

腐葉土の判定法に関する研究について

渡邊 裕之*, 柴田 正志*, 中村 文雄*

Study on Identification of Leaf Moulds

Hiroyuki WATANABE*, Masashi SHIBATA* and Fumio NAKAMURA*

*Central Customs Laboratory, Ministry of Finance

6-3-5, Kashiwanoha, Kashiwa, Chiba 277-0882 Japan

In the previous paper on a study of discriminating between leaf moulds and fallen leaves, their carbon nitrogen ratios were reported. This time, 20 samples of leaf moulds on the market were collected and the contents of humic acid in them were determined. The contents ranged from approximately 5% to 20%. On the other hand, our own leaf mould samples were decayed in our laboratory and their humic acid contents were determined. The samples collected in 2, 8, 16 and 28 weeks respectively contained 15.3%, 7.2%, 5.2% and 5.3% humic acid. Since the humic acid content of our leaf moulds which had decayed for only 2 weeks fell within the range of humic acid contents in the commercial leaf moulds, it was difficult to distinguish moulds from fallen leaves by the humic acid content. Infrared spectra of commercial leaf moulds and our leaf moulds were similar to those of fallen leaves. It was found that a longer decay time weakened the infrared absorption peak of 1740 cm^{-1} of our leaf moulds.

1. 緒 言

2. 実 験

現在、腐葉土は関税率表において税番第2530.90号（統計細分000）（基本税率無税）に分類されている。一方、腐熟が進んでいない落ち葉は税番第1404.90号（統計細分499）（協定税率6%）に分類されている。この両者には税率格差があるため、区別する上で分類基準を明確にする必要がある。

前報¹⁾において、一般に国内で流通されている市販腐葉土は炭素窒素比（C/N比）が50%以下であることが認められた。また、関税中央分析所内で腐熟させた落ち葉（自作腐葉土）は、腐熟が進むにつれC/N比が低下する傾向にあることが確認された。

腐植酸は、植物遺体中にあるリグニンの分解物と微生物タンパクの分解物とが結合して生成する物質であるとされている²⁾。したがって、腐熟過程にある落ち葉中の腐植酸含有率は落ち葉の腐熟に従い高くなることが期待される。そこで、本報告では、腐葉土の判定のさらなる指標として、腐植酸、とくにその含有率に着目して研究を行った結果及び赤外吸収スペクトルによる成分的な考察も加えたことについて報告する。

2. 1 試料

市販腐葉土：前報¹⁾で使用した市販腐葉土20種を粉末乾燥させたもの。

自作腐葉土：前報¹⁾で使用した関税中央分析所内で堆積、腐熟させた落ち葉を粉末乾燥させたもの。

落ち葉：赤外吸収スペクトルの対照として、関税中央分析所近辺で収集した腐熟していない広葉樹の落ち葉

2. 2 試薬

界面活性剤含有4%塩酸溶液：適量の蒸留水に特級塩酸（和光純薬工業㈱製）100 mLを加え、これに500 mgのドデシル硫酸ナトリウム（和光純薬工業㈱製）を加えた後、更に蒸留水を加えて正確に1 Lとする。

界面活性剤含有0.04%塩酸溶液：界面活性剤含有4%塩酸溶液10 mLを正確にとり、これに蒸留水を加えて正確に1 Lとする。

1%水酸化ナトリウム溶液：水酸化ナトリウム（和光純薬工業

* 財務省関税中央分析所 〒277-0882 千葉県柏市柏の葉6-3-5

(株製) 10 g を蒸留水に溶かして正確に1 L とする。

20%塩酸液：特級塩酸（和光純薬工業(株製)）と蒸留水を容量比1：1の割合で混合する。

(4+1000) 塩酸液：特級塩酸（和光純薬工業(株製)）と蒸留水を容量比（4：1000）の割合で混合する。

2. 3 装置

フーリエ変換赤外分光光度計：NEXUS 670（Nicolet 社製）

2. 4 実験方法

2. 4. 1 腐植酸の定量

腐植酸の定量は、農林水産省告示、土壤改良資材品質表示基準、別紙試験方法、1 泥炭及び腐植酸質資材の試験方法を一部改良して行った。詳細は以下のとおり。

I 前処理

乾燥、粉碎し均質化した試料約1.5 g を遠沈管に正確にとり、これに界面活性剤含有4%塩酸液50 ml を加えて1時間回転振とう後、3,000 rpm、20分間遠心分離し、上澄み液を除去する。得られた沈殿物を界面活性剤含有0.04%塩酸液で3回洗浄する。

II 腐植酸の抽出

洗浄操作を終えた沈殿物に1%水酸化ナトリウム溶液50 ml を加え、1時間回転振とうし、その後3000 rpm、20分間、遠心分離する。得られた上澄み液をビーカーに移す。この操作を更に3回繰り返し、上澄み液の合計量を腐植酸抽出液とする。

III 腐植酸の精製

腐植酸抽出液に20%塩酸液を加えて、pH を1.0になるように調整する。一晩放置後、ビーカーの内容物を遠沈管に移して3000 rpm、20分間、遠心分離した後、上澄み液を除去する。沈殿物に(4+1000)塩酸液50 ml で3回洗浄する。洗浄の終わった沈殿物を105℃で5時間乾燥後秤量し、腐植酸とした。

2. 4. 2 腐葉土の赤外吸収スペクトル測定

FT-IR（NICOLET 社製）を用い、市販腐葉土20種及び自作腐葉土の赤外吸収スペクトルをKBr法により測定した。

3. 結果及び考察

3. 1 市販腐葉土の腐植酸含有率

この研究では、一般的な腐葉土の特徴を調べるために、国内で流通している多様な20種類の市販腐葉土を用意し、それらの腐植酸含有率を測定した。腐葉土のC/N比は前報の結果を活用した。市販腐葉土の腐植酸含有率は平均値が10.9%であり、最小値が4.5%，最大値が20.4%であった。このことから、一般的な腐葉土についても腐植酸含有率がおよそ5%～20%の範囲内にあると推測される。

また、市販腐葉土の腐植酸含有率は、C/N比が低くなるに従い高くなるという相関が見られた（Fig. 1）。C/N比は腐熟とともに減少することが前報で確認されており、C/N比と腐植酸含有率には相関が見られるのは興味ある事実である。

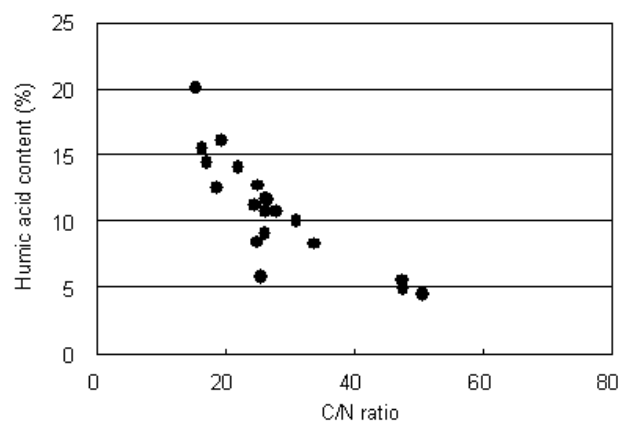


Fig.1 Relationship between Humic acid content and C/N ratio of commercial leaf moulds.

3. 2 自作腐葉土の腐植酸含有率

自作腐葉土の腐植酸含有率はそれぞれ15.3%，7.2%，5.7%及び5.3%であった。腐熟のほとんど進んでいない自作腐葉土についても市販腐葉土から得られた腐植酸含有率の範囲内（4.5%～20.4%）にあることから、腐植酸含有率による腐葉土の判別は難しいことが分かった。

腐植酸含有率は落ち葉の腐熟の進行に従い増加すると考えられる。しかし、本研究では自作腐葉土の腐植酸含有率は腐熟が進むに従い減少していった（Fig. 2）。

腐植酸は溶解性に基づく分析操作上の区分であり、腐植物質そのものではない。また腐植酸を腐植物質と非腐植物質に完全に分別することは不可能である³⁾。本研究における腐熟の進行に伴う腐植酸含有率の低下は、腐植物質の蓄積よりもアルカリ可溶性かつ酸不溶性である非腐植物質の減少のため生じたものと推測される。今回の研究では腐熟期間を28週間で終わらせたが、腐熟期間をさらに伸ばせば、腐植酸中の非腐植物質の減少が安定し、また腐植物質の増加のため、腐植酸含有率が増加することも考えられる。

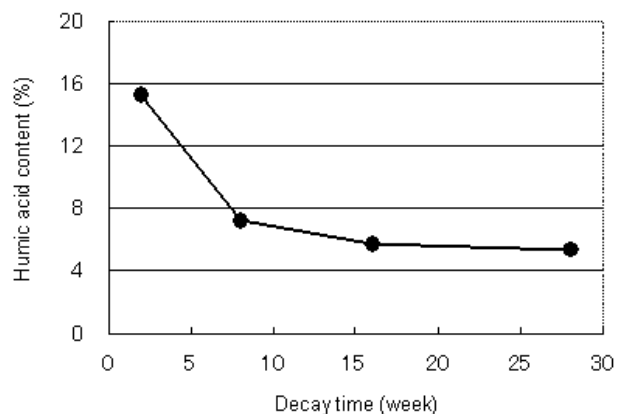


Fig.2 Humic acid content (%) of our own leaf moulds decayed for 2, 6, 16, and 28 weeks.

3. 3 市販腐葉土と自作腐葉土の赤外吸収スペクトル

市販腐葉土及び自作腐葉土の赤外吸収スペクトル (Fig. 3) は、落葉広葉樹の落ち葉の赤外吸収スペクトルに類似した。市販腐葉土の赤外吸収スペクトルでは、落ち葉のスペクトルには観測される 1740 cm^{-1} の吸収がなかった。また、自作腐葉土の赤外吸収スペクトルでは、腐熟期間が2週目には存在した 1740 cm^{-1} のピークが腐熟が進むにつれ連続的に弱くなっていき、腐熟期間が28週目にはほとんど見られなくなった (Fig. 4)。 1740 cm^{-1} の吸収はカルボニル基の吸収であり、この官能基を有する化合物の減少が腐熟の進行と関わりがあると推測され、腐葉土の判別にも利用しうのではないかと考えられる。しかし、腐葉土の赤外吸収スペクトルによる判別は成分的な挙動との関連を含めてさらなる検討が必要である。

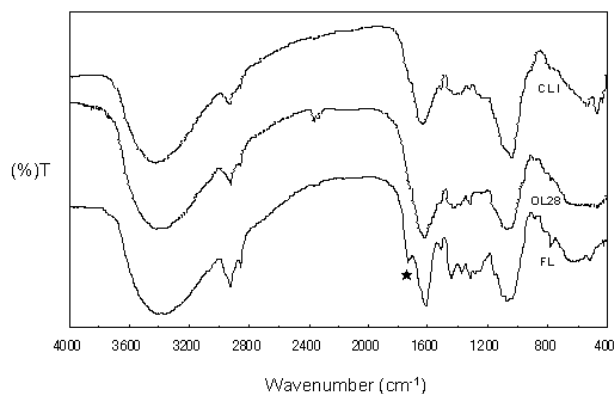


Fig.3 Infrared spectra of commercial leaf moulds, our own leaf moulds and fallen leaf. CL I, OL28 and FL mean Commercial leaf moulds, Our own leaf moulds, and fallen leaf, respectively. CL I was 9.1% of humic acid content. OL 28 was decayed for 28 weeks. ★ represents peak of 1740 cm^{-1} .

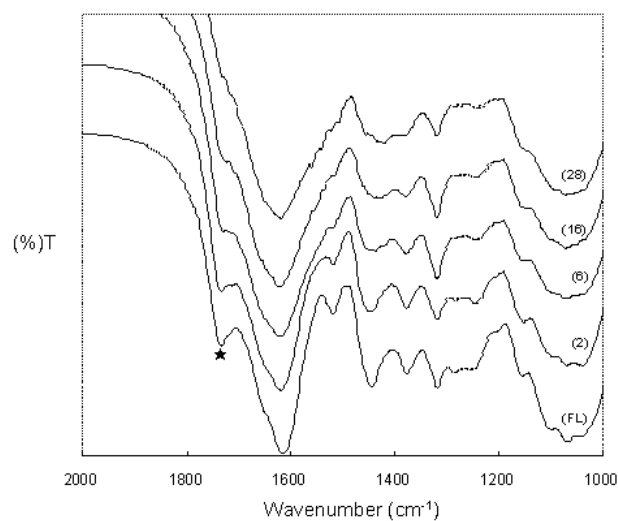


Fig.4 Infrared spectra of our own leaf moulds and fallen leaf. (28), (16), (6), and (2) are our own leaf moulds, each number in parentheses expresses decay time (week). (FL) is fallen leaf. ★ represents peak of 1740 cm^{-1} .

4. 要 約

我々は前報に引き続き、腐葉土の判定法に関する研究を行った。市販腐葉土20種の腐植酸含有率はおおよそ5%~20%の範囲内にあった。一方、腐熟期間が2, 8, 16及び28週間の自作腐葉土の腐植酸含有率はそれぞれ15.3%, 7.2%, 5.7%及び5.3%であった。腐熟期間がわずか2週間の自作腐葉土の腐植酸含有率が市販腐葉土の腐植酸含有率の範囲内にあることから、腐植酸含有率による腐葉土の判別は難しいことが分かった。次に、市販腐葉土及び自作腐葉土の赤外吸収スペクトルを測定したところ、それらのスペクトルは腐熟していない落ち葉のスペクトルに類似した。また、赤外吸収スペクトルは自作腐葉土において腐熟期間が長くなるに従い 1740 cm^{-1} の吸収が弱まることが分かった。

文 献

- 1) 三坂純子, 新井健司, 中村文雄: 関税中央分析所報, **44**, 21 (2004).
- 2) 川口桂三郎著: “土壌学”, (1965), (朝倉書店).
- 3) 熊田恭一著: “土壌有機物の化学第2版”, (1981), (学会出版センター).