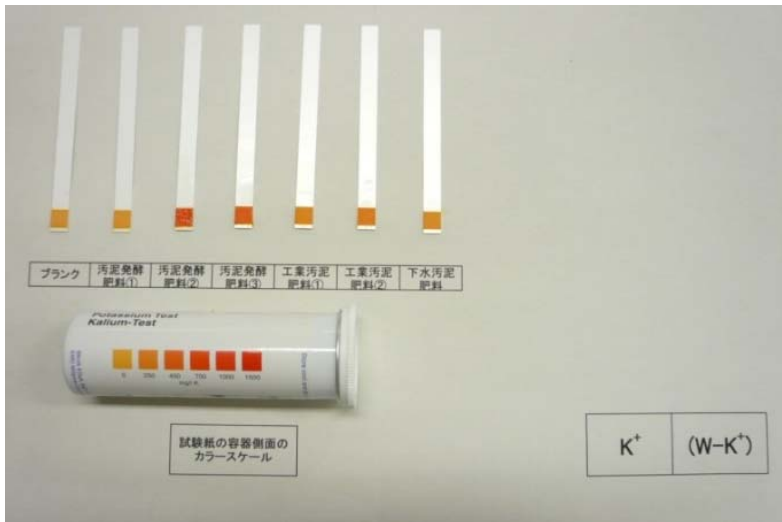


写真 32 流通肥料(汚泥肥料)の試験結果

試験紙

MQuant™ Potassium Test



写真 33 流通肥料(汚泥肥料)の試験結果

試験紙

QUANTOFIX® Potassium

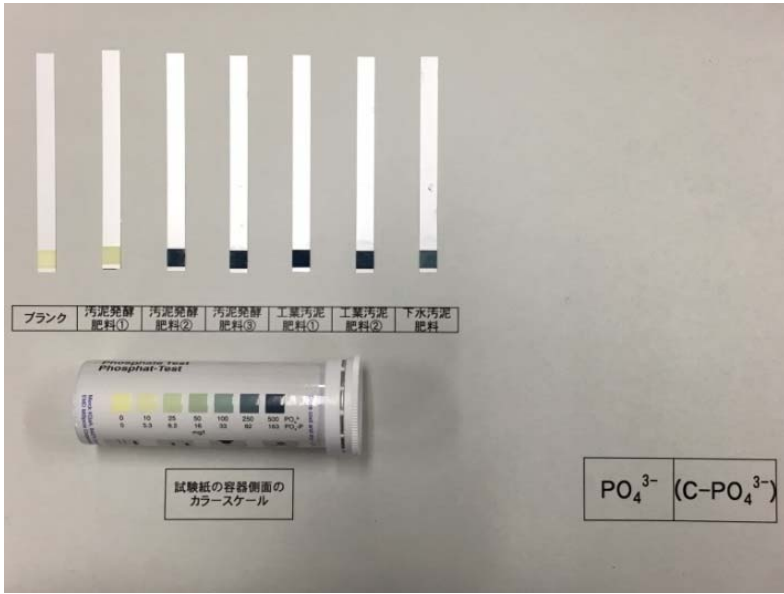


写真 34 流通肥料(汚泥肥料)の試験結果

試験紙

MQuant™ Phosphate Test

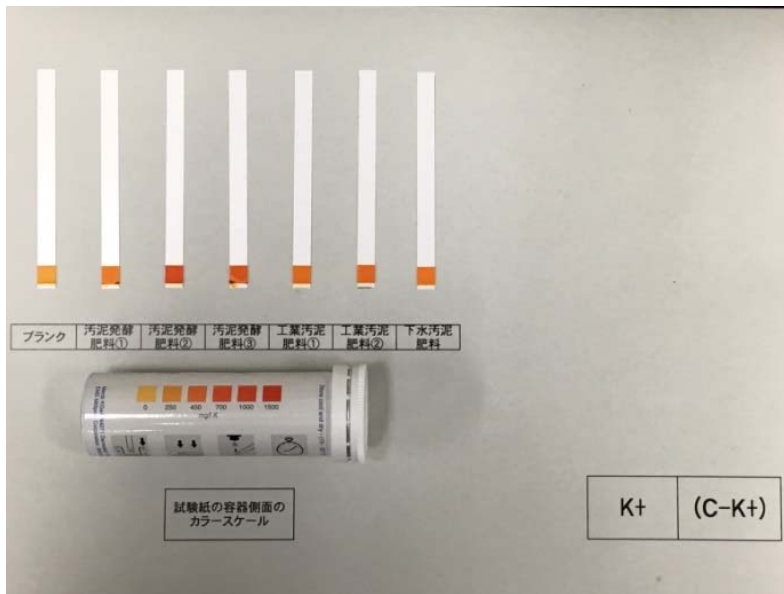


写真 35 流通肥料(汚泥肥料)の試験結果

試験紙

MQuant™ Potassium Test

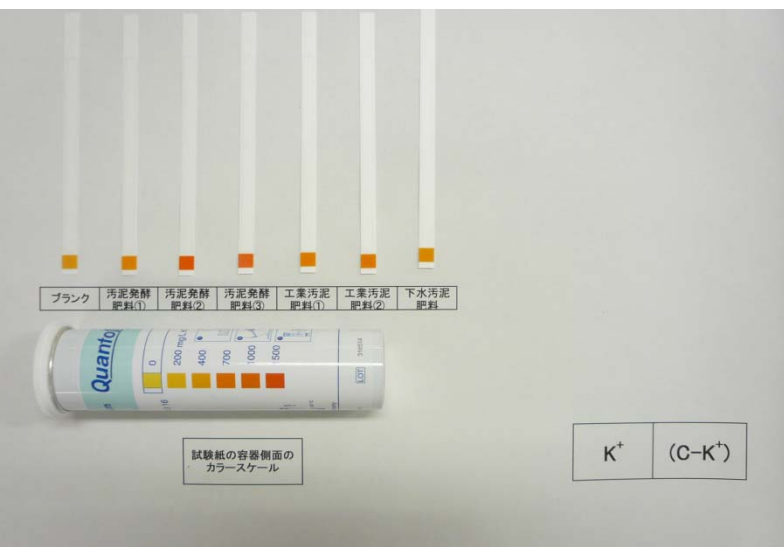


写真 36 流通肥料(汚泥肥料)の試験結果

試験紙

QUANTOFIX® Potassium

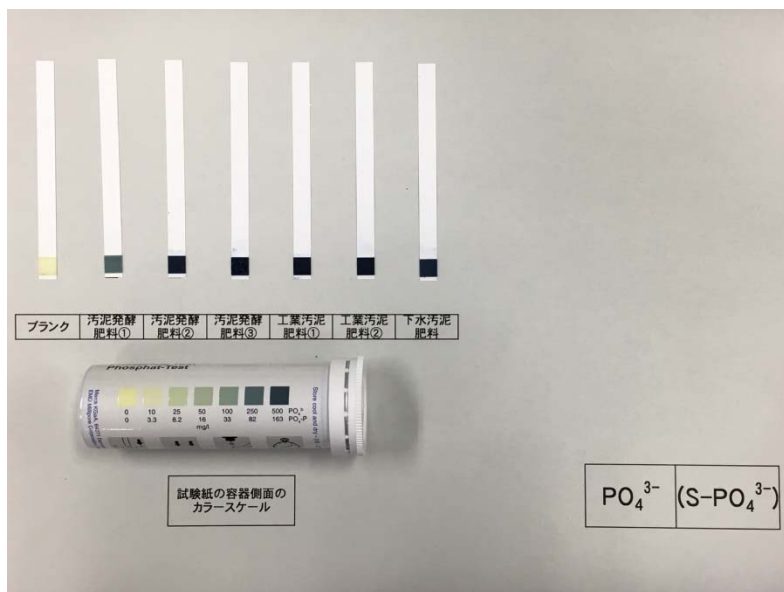


写真 37 流通肥料(汚泥肥料)の試験結果

試験紙
MQuant™ Phosphate Test

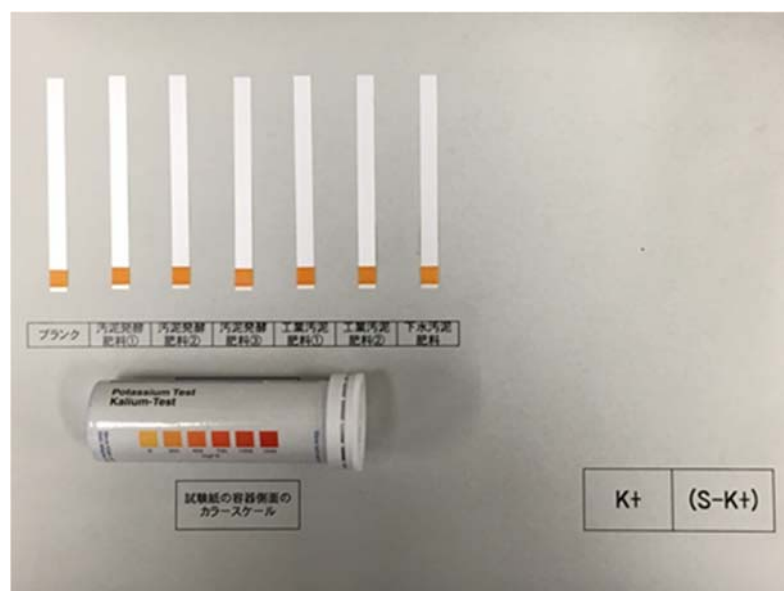


写真 38 流通肥料(汚泥肥料)の試験結果

試験紙
MQuant™ Potassium Test

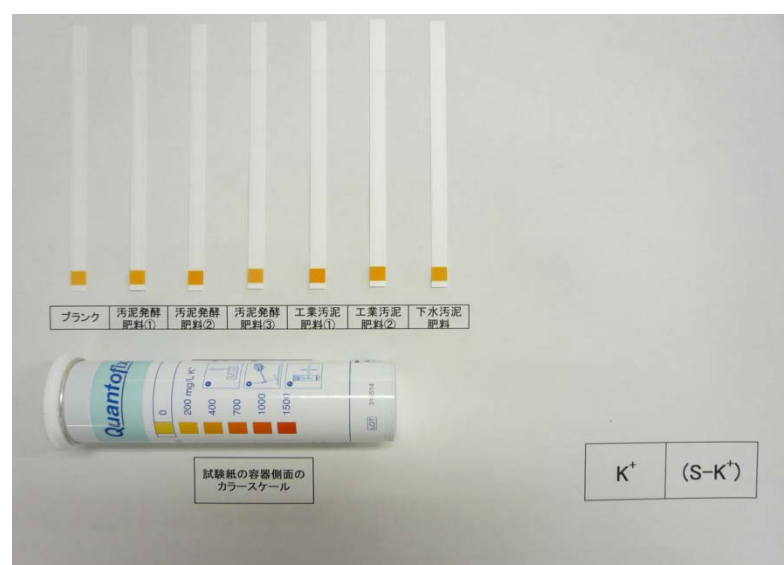


写真 39 流通肥料(汚泥肥料)の試験結果

試験紙
QUANTOFIX® Potassium



写真 40 ろ過していない溶液を用いた定性反応の例

試験紙

MQuant™ Ammonium Test

7) カリウムイオン用試験紙における偽陰性の原因の確認

6)の流通肥料(汚泥肥料)の塩酸(1+23)による抽出において、塩酸可溶性加里を比較的多量に含む試料がカリウムイオンの定性反応を示さなかったことについて、抽出液の pH が試験紙の反応域より低いことが原因として疑われた。

水酸化ナトリウム溶液を用いて pH を 9 付近に調整した溶液と未調整の溶液の反応を比較する追試を実施した結果、pH を 9 付近に調整した溶液はカリウムイオンの定性反応を示した。MQuant™ 及び QUANTOFIX®の両試験紙で結果は一致した(写真 41~42)。

以上の結果から、塩酸を用いた抽出の際は、溶液の pH 調整が必要であると考えられた。

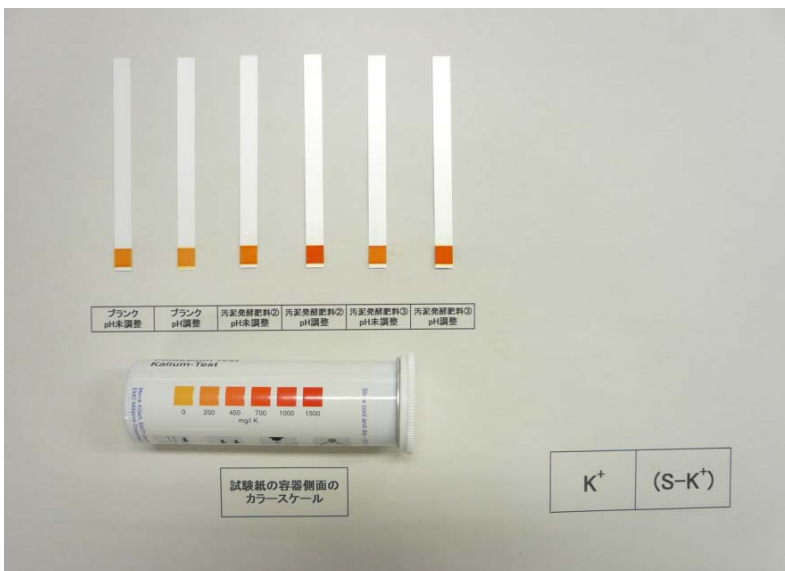


写真 41 pH 調整の有無による比較

試験紙

MQuant™ Potassium Test

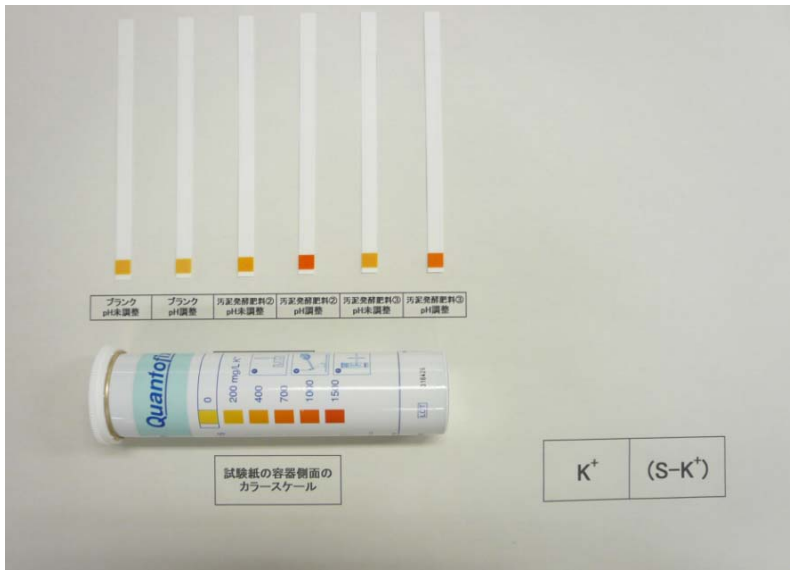


写真 42 pH 調整の有無による比較

試験紙

QUANTOFIX[®] Potassium

8) 選別した原料への適用の検討

未粉碎の硫酸アンモニア及び過りん酸石灰 3 粒(約 0.1 g)をはかりとり、10 mL ポリエチレンテレフタレート製チューブに入れ、10 mL の水を加え 30 秒間振とう抽出を行った溶液について、2 の 4) (2) の各操作を実施した結果を写真 45 及び 46 に示した。

それぞれアンモニウムイオン及びりん酸イオンの定性反応を示したことから、当該試験法は、配合肥料中に含まれる原料を選別して特定する等の使い方への応用が可能であると考えられた。



写真 43 未粉碎の硫酸アンモニア



写真 44 未粉碎の過りん酸石灰



写真 45 未粉碎の硫酸アンモニア
3 粒の試験結果

試験紙

MQuant™ Ammonium Test

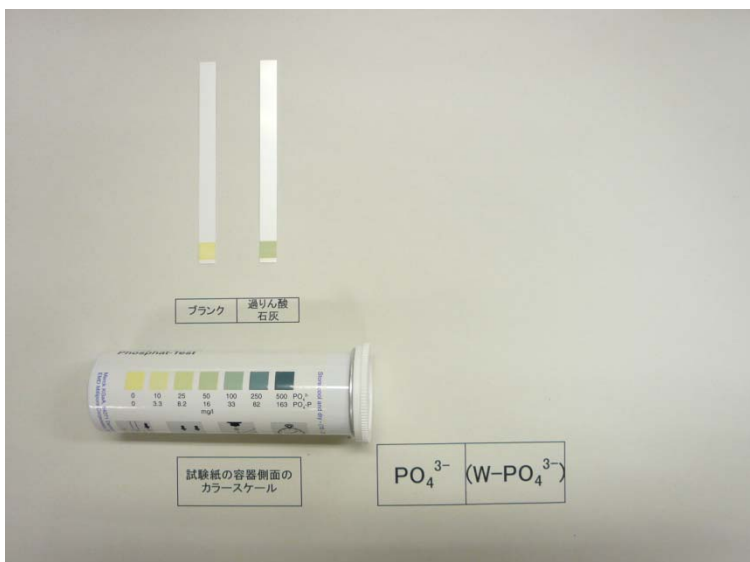


写真 46 未粉碎の過りん酸石灰 3 粒の
試験結果

試験紙

MQuant™ Phosphate Test

4. まとめ

肥料中のアンモニア性窒素, 硝酸性窒素, りん酸, 加里の定性試験法について, 市販試験紙の検討をしたところ, 次のとおりの成績を得た.

(1) なたね油かす, 魚かす及び調製肥料に, 硫酸アンモニア, 硝酸石灰, 過りん酸石灰, 塩化加里, 熔成りん肥及びけい酸加里肥料を 0.5 % 及び 2.0 % になるよう加える添加試験を実施した結果, 多くの組み合わせで, 添加された成分を検出できた. くえん酸溶液による抽出については, 30 秒間振とう抽出より, 一時間適宜振とう抽出で良好な結果が得られた.

(2) 流通肥料の定性試験の結果, 多くの試料及び成分の組み合わせで, 含有する成分を検出できた.

(3) カリウムイオン用試験紙については, アンモニウムイオンにより偽陽性を示したため, アンモニウムイオンを多量に含む肥料への適用は困難であると考えられた. また, 低 pH により偽陰性を示したため, 塩酸による抽出を行う場合には pH 調整が必要であった.

(4) 汚泥肥料では、ろ過していない溶液を用いると、試験紙に着色して判定を困難とするため、ろ過が必要であった。

(5) 試験法は、配合肥料中に含まれる原料を選別して特定する等の使い方への応用が可能であると考えられた。

The Qualitative Test by Means of Test Paper

Harufumi SAITO¹, Souichi IGARASHI², Kenta SAKUMA¹, Yoshimi HASHIMOTO¹,
Naoko TAMARU¹, Erika HIRATA³, Hideo SOETA³, Yuji SHIRAI¹,

¹ Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fertilizer and Feed Inspection Department

² Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fukuoka Regional Center

(Now) Nagasaki Prefecture Kenhoku Development Bureau Agriculture & Forestry Department

³ Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fukuoka Regional Center

We investigated the qualitative test by means of test paper about ammonium-nitrogen (A-N), nitrate nitrogen (N-N), phosphorus (as phosphorus oxide; P₂O₅), potassium using fertilizers. It is important to simplify the previous fertilizers appraisal method due to fertilizers appraisal method needs empirical techniques frequently. As results of the tests on rapeseed oil cake, fish cake and blended fertilizer spiked with ammonium sulfate, lime nitrate, superphosphate, potassium chloride, molten phosphorus fertilizer and potassium silicate fertilizer at 0.5 % and 2.0 %, we detected added ingredients in many combinations. As results of the test of fertilizers, which distributed in the market, we could detect the ingredients. In the potassium ion test paper, we observed false positives in the presence of ammonium ion and false negatives at low pH. We considered applicable to usage such as specifying the raw materials contained in blended fertilizer.

Key words qualitative test, test paper, fertilizer, ammonium-nitrogen, nitrate nitrogen, phosphorus oxide, potassium

(Research Report of Fertilizer, **10**, 242~266, 2017)