

6 イオンクロマトグラフ(IC)法による肥料中の塩素の測定

坂井田里子¹, 藤田真理子², 白井裕治¹

キーワード 塩素, 硫酸加里, 魚かす, 堆肥, イオンクロマトグラフ法

1. はじめに

塩素は植物の生長の上で微量元素として必須であるが, 必要な量は微量であり, 土壌等に含まれている量で十分な場合が多く, タバコ等の作物では塩素が少ない条件が好ましい¹⁾. このため, 普通肥料の公定規格において, 加里質肥料のうち生産工程から塩素が含まれる可能性のある硫酸加里, 硫酸加里苦土, 重炭酸加里について, その他の制限事項として塩素は 5.0 %以下であることが定められている²⁾. また, 家畜ふん堆肥は「家畜排せつ物の管理の適正化及び利用の促進に関する法律」(平成 11 年 7 月 28 日法律第 102 号)の施行以降, 堆肥の野積み禁止が実施され雨水による塩類の流亡が抑えられたことや, 戻し堆肥の増加などにより塩類濃度が増加し, 特に施設園芸において施用が避けられる傾向にある。

塩素の測定法として, 硝酸銀法が肥料分析法に採用されており³⁾, この測定法は特殊な装置を必要とせずに試料中の塩素量を測定できる. しかしながら, この測定法において使用されるクロム酸カリウム及び硝酸銀は毒物及び劇物取締法において劇物に指定されている⁴⁾. また, 滴定操作において終点の判定による試験者間のばらつきがあるといった問題がある。

一方, イオンクロマトグラフ法は塩化物イオンなどの無機陰イオンを簡便に分離, 定量できる方法であり, すでに肥料分析法に陰イオン測定法の参考法として掲載されているほか³⁾, 日本工業規格 (JIS) や上水試験方法, 下水試験方法などにおいて測定法として採用されている. また, イオンクロマトグラフ法にはサプレッサー法とノンサプレッサー法がある. 陰イオンを測定する場合, 前者はバックグラウンドの要因である陽イオンをサプレッサーで除去して低濃度の陰イオンまで測定する方法である. 後者は, 前者に比べて定量下限に劣るが, 電気伝導度検出器を連結した高速液体クロマトグラフを用いることができるため汎用性がある。

今回, 電気伝導度検出器を連結したイオンクロマトグラフを用いて, サプレッサー法及びノンサプレッサー法について, 肥料中の塩素を塩化物イオンとして迅速かつ精確に定量することを目的に単一試験室における妥当性の確認等を行ったのでその概要を報告する。

2. 材料及び方法

1) 分析用試料の調製

硫酸加里, 硫酸加里苦土, 重炭酸加里, 牛ふん堆肥, 魚かす粉末, 豚ふん堆肥, 鶏ふん堆肥, 馬ふん堆肥, 食品残渣堆肥及び建築廃材堆肥について, 必要に応じ定温乾燥器により 40 °C で 60~70 時間乾燥し, 目開き 500 μm のスクリーンを通過するまで粉碎して分析用試料とした. 分析用試料は使用時までポリエチレン袋に密封して常温保管した。

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肥飼料安全検査部 (現)福岡センター

2) 試薬等の調製

- (1) 水：水道水を日本ミリポア Elix Advantage5 及び Milli-Q Academic A-10 により精製したもの。
- (2) 1 mol/L 炭酸ナトリウム溶液：イオンクロマトグラフィー用試薬。
- (3) 塩化ナトリウム：容量分析用標準物質。
- (4) 塩化物イオン標準液(1000 mg/L)：和光純薬工業 JCSS。
- (5) 塩化物イオン標準液(100 mg/L)：標準液(1000 mg/L)の一定量を全量フラスコにとり、混合後、標線まで水を加えた。
- (6) 塩化物イオン検量線用標準液(5 mg/L～50 mg/L)：(5)の標準液(100 mg/L) 5 mL～50 mL を全量フラスコ 100 mL にとり、標線まで水を加えた。
- (7) 塩化物イオン検量線用標準液(1 mg/L～2 mg/L)：(6)の標準液(20 mg/L)の 5 mL～10 mL を全量フラスコ 100 mL にとり、標線まで水を加えた。
- (8) その他の試薬は、特級又は同等の品質の試薬を用いた。

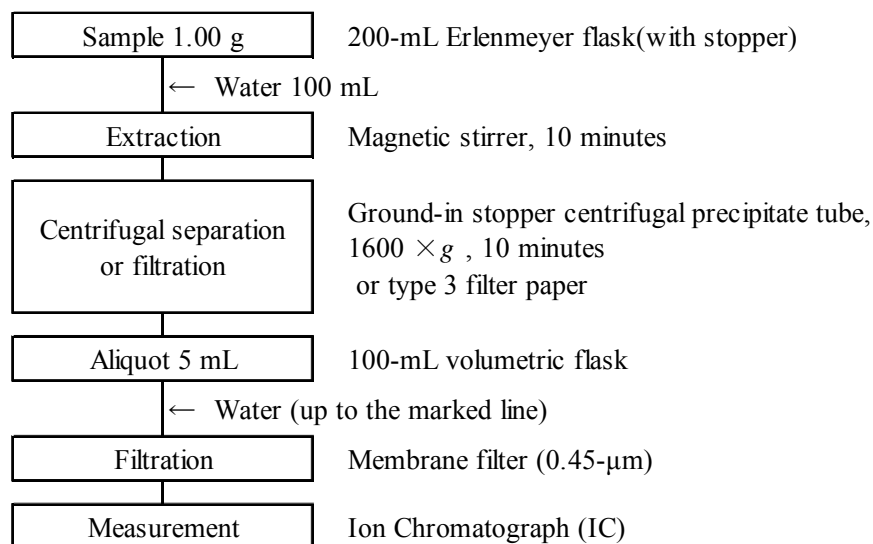
3) 器具及び装置

- (1) マグネチックスターラー：ADVANTEC SRS261PA
- (2) 遠心分離機：コクサン H-26F
- (3) イオンクロマトグラフ：メトローム 850 Professional IC ケミカルサプレッサー方式
- (4) サプレッサー法用カラム：Shodex IC SI-52 4E(内径 4.0 mm, 長さ 250 mm, 粒径 5 μm , 充填剤 第4級アンモニウム基を結合したポリビニルアルコール系多孔質粒子)
- (5) ノンサプレッサー法用カラム：Shodex IC NI-424(内径 4.6 mm, 長さ 100 mm, 充填剤 第4級アンモニウム基を結合した親水性ポリメタクリレート系ゲル)
- (6) メンブレンフィルター：ADVANTEC DISMIC-13HP(孔径 0.45 μm)

4) 試験操作

(1) 試料溶液の調製

分析試料 1.00 g を共栓三角フラスコ 200 mL にはかりとり、水 100 mL を加え、マグネチックスターラーを用いて約 10 分間かき混ぜた後、ろ紙 3 種でろ過を行うか、もしくは共栓遠心沈殿管 50 mL に内容量を移し、1600×g で 10 分間遠心分離し、上澄み液を抽出液とした。抽出液 5 mL を全量フラスコ 100 mL にとり、標線まで水を加え、メンブレンフィルター(孔径 0.45 μm)でろ過し、試料溶液とした(Scheme 1)。



Scheme 1 Flow sheet for chlorine in fertilizers

(2) 測定

各検量線用標準液 20 μ L をイオンクロマトグラフに注入し、得られたピーク面積から検量線を作成した。試料溶液 20 μ L をイオンクロマトグラフに注入し、ピーク面積から検量線により試料溶液中の塩化物イオン濃度を求め、分析試料中の濃度を算出した。

なお、イオンクロマトグラフの測定条件は Table 1-1 及び Table 1-2 に示した。

Table 1-1 Analytical conditions for suppressed ion chromatography

Detection	Suppressed conductivity
Suppressor	Chemical suppressor (Column type)
Column	Shodex IC SI-52 4E (4.0 mmI.D., 250 mmL, 5 μ m particle size, polyvinyl alcohol gel bonded quaternary ammonium group)
Mobile phase	6.4 mmol/L sodium carbonate aq.
Flow rate	0.8 mL/min
Injection volume	20 μ L
Column temp.	40 $^{\circ}$ C

Table 1-2 Analytical conditions for non-suppressed ion chromatography

Detection	Non-suppressed conductivity
Column	Shodex IC NI-242 (4.6 mmI.D., 250 mmL, 5 μ m particle size, polyhydroxymethacrylate gel bonded quaternary ammonium group)
Mobile phase	2.1 mmol/L phthalic acid + 2.9 mmol/L 6-aminohexane + 6 mmol/L Phenylboronic acid aq.
Flow rate	1.0 mL/min
Injection volume	20 μ L
Column temp.	40 $^{\circ}$ C

3. 結果及び考察

1) イオンクロマトグラフ条件の検討

Shodex のカラムのテクニカルレポート^{5, 6)}を参考に測定条件を設定し、測定したところ塩化物イオンのピーク形状及び分離度は満足するものであった (Fig. 1-1, Fig. 1-2). サプレッサー法では当初測定時間が 35 分かかっていたため、1 試料液あたりの測定時間の短縮を目的として、溶離液の濃度を 3.6 mmol/L から 6.4 mmol/L に変更し溶離液の溶出力を高め、カラム温度を 45 °C から 40 °C とすることにより⁷⁾、ノンサプレッサー法と同様に測定時間を 20 分に短縮することができた。

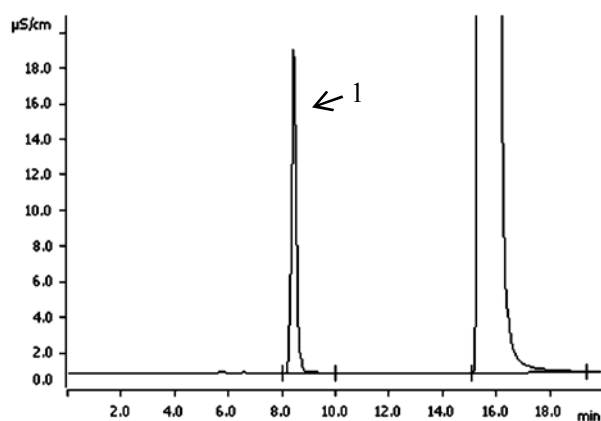


Fig. 1-1 IC chromatogram of potassium magnesium sulphate (Suppressed ion chromatography)
(Peak: 1=Chloride ion)

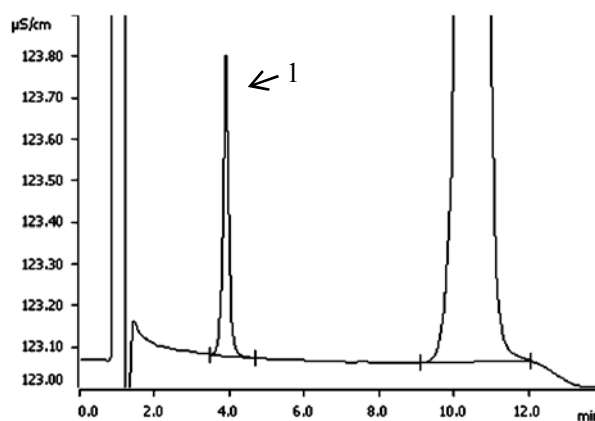


Fig. 1-2 IC chromatogram of potassium magnesium sulphate (Non-suppressed ion chromatography)
(Peak: 1=Chloride ion)

2) 検量線の検討

1 mg/L ~ 50 mg/L 相当量の塩化物イオン検量線用標準液を調製し、上記 2. 4) (2) の条件で測定して得られた面積を用いて検量線を作成した。両測定方法ともに 1 mg/L ~ 50 mg/L 相当量の範囲で高い決定係数が得られた (Fig. 2-1, Fig. 2-2)。なお、サプレッサー法において炭酸溶離液を用いたときに陰イオンでは検量線が二次曲線になることが知られている⁸⁾が、Fig. 2-1 の検量線を二次曲線で求めた場合、20 mg/L 相当量におけるピーク面積を直線と二次曲線の検量線で算出した場合の濃度の差が試料濃度換算で 0.094 % (質量分率) と定量下限値相当であり、検量線を直線で評価しても測定結果に影響を及ぼさないことから、サプレッサー法の検量線においても直線で算出することにした。

サプレッサー法はカラム通過後サプレッサーが陽イオンと水素イオンを置換することにより、溶離液である炭酸ナトリウムを解離の少ない炭酸に変えるほか、試料の対イオンも電気伝導度の高い水素イオンに置換するため、ノンサプレッサー法と比較し感度が高いことが知られている⁹⁾。本法においてもサプレッサー法はノンサプレッサー法に比べ検量線の傾きが 7.3 倍高い結果となった。

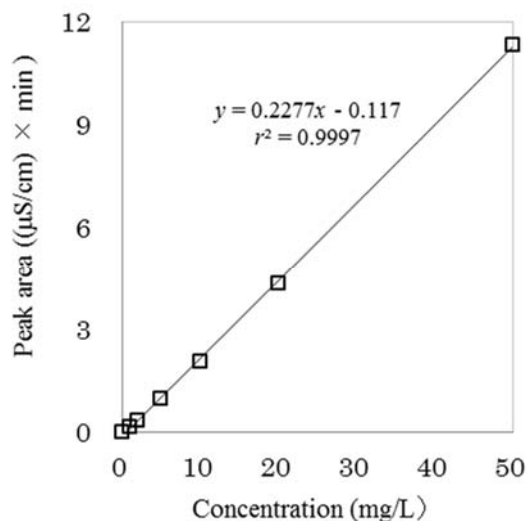


Fig.2-1 Calibration curves of chloride ion
(Suppressor method)

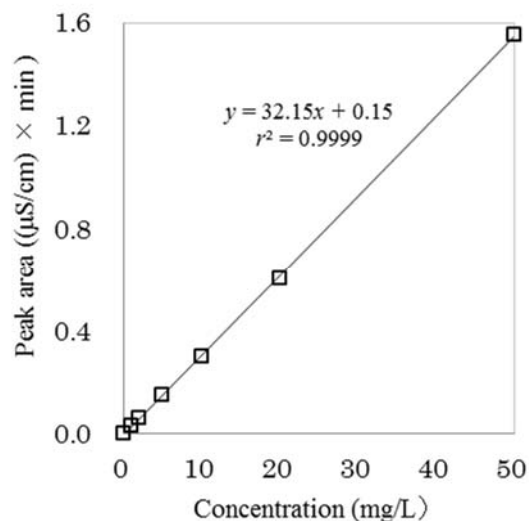


Fig.2-2 Calibration curves of chloride ion
(Non-suppressor method)

3) 前処理条件の検討

(1) 灰化の検討

牛ふん堆肥及び魚かす粉末については有機物が多量に含まれることから、分析試料を灰化することを検討することとした。分析試料 1 g を 250 °C で 1 時間以上加熱して炭化し、更に 450 °C で 8 時間以上強熱して灰化し、以下本法に従って塩化物イオンを分析した。灰化処理を実施した分析値と無処理の測定値を Table 2 に示した。その結果、灰化処理を実施した測定値は灰化処理を実施していない測定値に比べ低くなる傾向を示した。そのため、牛ふん堆肥及び魚かす粉末においても灰化させず、そのまま抽出して測定することとした。

Table 2 Influence of incineration in the pretreatment of cattle manure compost

	Chloride ion in the sample (%) ^{b)}		Incineration/Non-incineration (%)
	Incineration ^{a)}	Non-incineration	
Cattle manure compost 1	0.49	0.90	54.4
Cattle manure compost 2	1.45	1.63	89.3

a) After sample 1.00 g was incinerated by heating at 250 °C for not less than an hour and at 450 °C for not less than 8 hours, the ash was prepared in following to scheme 1.

b) Mass fraction

(2) 試料抽出に使用する水量の検討

有機物を多く含む牛ふん堆肥及び魚かす粉末について、抽出に使用する水の量を変えた場合、抽出に影響を及ぼすか検討した。その結果 (Table 3), 抽出水量 70 mL ~ 200 mL では影響を及ぼさなかったことから、抽出水量 100 mL で行うこととした。

Table 3 Influence of water volume as extraction solvent on extraction of chloride ion

Water volume (mL)	Chloride ion in the sample (%) ^{a)}	
	Cattle manure compost	Fish meal
70	1.50	1.40
150	1.49	1.45
200	1.49	1.39

a) Mass fraction

4) 希釈倍率の検討

イオンクロマトグラフ法においては、試料中の硫酸イオンなどのマトリックスが高濃度に存在すると測定対象イオンの溶出バンドの収束性が低下する「ミクログラジエント溶出作用」という特殊な分離条件をカラム内で作り出すことが知られている¹⁰⁾。また、硫酸イオンが測定用試料溶液中に高濃度に存在すると、ベースラインが不安定となる場合もある。そこで、マトリックスの影響を確認するため、上記 2. 4) 試験操作 (1) における抽出液の希釈倍率について検討した。希釈倍率を 5 倍、10 倍、20 倍、40 倍、50 倍、100 倍と変え、希釈後の濃度がそれぞれ 10 mg/L となるように塩化物イオン標準液を添加した硫酸加里の試料溶液を測定し、回収率を比較した結果を Table 4 に示した。

その結果、5～100 倍のいずれの希釈倍率においても、塩化物イオンの添加回収率は良好であった。また、いずれの希釈倍率においても塩化物イオンの保持時間周辺においてベースラインは安定していた。肥料の公定規格において硫酸加里、硫酸加里苦土、重炭酸加里は、塩素は 5 %以下と制限しているのに対し、検量線用混合標準液の濃度 1 mg/L～50 mg/L において、希釈倍率 20 倍のとき、肥料中塩素濃度は 0.2 % (質量分率)～10 % (質量分率)まで測定することが可能である。このため希釈倍率は 20 倍とし、検量線を越える可能性がある場合はそれ以上の倍率で希釈することとした。

Table 4 Effect of dilution rate on recovery of chloride ion

Dilution rate	Content ^{a)}	Mean
	(mg/L)	recovery ^{b)}
		(%)
5	10	99.5
10	10	99.5
20	10	101.4
40	10	100.7
50	10	101.3
100	10	100.4

a) Concentrations in measuring solution after dilution

b) $n=3$

5) マトリックスの確認

硫酸加里 (4 点)、硫酸加里苦土 (4 点)、重炭酸加里 (4 点)、牛ふん堆肥及び魚かす粉末 (4 点)、豚ふん堆肥 (2 点)、鶏ふん堆肥 (1 点)、馬ふん堆肥 (1 点)、食品残渣堆肥 (1 点) 及び建築廃材堆肥 (1 点) を測定したと

ころ、サプレッサー法及びノンサプレッサー法ともに定量を妨害する夾雑ピークは認められなかった。

6) 添加回収試験による真度の評価

硫酸加里, 硫酸加里苦土, 重炭酸加里, 牛ふん堆肥及び魚かす粉末を 3 点併行で添加回収試験を実施した結果を Table 5 に示した. 硫酸加里, 重炭酸加里については塩化物イオンとして 10 % (質量分率), 5 % (質量分率) 及び 2 % (質量分率) 相当量の塩化ナトリウムを添加し, 硫酸加里苦土, 牛ふん堆肥, 魚かす粉末については, 用いた分析用試料中にある程度塩素を含有することから, 硫酸加里苦土については塩化物イオンとして 10 % (質量分率), 5 % (質量分率) 及び 2 % (質量分率) となるように, 牛ふん堆肥は塩化物イオンとして 33.4 % (質量分率), 13.4 % (質量分率) 及び 6.7 % (質量分率) となるように, 魚かす粉末については塩化物イオンとして 9.1 % (質量分率), 3.0 % (質量分率) 及び 1.8 % (質量分率) となるように塩化ナトリウムを添加し 3 点併行で添加回収試験を実施した. その結果, いずれも肥料等試験法に示されている真度 (回収率) の目標以内であったことから¹¹⁾, 十分な真度を有していることが確認された.

Table 5 Result of recovery test of chloride ion

Sample	Content (%) ^{a)}	Suppressor method		Non-suppressor method		The criteria of the trueness ^{d)} (%)
		Mean recovery ^{b)} (%)	<i>RSD_r</i> ^{c)} (%)	Mean recovery ^{b)} (%)	<i>RSD_r</i> ^{c)} (%)	
Potassium sulphate	10	98.6	0.6	96.9	0.4	90~108
	5	100.0	0.2	99.8	0.4	85~110
	2	99.4	1.1	96.2	0.8	85~110
Potassium magnesium sulphate	10	99.5	0.4	97.4	0.4	90~108
	5	100.6	0.8	95.7	0.5	85~110
	2	98.4	0.7	94.8	1.8	85~110
Potassium bicarbonate	10	101.0	0.5	96.4	0.3	90~108
	5	103.2	0.3	96.6	0.3	85~110
	2	101.7	1.7	101.4	1.9	85~110
Cattle manure compost	33.4	100.8	0.3	100.2	0.5	90~108
	13.4	100.3	0.2	97.2	0.3	90~108
	6.7	101.6	0.7	97.6	0.3	85~110
Fish meal	9.1	98.9	0.4	96.7	0.3	85~110
	3.0	100.6	0.1	100.6	0.9	85~110
	1.8	96.2	0.5	93.3	1.1	85~110

a) Mass fraction

b) $n=3$

c) Repeatability relative standard deviation

d) Criteria of trueness (recovery) shown in Testing methods of fertilizers

7) 併行精度及び中間精度の評価

2 点併行で日を変えて 5 回分析を行った結果を基に, 一元配置分散分析を行って得られた併行精度及び中間精度を Table 6 に示した. いずれも肥料等試験法に示されている併行精度 (併行相対標準偏差) 及び中間精

度(中間相対標準偏差)の目安以内であったことから¹¹⁾, 十分な精度を有していることが確認された。

Table 6 Evaluation of repeatability and intermediate precision

<Measuring method> Sample	Repeatability				Intermediate precision		
	Mean ^{a)} (%) ^{b)}	s_r ^{c)} (%) ^{b)}	RSD_r ^{d)} (%)	$CRSD_r$ ^{e)} (%)	$s_{I(T)}$ ^{f)} (%) ^{b)}	$RSD_{I(T)}$ ^{g)} (%)	$CRSD_{I(T)}$ ^{h)} (%)
<Suppressor method>							
Potassium sulphate ⁱ⁾	9.9	0.01	0.1	4	0.03	0.3	6.5
Fish meal ^{j)}	6.1	0.03	0.5	4	0.07	1.1	6.5
<Non-suppressor method>							
Potassium sulphate ^{k)}	4.9	0.01	0.2	4	0.08	1.7	6.5
Potassium magnesium sulphate ^{k)}	4.9	0.02	0.4	4	0.06	1.2	6.5
Potassium bicarbonate ^{k)}	4.9	0.02	0.4	4	0.06	1.3	6.5
Cattle manure compost ^{l)}	13.2	0.04	0.3	4	0.16	1.2	6.5

a) Mean value ($n =$ Sample number of parallel test (2) \times Number of Test days (5))

b) Mass fraction

c) Repeatability standard deviation

d) Repeatability relative standard deviation

e) Criteria of repeatability (repeatability relative standard deviation)

shown in Testing Methods for Fertilizers

f) Intermediate standard deviation

g) Intermediate relative standard deviation

h) Criteria of intermediate precision (intermediate relative standard deviation)

shown in Testing Methods for Fertilizers

i) Addition of sodium chloride at 10 % (mass fraction) as chloride ion

j) Addition of sodium chloride at 6.1 % (mass fraction) as chloride ion

k) Addition of sodium chloride at 5 % (mass fraction) as chloride ion

l) Addition of sodium chloride at 13.4 % (mass fraction) as chloride ion

8) 定量下限等の確認

硫酸加里 1 点を用いた塩化物イオンの定量下限確認の試験結果を Table 7 に示した。硫酸加里に塩化ナトリウムを塩化物イオン含有量として 0.5 % (質量分率) となるように添加して 7 点併行試験を実施した。定量下限は (標準偏差) $\times 10$, また検出下限は (標準偏差) $\times 2 \times t(n-1, 0.05)$ として示されるので¹¹⁾, 本法の定量下限及び検出下限は両測定方式ともに 0.1 % (質量分率) 程度及び 0.03 % (質量分率) 程度と推定された。

Table 7 Estimation of the lower limit of quantitation (LOQ) of chloride ion

Sample	Measuring method	Content (%) ^{a)}	Mean ^{b)} (%) ^{a)}	s_r ^{c)} (%) ^{a)}	LOQ ^{d)} (%) ^{a)}	LOD ^{e)} (%) ^{a)}
Potassium	Suppressor method	0.5	0.487	0.008	0.08	0.03
sulphate	Non-suppressor method	0.5	0.526	0.006	0.06	0.03

a) Mass fraction

b) Mean value of the parallel test ($n=7$)

c) Repeatability Standard deviation

d) Lower limit of quantitation ($LOQ = s_r \times 10$)

e) Lower limit of detection ($LOD = s_r \times 2 \times t(n-1,0.05)$)

4. まとめ

イオンクロマトグラフ法により肥料中の塩素を塩化物イオンとして測定する試験法の検討を行ったところ、次のとおりの結果を得た。

(1) 硫酸加里(4点), 硫酸加里苦土(4点), 重炭酸加里(4点), 牛ふん堆肥及び魚かす粉末(4点), 豚ふん堆肥(2点), 鶏ふん堆肥(1点), 馬ふん堆肥(1点), 食品残渣堆肥(1点)及び建築廃材堆肥(1点)を測定したところ, サプレッサー法, ノンサプレッサー法ともに定量を妨害する夾雑ピークは認められなかった。

(2) 硫酸加里, 硫酸加里苦土, 重炭酸加里, 牛ふん堆肥及び魚かす粉末に塩化物イオンとして 1.8 % (質量分率) ~ 33.4 % (質量分率) となるように塩化ナトリウムを添加し, 3点併行で添加回収試験を実施した。その結果, 平均添加回収率は 93.3 % ~ 103.2 % であり, 肥料等試験法に示されている目標以内であった。

(3) 2点併行で日を変えて5回分析した結果, 併行相対標準偏差は 0.1 % ~ 0.5 % であり, 中間相対標準偏差は 0.3 % ~ 1.7 % といずれも肥料等試験法に示されている目安以内であった。

(4) 本法の定量下限は両測定方法ともに 0.1 % (質量分率) 程度, 検出下限は 0.03 % (質量分率) 程度と推定された。

(5) サプレッサー法及びノンサプレッサー法は感度が異なるがいずれも十分な性能を有していた。

文 献

- 1) 越野正義: 第二改訂詳解肥料分析法, p.199, 養賢堂, 東京 (1988)
- 2) 農林水産省告示: 肥料取締法に基づき普通肥料の公定規格を定める等の件, 昭和 61 年 2 月 22 日, 農林水産省告示第 284 号, 平成 27 年 1 月 9 日, 農林水産省告示第 52 号 (2015)
- 3) 農林水産省農業環境技術研究所: 肥料分析法(1992年版), 日本肥糧検定協会, 東京 (1992)
- 4) 毒物及び劇物取締法: 昭和 25 年 12 月 28 日, 法律第 303 号, 最終改正平成 27 年 6 月 26 日, 法律第 50 号 (2011)
- 5) Shodex: テクニカルレポート SI-52 4E によるハロゲン酸化物の分析
<<http://www.shodex.com/ja/dc/07/05/23.html>>
- 6) Shodex: テクニカルレポート 陰イオン(16)(NI-424 フタル酸溶離液)
<<https://www.shodex.com/ja/dc/07/06/02.html>>
- 7) Shodex: テクニカルレポート 溶出時間の温度依存性(SI-52 4E)

<<http://www.shodex.com/ja/dc/07/05/24.html>>

- 8) 田中一彦:役にたつイオンクロマト分析, p.92~93, 株式会社みみずく舎, 東京 (2009)
- 9) 岡田哲夫ほか:クロマトグラフィーによるイオン性化学種の分離分析~イオンクロマトグラフィーの基礎理論から実践まで~, p.104, 株式会社エヌ・ティー・エス, 東京 (2010)
- 10) 古月文志:イオンクロマトグラフィー~マトリックスイオンによる妨害とその対策~, ぶんせき, No.3, p.153~154 (2004)
- 11) 独立行政法人農林水産消費安全技術センター(FAMIC):肥料等試験法(2015)
<http://www.famic.go.jp/ffis/fert/obj/shikenho_2015.pdf>

Determination of Chloride in Fertilizers by Ion Chromatography (IC)

Satoko SAKAIDA¹, Mariko FUJITA² and Yuji SHIRAI¹

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

² Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fertilizer and Feed Inspection Department

(Now) Fukuoka Regional Center

An analytical method for determination of chloride as chloride ion in potassium sulfate, potassium magnesium sulfate, potassium bicarbonate, compost and fish meal by ion chromatography was developed. Chloride ion in fertilizers was extracted with water, and extract was analyzed by suppressed or non-suppressed ion chromatography. As a result of 3 replicate analysis in 5 fertilizer samples (potassium sulfate, potassium magnesium sulfate, potassium bicarbonate, cattle manure compost and fish meal) added sodium chloride at 1.8 % ~33.4 % of chloride ion as a mass fraction, the mean recoveries were 93.3 %~103.2 %. As a result of 5 tests on different days, repeatability as repeatability relative standard deviation (RSD_r) were 0.1 %~0.5 %, intermediate precision as intermediate relative standard deviation ($RSD_{I(T)}$) were 0.3 %~1.7 %. On the basis of 7 replicate measurements of a potassium sulfate with 0.5 % of chloride ion as a mass fraction, the limit of quantitative value (LOQ) was estimated at 0.1 % as a mass fraction. Those results, which had met condition of the criteria shown in Testing Methods for Fertilizers, indicated that the developed method was valid for the determination of chlorine in potassium sulfate, potassium magnesium sulfate, compost and fish meal.

Key words chloride, potassium sulfate, compost, fish meal, ion chromatography

(Research Report of Fertilizer, **8**, 50~60, 2015)