

高速クロマトグラフによるオキサミドの定量法

誌名	日本土壌肥料学雑誌 = Journal of the science of soil and manure, Japan
ISSN	00290610
巻/号	555
掲載ページ	p. 473-474
発行年月	1984年10月

農林水産省 農林水産技術会議事務局筑波産学連携支援センター
Tsukuba Business-Academia Cooperation Support Center, Agriculture, Forestry and Fisheries Research Council
Secretariat



ノ ー ト

高速液体クロマトグラフによる
オキサミドの定量法*境 昭二**・高田 稔**
中川良二**・山田芳雄***

キーワード オキサミド, HPLC

1. はじめに

従来、窒素質肥料であるオキサミドの定量は、アルカリ剤として酸化マグネシウムを使った水蒸気蒸留法²⁾, TMS 化によるガスクロマトグラフ⁴⁾, 滴定法¹⁾, あるいは比色法³⁾などで行われていた。しかし、これらはいずれも定量性に疑問が指摘されており、信頼性の高いオキサミドの定量法の確立が望まれていた。

そこで、著者らは最近急速に汎用性が高まってきた、高速液体クロマトグラフ(HPLC)を用いてオキサミドの定量法について検討を行い、その結果、HPLCが定量の再現性、操作の難易、測定時間および定量範囲などにおいて優れていることが明らかとなったので報告する。

2. 測定法

1) 装置

(1) 液体クロマトグラフ：日本分光製，TRI-ROT-AR II.

(2) インテグレーター：ウォーターズ製 Data Module.

(3) デテクター：日本分光製 UVIDEC-100-III.

2) 測定条件

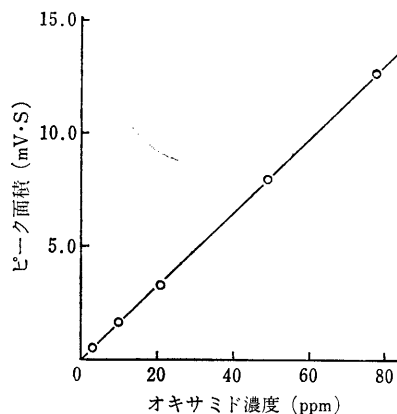
(1) 液体クロマトグラム用カラム：昭和電工製 S-801, 50 cm×8 mmφ, カラム温度は 50°C.

(2) 溶離液：1/15 M リン酸水溶液, 流速は 1.0 ml/min.

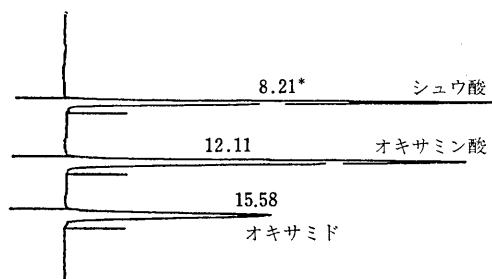
(3) 検出法：波長 210 nm での吸光度.

3) 検量線

シュウ酸ジエステルの加分解後、熱水再結により精製したオキサミドを用いて検量線を作成した(第1図)。その結果、濃度とピーク面積との間には、数 ppm の濃



第1図 オキサミドの検量線



第2図 オキサミド、オキサミン酸とシュウ酸のクロマトグラム

* 保持時間(分).

第1表 オキサミドピークの分離性

	オキサミド	オキサミン酸	シュウ酸
保持能	1.28	0.76	0.20
分離度	2.42	3.29	
対称性係数	1.6	1.9	1.4

度域から、良好な直線性が認められた。

4) オキサミドピークの分離性

オキサミドには、製法上あるいは分解性から考えて、シュウ酸やオキサミン酸が共存することが推測される。したがって、オキサミドの定量の際には、これらの化合物との分離性をあらかじめ考慮しておかねばならない。そこで、シュウ酸およびオキサミン酸を含有するオキサミド水溶液について、クロマトグラム(第2図)をとったところ、第1表に示すように、オキサミドピークの対称性はやや劣ったが、保持能ならびに分離度は満足する値を示した。

3. 結果と考察

前述の定量法を用いて、肥料中のオキサミドの定量を行った。その結果、窒素源としてリン酸アンモニウムと

* 本報の一部は昭和 57 年度日本土壤肥科学会福岡大会において発表した。

** 宇部興産(株)中央研究所(755 山口県宇部市大字小串 1978)

*** 九州大学農学部(812 福岡市東区箱崎 6-10-1) 昭和 59 年 2 月 18 日受理

日本土壤肥科学雑誌 第 55 巻 第 5 号 p.473~474 (1984)

第 2 表 化成肥料中のオキサミドの定量 (%)

化成肥料	全窒素 (ケルダール法)	アンモニア態窒素 (ホルモル法)	全窒素-アンモニア態窒素	オキサミド態窒素 (HPLC 法)
OX-30* (14-18-12)**	14.56	9.56	5.00	5.04
(14-10-14)	14.50	9.35	5.15	5.05
(14-4-14)	14.90	9.96	4.94	5.05
OX-20 (10-14-14)	11.29	8.47	2.82	2.71

* OX-N/TN (%), ** N, P₂O₅, K₂O 含有率 (%).

第 3 表 オキサミドの土壌からの回収

オキサミド添加量 (mg/100 g 乾土)	オキサミド回収量 (mg/100 g 乾土)	オキサミド回収率 (%)
5	4.6	92.0
10	9.8	98.0
20	19.6	98.0
40	39.3	98.3

所定量の風乾土に粉状のオキサミドを加え、オキサミドの分解を停止させるための昇汞 (150 mg/100 g 乾土) を加えたのちに、300 ml の水で 1 時間振盪抽出した。

オキサミドで製造した化成肥料において、ケルダール法で求めた全窒素とホルモル法³⁾で求めたアンモニア態窒素の差が、HPLC 法で求めたオキサミド態窒素の値とほぼ一致した (第 2 表)。

また、土壌中のオキサミドは第 3 表に示すように、オキサミドを溶解させるに十分な条件、すなわち、溶解度 (16 mg/100 ml, 20°C) の 80% 以下の濃度になるように水で振盪抽出することによりほぼ定量的に回収することができた。さらに、植物中のオキサミドは、同時に抽出

されるフマル酸がオキサミドのピークに近接して現われるため、定量することができなかった。しかし、この場合フマル酸を除去するために、抽出液を陰イオン交換樹脂 (Dowex 1-8 の酢酸型) に通すことにより目的が達成された。

このように、肥料、土壌および植物中のオキサミドは、多少の前処理を施すことにより HPLC で測定することができる。

文 献

- 1) DeMENT, J.D., HUNT, C.M. and STANFORD, G.: Hydrolysis, Nitrification, and Nitrogen Availability of Oxamide as Influenced by Granule Size. *Agric. Food Chem.*, **9**, 453-456 (1961)
- 2) 尾形 保・芳之内賢二: 緩効性窒素肥料としての oxamide について (第 1 報), 土肥誌, **29**, 51-56 (1958)
- 3) 宇部興産(株): 肥料公定規格改正要望書, p.17-19 (1978)
- 4) 山口益郎・木村良仁: オキサミドの緩効性発現機構, 土肥要旨集, **18**, 104 (1977)
- 5) 山添文雄・越野正義・藤井国博・三輪脊太郎: 詳解肥料分析法, p.39-43, 養賢堂 (1973)