

54.64
146

詳解 肥料分析法

中村輝雄監修

今井次郎
三幣正巳
山添文雄
吉田信雄
越野正義
共著



— 1962 —

東京・書肆
株式會社

養賢堂發行

監 修 者

なか	むら	てる	お	
中	村	輝	雄	農業技術研究所肥料化学科長 農 林 技 官・農 学 博 士

執 筆 者

いま	い	じ	ろう	
今	井	次	郎	農業技術研究所肥料化学科 肥料分析法研究室長 農林技官
さん	べい	まさ	み	
三	幣	正	巳	同科肥料鑑定法研究室 農 林 技 官
やま	ぞえ	ふみ	お	
山	添	文	雄	同科肥料分析法研究室 農林技官・農学博士
よし	だ	のぶ	お	
吉	田	信	雄	同科肥料鑑定法研究室 農 林 技 官
こし	の	まさ	よし	
越	野	正	義	同科肥料分析法研究室 農 林 技 官

序

大正2年3月農事試験場から“肥料分析法”が創刊されて以来やがて50年を経過しようとしている。この間数多くの改訂や増補が行なわれてきたのであるが、今回文体も内容もかなり刷新された昭和37年5月版が農業技術研究所から刊行される運びとなった。これを契機として従来より関係多方面から要望の強かった公定分析法の解説書の出版が同所肥料化学科内において昨年当初企画され、その後1年有余を経た今日ようやく本書の完成をみた次第である。

一般に公定された標準分析法のたぐいは検定分析を目的としているため、迅速性はさておき正確さならびに精度のよいことが特に要求され、しかも一応の分析技術を身につけた人ならばだれでもでき、そのうえあまり特殊な試薬や装置を使用しないものであることが原則となっている。したがって肥料分析法の場合も公定書の文面どおり操作すれば一定した値が得られるものと考えられがちであるが、これは大変な誤りであって、実際には試料の種類・その成分含有量・夾雑物の内容などによりそれぞれ付随する細かい操作を適切に行ない、しかもある程度技術的に習熟しなければ決してよい結果を得ることはできない。この分析技術というものはとかく軽視されやすいが、その進歩向上がなければ肥料の品質改善もやはり期待できないのである。

こういった意味で分析操作を詳解した参考書はぜひとも必要なわけで、本書はこのような実技書としての使命には充分添ったつもりである。しかしながら単に手引き書として終わることは避けて操作の解説以外に各方法の来歴・原理・問題点などにも言及し、さらに公定法に採用されるに至っていない各種参考法もなるべく集録し、また特に文献の収集には意を注ぎ将来における方法の改良や新研究にも役立つように努めた。

著述に当たっては従来肥料分析法の研究に長年携わった5名の諸君がそれぞれ得意の部門を分担し、さらに執筆者の一人山添君がこれらを統一し相互に食い違いのないように編集したのであるが、なにぶん比較的短期間のうちにまとめたものだけになお述べ足りないところも多く残されていると思われる。この点は今後の増改訂に際して順次加筆訂正してゆく予定である。

本書が肥料分析に従事する諸賢の座右にあって大いに試薬によごされつつ活用されることを衷心より希望する次第である。

昭和 37 年 5 月

監 修 者 し る す



目 次

1 はしがき	
1.1 肥料分析法の沿革	1
1.2 凡 例	5
1.3 試 薬	7
2 供 試 品	
2.1 採取法	9
2.2 調製法	12
3 主成分の分析法	
3.1 水 分	14
3.1.1 一般水分 (加熱乾燥法)	14
3.1.2 遊離水分	18
3.1.2.1 通風法	18
3.1.2.2 減圧乾燥法	19
3.2 窒 素	20
3.2.1 窒素全量	20
3.2.1.1 硫酸分解法(硝酸性窒素を含有しない場合)	20
3.2.1.2 サリチル酸-硫酸分解法(硝酸性窒素を含有する場合)	27
3.2.1.3 還元鉄-硫酸分解法(硝酸性窒素を含有する場合)	28
3.2.2 硝酸性窒素	30
3.2.2.1 酸化窒素法	30
3.2.2.2 還元鉄法	33
3.2.2.3 デバルダ合金法	34
3.2.2.4 アルンド合金法	36
3.2.2.5 ニトロソ法	37
3.2.2.6 硫酸第一鉄法	38
3.2.2.7 フェノール硫酸法(比色法)	40
3.2.3 アンモニア性窒素	42
3.2.3.1 蒸留法	42
3.2.3.2 通気法	44
3.2.3.3 ホルモル法	46
3.2.4 尿素性窒素	50
3.2.4.1 ウレアーゼ蒸留法	50
3.2.4.2 ウレアーゼ直接滴定法	52
3.2.4.3 キサントヒドロール法	53
3.2.4.4 <i>p</i> -ジメチルアミノベンズアルデヒド法(比色法)	55
3.2.5 シアナミド性窒素(硝酸銀法)	57
3.3 りん酸	62
3.3.1 モリブデン酸-マグネシウム法(重量法)	63
3.3.2 モリブデン酸法(容量法)	72
3.3.3 バナドモリブデン酸法(比色法)	77
3.3.4 ピロりん酸マグネシウム法	85
3.3.5 ポーラログラフ法	86
3.4 加 里	88
3.4.1 塩化白金酸法	88
3.4.2 過塩素酸法	95
3.4.3 炎光法	98
3.4.4 テトラフェニルほう素酸法	100
3.4.4.1 重量法	100
3.4.4.2 容量法	105
3.4.5 ジピクリルアミン法	109

(ii) 目次

3.5	けい酸	112
3.5.1	塩酸法	113
3.5.2	過塩素酸法	116
3.5.3	けいモリブデン酸法(比色法)	117
3.5.4	重量・比色併用法	120
3.6	石灰	122
3.6.1	しょう酸法	123
3.6.2	アルカリ分(塩酸法)	129
3.6.3	エチレンジアミン四酢酸法 (キレート滴定法)	130
3.7	苦土	138
3.7.1	ピロりん酸マグネシウム法 (重量法)	138
3.7.2	りん酸マグネシウムアンモ ニウム滴定法(容量法)	144
3.7.3	エチレンジアミン四酢酸法 (キレート滴定法)	145
3.8	マンガン	147
3.8.1	臭素法	147
3.8.2	ビスマス酸法	150
3.8.3	過よう素酸法(比色法)	153
3.8.4	ポーラログラフ法	155
3.9	ほう素	156
3.9.1	マンニット法(容量法)	157
3.9.1.1	アルカリ滴定法	157
3.9.1.2	よう素滴定法	161
3.9.2	クルクミン法(比色法)	163
4	有害成分及び制限成分の分析法	
4.1	遊離硫酸(酸分)(アルカリ 滴定法)	169
4.2	ひ素	170
4.2.1	臭素酸滴定法(ひ素含量の 多い場合)	171
4.2.2	臭化第二水銀紙比色法(ひ 素含量の少ない場合)	172

4.3	硫青酸化物(チオシアン酸塩) (硫酸銅法)	174
4.4	スルファミン酸	176
4.4.1	亜硝酸滴定法	176
4.4.2	亜硝酸比色法	179
4.5	ビウレット性窒素	181
4.5.1	硫酸銅法	182
4.5.2	銅錯塩法	186
4.6	ジシアンジアミド性窒素	187
4.6.1	ニッケルグアニル尿素法	187
4.6.2	ピクリン酸銀法	190
4.6.3	ピクリン酸グアニル尿素法	192
4.7	亜硝酸(過マンガン酸法)	194
4.8	塩素または塩分(塩化物)	195
4.8.1	クロム酸カリウム指示薬法	196
4.8.2	フルオレセイン指示薬法	198
4.8.3	チオシアン酸滴定法	199
4.9	ニッケル	200
4.9.1	ジメチルグリオキシム法 (重量法)	201
4.9.2	ジメチルグリオキシム法 (比色法)	203
4.10	クロム(過マンガン酸法)	205
4.11	チタン	208
4.11.1	チオ硫酸法(重量法)	208
4.11.2	過酸化水素法(比色法)	211

5 その他各種成分の分析法

5.1	土砂(塩酸不溶解物)(塩酸法)	214
5.2	二酸化炭素(加里球増量法)	214
5.3	水溶性窒素(冷水振とう法)	217
5.4	シアナミド誘導体	219
5.4.1	メラミン性窒素(シアマル 酸メラミン法)	220

5.4.2	グアニジン性窒素 (ピクリン酸グアニジン法)	221
5.4.3	グアニル尿素性窒素 (ピクリン酸グアニル尿素法) ...	223
5.5	可溶性窒素 (炭酸リチウム振とう法)	226
5.6	尿酸性窒素	227
5.6.1	ピペラジン法	227
5.6.2	タングステン酸法	228
5.7	鉄及びアルミニウムの含量	231
5.7.1	酢酸アンモニウム法	231
5.7.2	アルコール法	233
5.8	鉄	235
5.8.1	塩化第一すず法	235
5.8.2	ポーラログラフ法	237
5.9	ふっ素	238
5.9.1	硝酸トリウム法	239
5.9.2	アルミニウム-ヘマトキシリン法 (比色法)	241
5.10	遊離りん酸 (アセトン・エチルエーテル浸出法)	244
5.11	pH (ガラス電極法)	247
5.12	塩基置換容量及び置換性塩基	249
5.12.1	酢酸アンモニウム浸透法	250
5.12.2	酢酸アンモニウム振とう法	253

6 肥料別各成分の分析方法

6.1	無機質窒素質肥料	255
6.2	無機質りん酸質肥料	256
6.3	無機質加里質肥料	257
6.4	有機質肥料	259
6.5	複合肥料	260
6.6	石灰質肥料	260

6.7	けい酸質肥料	261
6.8	苦土肥料	261
6.9	マンガン質肥料	262
6.10	ほう素質肥料	262
6.11	農薬その他の物が混入される肥料	262
6.12	肥料原料	263

7 肥料分析用参考図表

7.1	原子量表	265
7.1.1	(原子番号順)	266
7.1.2	(アルファベット順)	267
7.2	式量表	268
7.2.1	酸類	268
7.2.2	塩基類	269
7.2.3	塩類	269
7.3	分析結果算出係数表	273
7.4	比重表	277
7.4.1	酢酸	277
7.4.2	塩酸	278
7.4.3	過塩素酸	279
7.4.4	硝酸	280
7.4.5	りん酸	282
7.4.6	硫酸	283
7.4.7	アンモニア水	287
7.4.8	水酸化カリウム液	288
7.4.9	水酸化ナトリウム液	289
7.4.10	水酸化カリウム液及び水酸化ナトリウム液	290
7.4.11	アルコール	291
7.4.12	アルコール (図)	293
7.5	換算表	295
7.5.1	$Mg_2P_2O_7 - P_2O_5$	295
7.5.2	$K_2PtCl_6 - K_2O$	300
7.5.3	$KClO_4 - K_2O$	306

(iv) 目次

7.6 主要指示薬一覧表	313
7.7 汙紙及びガラス汙過器の製品一覧表	314
7.7.1 “東洋汙紙”の種類と性能	314
7.7.2 ガラス汙過器の種類	316
7.8 ふるいの規格表	316

7.9 普通肥料の公定規格一覧表	318
文 献	341
和書の部	341
洋書の部	350
索 引	364

図版目次

図 1 二分器 (rifle sampler)	11
図 2 秤量びん	15
図 3 ABDERHALDEN の乾燥器	16
図 4 共せんガラス容器 (水分定量用)	17
図 5 塩入・奥田式水蒸気蒸留装置	24
図 6 酸化窒素法による硝酸性窒素の定量装置	31
図 7 フェノール硫酸法における硝酸の吸収曲線	41
図 8 アンモニア性窒素定量用通気装置	44
図 9 かジメチルアミノベンズアルデヒド法における尿素的の吸収曲線	56
図 10 りん酸容量法におけるモリブデン酸アンモニウム液添加量	76
図 11 りんバナドモリブデン酸錯塩の吸収曲線(その 1)	84
図 12 りんバナドモリブデン酸錯塩の吸収曲線(その 2)	84
図 13 加里定量用汙過装置	111
図 14 けいモリブデン酸及びモリブデン青の吸収曲線	120
図 15 過マンガン酸カリウムの吸収曲線	153

図 16 ほう素滴定におけるマンニット使用量を異にする滴定曲線	160
図 17 ほう素比色用イオン交換装置	165
図 18 クルクミン法におけるほう素の吸収曲線	167
図 19 ひ素蒸留装置	172
図 20 ひ素定量装置	173
図 21 脂肪浸出器	183
図 22 硫酸銅法におけるピウレットの吸収曲線とアルカリ濃度との関係	185
図 23 ニッケルジメチルグリオキシムの吸収曲線	205
図 24 過酸化水素法におけるチタンの吸収曲線	212
図 25 加里球の装置	215
図 26 ピクリン酸メラミン, ピクリン酸グアニジン及びピクリン酸グアニル尿素の生成条件	225
図 27 ふっ素蒸留装置	240
図 28 アルミニウム-ヘマトキシリン及びヘマトキシリンの吸収曲線	243
図 29 塩基置換容量測定装置	251

1 は し が き

1.1 肥料分析法の沿革

農業技術研究所の前身である農事試験場が明治 24 年 (1891 年) に創設された当時は本・支場 6 カ所で、その後明治 29 年 (1896 年) には 3 カ所増設されて 9 カ所となり、それぞれに依頼分析制度が設けられた。その当時の分析法については詳細を知ることができないが、本・支場の担任技師に一任されていたようである。その後明治 35 年 (1902 年) 1 月に至りその分析法を統一して“農芸化学公定分析法”が定められた¹¹⁶⁾。その内容は原子量表・肥料分析法・土壌分析法・灰分分析法及び付録として水・食料品・飼料・醸造飲料・茶・タンニン質物・藍・煙草の分析法となっている。この分析法はその序文にあるように農事試験場本・支場における農産物及び農業に係のある物料の依頼分析業務用の公定法であった。この中の肥料分析法は供試品の調製法以下水分・灰分・有機物・窒素・りん酸・加里の 6 項目よりなる通法であって、窒素の部は全窒素の定量法としてケルダール (KJELDAHL) 法・ガンニング (GUNNING) 変法、硝酸性窒素の定量法としてシュレージング (SCHLÖSING) 法・シュレージング・ワグネル (SCHLÖSING-WAGNER) 法・ベッチャー (BÖTTCHER) 法、アンモニア性窒素の定量法として酸化マグネシウム法がある。またりん酸の部はモリブデン酸重量法及びくえん酸塩法と、水溶性りん酸・水及びくえん酸アンモニウム (中性) に不溶のりん酸・くえん酸アンモニウム (中性) に溶解するりん酸の供試液の調製法とがある。加里の部は加里塩・草木灰・有機化合物の供試液の調製法と塩化白金酸法とがあるにすぎない。このように簡単なものであるがこの分析法は後記の“肥料分析法”の母体をなすものであり、文体は当時の文語調で文章はきわめて簡明な表現形式を用いており、その形式は現在に至るまで受け継がれている。

なお肥料取締法が制定されたのは明治 32 年 (1899 年) で 2 年間の準備期間を置いて同 34 年 (1901 年) 12 月から実施された。この法律は急いで制定されたため不備の点が多いので同 41 年 (1908 年) には全面改正が行なわれた。そして現在のように業者に肥料の品質保証の責任を負わせ、検査官を取締に当たらせる近代的な体裁を整えるに至ったのであるが、その品質検定には農事試験場肥料分析法が採用されることになった。これにより取締法とこの分析法とが不可分の関係におかれ、法律の改正に伴って分析法の改訂が行なわれてきたのである。今その分析法改訂の変遷をたどって見るとき時

代による肥料事情がうかがわれ興味深いものがある。

次いで大正2年(1913年)3月には前記農芸化学公定分析法の中の肥料分析法にさらに各種の分析法を加え“肥料分析法”として単独に刊行された¹¹⁷⁾。これにより肥料検査に使用する簡単にしてかつ正確な分析方法が一定されたのであって、本冊子をもってわが国“肥料分析法”の創刊書とみなすことができる。その追加分の要項は次のような諸点である。まず試薬の純度が規定された。窒素の部ではウルシュ(Ulsch)法・デバルダ(DEVARDA)合金法が追記され、りん酸の部では中性くえん酸塩法を除きワグネル(WAGNER)法・ペーテルマン(PETERMANN)法がはいりそのほかくえん酸に溶解するりん酸・遊離りん酸の定量法が加わり、加里の部では塩化白金酸法と過塩素酸法とが併記された。なおこのほかに主要肥料の種類別にその必要成分の分析法が記載され、また分析用表が付録として巻末に一括されている。

なお昭和2年(1927年)には“肥料分析参考資料”が刊行された¹¹⁸⁾。この参考資料は主として米国肥料公定分析法を翻訳紹介したもので、その中には“肥料分析法”に記載のないトーマスりん肥の分析法や特殊成分の分析法としてほう素の定量法もみられる。そのほか硫酸アンモニアの遊離硫酸の定量法・りん鉱石の鉄及びアルミニウムの定量法・石灰窒素及びその変性加工肥料中の各種形態窒素の定量法なども掲載されている。すなわちこの頃より肥料事情がようやく複雑となり主要成分の分析のみでは肥料の品質を検定することが困難になったことがうかがわれる。

その後昭和11年(1936年)10月には大正2年版“肥料分析法”に追加付録としてグアノのアンモニア性窒素・石灰を含む中性りん酸質肥料の水溶性りん酸・レナニアりん肥のくえん酸アンモニアに溶解するりん酸・調合肥料ならびに化成肥料の水溶性加里(従来の煮沸法が振とう法に変わる)の定量法が採録された¹²⁰⁾。これらはいずれも各種新肥料の出現によってそれぞれの分析法を必要としたことによるものである。

続いて昭和13年(1938年)3月には“肥料分析法”・“肥料中特殊成分の分析法”・“肥料分析用表”の三部に分かれたものが刊行された^{121,122)}。その“肥料分析法”には試薬の純度に次いで新たに供試品の採取方法が規定された。水分の定量法では硝酸ソーダ・加里塩類の水分定量法が加わった。主要成分の定量法では一般に正確さならびに精度のよい一、二の方法にとどめその他の方法は整理されている。たとえば硝酸性窒素を含有するときの全窒素定量法のデバルダ(DEVARDA)合金法、りん酸定量法のくえん酸塩法などは掲載されていない。前者は諸外国においても公定法に採用している定評のある方法であるが、当時国内においては良質の合金が入手しがたかったため除かれ、また後者は簡便法であってその適用範囲にも制限があり、かつ実験結果の

正確さはモリブデン酸法に比し劣るため除かれたものと思われる。このようにこの時の改正では主成分の分析法はきびしく取り扱い、特殊成分の分析法と区別された。“肥料中の特殊成分の分析法”は硫酸アンモニア中の遊離硫酸・ひ素・硫青酸化物、石灰窒素中のシアナミド性窒素・ジシアンジアミド性窒素、硝酸ソーダ加里中の過塩素酸加里、塩化加里中のほう砂、加里肥料中の鉄及びアルミニウム、硫酸加里のアルカリ度・塩素、魚肥中の塩分、ぬか中の灰、土砂（塩酸不溶解物）などの定量法の 13 項目よりなり、土砂の定量法以外はいずれも肥料別に記載されている。これらは肥料取締法に基づく有害成分もしくは制限成分であって、取締法の改正に伴い必要となった分析法である。

また昭和 17 年（1942 年）3 月には前記 13 年版とほぼ同様のものが再版として発行された^{123,124)}。この時は肥料界関係者にその印刷物の需要が多かったため再版されたものであるが、特にくえん酸に溶解するりん酸の定量法などが加えられた。この定量法はさきに大正 2 年版に記載されてあったものが昭和 13 年版のとき除かれたのであったが、その後国内においてトーマスりん肥の製造が行なわれその分析法が必要となったため再録されたものである。

第二次世界大戦後憲法改正に伴って昭和 25 年（1950 年）5 月には肥料取締法の大改正が行なわれた。この改正により普通肥料の公定規格を設定する制度ができ、肥料の主成分及び有害成分などの定量方法は農事試験場（現農業技術研究所）法によることとなった。すなわちこれまでもいわゆる公定法に準じて取り扱われてきたが、この告示により正式に“肥料分析法”によるべき旨が規定されたのである。

戦後の肥料工業の発展はまことにめざましく、各種の新肥料が続々と出現して従来の分析法だけではとうてい処理し切れない状態となった。他方分析化学の進歩・発展も著しく旧来の分析技術のみに満足できなくなった。そこで農業技術研究所肥料化学科において分析法研究のための一室を設け、陣容を強化して鋭意新しい技術の導入に専念することになった。また肥料製造業者間の要望もあって過磷酸復興会議（現磷酸肥料協会の前身）分析分科会においては、農業技術研究所を交えて官民協力のもとに過りん酸石灰及びりん鉱石の分析法を検討する共同研究が行なわれるようになった。続いて硫安工業協会技術専門委員会製品分科会においても尿素関係の分析法について委員工場の実験室と東京肥料検査所及び農業技術研究所協力による共同研究が行なわれた。このようにして着々とその成果をあげそれらは逐次公定法に採用されていった。すなわち昭和 28 年（1953 年）2 月には大改訂を加えられた“肥料分析法”が農技研資料 B 第 1 号として刊行された⁷⁴⁾。この分析法は主要成分の分析法、特殊成分の分

析法、その他諸成分の分析法及び付録として分析用諸表を一括したものであって、体裁も横書となり本文 30 ページ、付録を含めて 68 ページの冊子である。この時の改正におけるおもなものはりん酸の定量法の改正である。従来の重量法による値が米国の AOAC 法に比較してやや低い値を示すことが指摘されその原因を検討した結果、中性法による沈殿生成法に改正したのである。そのほか石灰の定量法が通法となり、石灰肥料中の有効石灰及び有効苦土の定量法・硝酸塩含有肥料中の亜硝酸の定量法・マンガ肥料中のマンガンの定量法・りん鉱石中の鉄及びアルミニウムの含量の定量法・ひ素の比色定量法が新たに加わった。また硫酸アンモニア・硝酸ソーダ・加里塩の水分は 130°C で恒量に達するまで乾燥することに、く溶性りん酸は 1 g を 150 ml (20°C) の 2% くえん酸液で浸出する (従来は 5 g を 500 ml で浸出した) ことに改められた。

さらに昭和 32 年 (1957 年) 5 月には農技研資料 B 第 4 号として“肥料分析法”が刊行された⁷⁷⁾。このときのおもな改正点は尿素肥料・けい酸質肥料関係の分析法が加わったことである。まず窒素の部には硝酸性窒素の定量法としてデバルダ (DEVARDA) 合金法が復活し、りん酸の部には容量法、また加里の部には炎光法が採用された。尿素肥料関係では尿素性窒素・ビウレット性窒素の定量法のほか尿素性窒素共存下のアンモニア性窒素定量法として通気法・ホルモル法が加わり、またけい酸質肥料関係ではけい酸・マグネシウム・チタン・ニッケル・クロムなどの定量法が加わった。このほか特殊なものとしてほう素の比色法や鉄・ふっ素の定量法も採録された。なおこの時より供試品の調製は一般に 0.5 mm 目の網ふるいを通過させることになった (従来は 1 mm 目のふるいであった)。このようにして内容も著しく増加し、本文 52 ページ、付録を合わせて 94 ページとなった。また内容の増加ばかりでなく機器を使用する比色法や炎光法が採用されるに至ったことも著しい変化であって画期的なことである。

最近昭和 37 年 (1962 年) 5 月には農技研資料 B 第 6 号として現行の“肥料分析法”が刊行された⁷⁹⁾。この時の主要な改正点はりん酸の比色法が加わったことである。このほか新たに採録されたものは過塩素酸法によるけい酸の定量法、ピスマス酸法によるマンガンの定量法及びく溶性ほう素・スルファミン酸・遊離りん酸の定量法などである。一方く溶性成分の浸出は従来の 20°C 振とう法が 30°C 振とう法に改められ、またほう素比色法の供試液の調製にはイオン交換法を用いることになった。そのほか硫酸加里苦土・キーゼライトの輸入によりそれぞれ水溶性加里・水溶性苦土の定量法が一部修正され、また農薬肥料の出現に伴いこれに関する肥料成分分析上の注意事項が付記された。なおこの時の改正では当用漢字・現代かなづかい・新送りがなを採用

し用語もきわめて平易になった。

以上のように戦後における“肥料分析法”の変化は特に著しくおおむね 4～5 年ごとに改正されてきたが、今後もこの程度の増補改訂は続けられるであろう。なお昭和 36 年(1961 年) 10 月の肥料取締法の改正により従来の異物混入を許さない堅い禁止条項が一部緩和されたが、これに伴い今後は農薬・肥効増進剤・微量成分などを混入した肥料が続々出現することが予想される。このように肥料の種類や組成が複雑化してくればそれに応じた分析法が必要となり、その検討も一層多忙を窮めるであろう。一方機器や特殊試薬を利用する分析方法が進展すればするほど、これらを肥料分析へ応用する研究もますますその重要性を増してくることになるだろう。

1.2 凡 例

本書は 1962 年(昭和 37 年) 5 月農林省農業技術研究所発行の“肥料分析法”の解説を主体としてそのほか肥料分析に関連した各種参考法を併記したものであるが、始めに文中における煩雑さを避けるために使用した略語や単位などの略記号、そのほか原子量、文献引用法、用字・用語などについて説明しておく。

A. 略 語

公定法：農林省農事試験場もしくは農林省農業技術研究所発行の“肥料分析法”^{74~79, 117, 120, 121, 123})をいう。

現行法：前記の公定法のうち特に 1962 年(昭和 37 年) 5 月農林省農業技術研究所発行の“肥料分析法”⁷⁹)をいう。

農 試：農林省農事試験場

農技研：農林省農業技術研究所

J I S：日本工業規格 (Japanese Industrial Standards)

AOAC：The Association of Official Agricultural Chemists (アメリカ農芸化学者協会)

AOAC法：1960 年前記 AOAC において採用された公定分析法¹⁹⁷)をいう。

ASTM：American Society for Testing Materials (アメリカ材料試験協会)

B. 略 記 号

m：メートル	°C：度 (摂氏)	hr：時間
cm：センチメートル	mmHg：水銀柱ミリメートル	min：分
mm：ミリメートル	%：パーセント	o-：オルト
μ：ミクロン	ppm：百万分率	m-：メタ

(6) 1 はしがき

$m\mu$: ミリミクロン	M : モル濃度	μ : パラ
cc: 立方センチメートル	N : 規定度	$\text{Ca}^{2+}, \text{Al}^{3+}$ など: 陽イオン
l : リットル	d : 比重	$\text{Cl}^-, \text{SO}_4^{2-}$ など: 陰イオン
ml : ミリリットル	pH: 水素イオン濃度	鉄(II), Mn(IV) など:
kg: キログラム	(5.11・E.1) 参照	2価の鉄, 4価のマンガンなど
g: グラム	V: ボルト	No.: ナンバー(番号)
mg: ミリグラム	m.p.: 融点	p. または S.: ページ
μg または } : マイクログラム	b.p.: 沸点	~: ないし(例: 70~80°C)
γ } : またはガンマ	mol. wt.: 分子量	ca.: 約

C. 原子量 [現行法第1]

本書記載の分析法において採用する各元素の原子量は、国際原子量委員会決定 1957 年用による (7.1 参照)。

D. 溶解度

本書において一般に溶解度 x g とは溶媒 100 ml に溶ける溶質の g 数(x)を示す。

E. 汙紙

本書において記載の汙紙の種類は JIS に規定された分類³⁹⁾ で示す (7.7.1 参照)。

F. 解説方法及び文献引用法

本書において「現行法」の記載に当たっては、原文をそのまま転記しないで、なるべく具体的に補足注釈を加えつつ解説的に詳述した。したがって「現行法」の(付記)は本文中もしくは「注解」の方に包括されている。

また文献に関しては各方法の原著をはじめ、その後の改良報告、最近の新研究、総説など参考になるものは極力引用し、分析者の便を計るとともに今後の研究検討にも充分役立つように特に努めた。

なお文中における語句の右肩の小文字中、たとえば B.1), E.24) などは「注解」の番号を示し、7), 23), 145) などは引用文献 (p. 341~63 掲載) の番号を示す。

G. 用字・用語

当用漢字・現代かなづかい・新送りがなの使用を原則としたが、専門用語などのうち特殊な漢字については例外的にこれを使用した。

当用漢字以外の使用例: 芒 (芒硝), 泡 (気泡・防泡剤), 秤 (秤量・天秤), 苛 (苛性), 螢 (螢光灯), 頸 (頸部), 膠 (膠状), 夾 (夾雑物), 沫 (泡沫), 汙 (汙紙・汙過・汙別), 皿 (時計皿・蒸発皿), 槽 (液槽), 瀉 (傾瀉法), 灼 (灼熱), 橙 (黄橙色), 熔 (熔成りん肥)

1.3 試 薬 [現行法第2]

現行法では試薬の純度及び濃度に関する一般通則を冒頭にまとめて記載している。

A. 純度及び濃度

a. この分析法において使用する試薬はすべて化学薬品であって、その純度は特に記載する試薬のほかは JIS 1 級以上に合格するものまたはそれに相当する純度のものとする。

b. この分析法において使用する氷酢酸(B・1)、塩酸、過塩素酸、硝酸、りん酸、硫酸及びアンモニア水は、特に指定するものを除き次表の濃度のものとする。

試 薬	比 重	% (重量)	g/l	N	備 考
氷 酢 酸[CH ₃ COOH]	1.05	99.0<	1042	17.4	7.4.1 参照
塩 酸[HCl]	1.19	37.23	443	12.2	7.4.2 "
過 塩 素 酸[HClO ₄]	1.54	60.00	924	9.2	7.4.3 "
硝 酸[HNO ₃]	1.40	65.30	914	14.5	7.4.4 "
り ん 酸[H ₃ PO ₄]	1.70	84.72	1445	44.2	7.4.5 "
硫 酸[H ₂ SO ₄]	1.84	95.60	1759	35.9	7.4.6 "
アンモニア水[NH ₄ OH]	0.90	28.33*	255*	15.0	7.4.7 "

* NH₃ として

c. この分析法において表示する試薬の量は、特に記載するものを除きすべて結晶水を持つものは結晶水のある状態のままの重量とする(B・2)。

d. この分析法において単に水というのは、日本薬局方に定められた精製水の純度のものとする(B・3)。

e. この分析法において記載する試薬液は、特に指定するものを除き水溶液とする(B・4)。

f. この分析法においては液体試薬の希釈割合を表わすのに (a:b) をもって略示する。この場合 a は原試薬の容量, b は水の容量を示す (例: 塩酸 (1:3), アンモニア水 (1:10))。

g. この分析法におけるアルコールとはエチルアルコールをいい、記載する濃度は容量%を表わし、単にアルコールというのは無水のものとする (7.4.11 及び 7.4.12 参照)。

B. 注 解

1) 氷酢酸 (glacial acetic acid) という名称で 99% 以上の濃度のものが入手できるため濃度の指定を特に要しないので、現行法には掲載されていない。

(8) 1 はしがき

- 2) たとえばチオ硫酸ナトリウム約 10 g とは 5 水塩 [$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$] として約 10 g を意味する。
- 3) 日本薬局方第六改正までは蒸留水 (*aqua destillata*, distilled water) として規定されていたが、第七改正においては精製水 (*aqua purificata*, purified water) と改称して蒸留水以外にイオン交換樹脂を通して精製した水をも合わせて認めることになった⁶⁹⁾。このものの純度試験における蒸発残留物は 100 ml 中 1.0 mg 以下と規制されている。しかしながらイオン交換樹脂による精製水にはけい酸の残存するものが多いから、肥料分析においてたとえば多量の溶液を蒸発濃縮する操作を加える場合やけい酸の比色定量的場合 (3・5・3 参照) には、無けい酸の蒸留水を用いることが好ましい。一方キレート滴定において特に標準液の作製及び標定に当たっては蒸留水 (特に銅製蒸留器で製造された銅などの不純物を含むもの) よりむしろイオン交換樹脂によって精製された完全脱塩水の方が適している (3・6・3・E・17) 参照)。このようにその不純物の種類が問題となることがあるから、特殊な場合にはその分析に誤差を与えないような精製水を選定する必要がある。
- 4) この際たとえば $x\%$ の試薬液を調製するには、特に記載するもの以外は通常溶質 x g を水 (溶媒) に溶かして 100 ml とすればよい。この調製法は理論的に正確な重量% (溶質 x g を溶媒に溶かして 100 g とする, すなわち溶液 100 g 中に溶質 x g を含有する) を意味しないが、本書に掲載された分析法の範囲内では実用上差しつかえない。