

## 近赤外分析法による堆肥の成分分析

林薫月<sup>1</sup>・斉藤正志

Analysis of Compost components with Near Infrared Reflectance Spectroscopy

Katsuki HAYASHI<sup>1</sup>, Masashi SAITO

<sup>1</sup> 現 福井県奥越高原牧場

### 要 約

家畜排せつ物の作物等栽培への利活用促進に必要な、堆肥成分の簡易迅速測定技術を確立するために、近赤外分析法による堆肥の成分分析を検討した。

堆肥等全体について作成した検量線は、EC、全炭素、全窒素およびリン酸(P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)についての相関係数が0.93~0.98であり、検量線の有効性を検証した結果は、近赤外分析での推定値と化学分析値の相関係数が0.87~0.93、水野らの提案するEI値でB~Aの評価となり、簡易分析法として利用できると考えられた。

牛ふん堆肥等の検量線は、ECおよび全窒素について相関係数が0.93および0.96となり、検量線の有効性を検定した結果は、近赤外分析での推定値と化学分析値の相関係数が0.84~0.91、EI値はBの評価であった。全炭素については、検量線の相関係数は、0.97と高かったが、EI値の評価はCだった。しかし、これについても、簡易分析法としては利用できると考えられた。

### I 緒 言

環境および資源循環に対する関心が高まるなか農業環境3法が制定された。当県においても「福井県における家畜排せつ物の利用の促進を図るための県計画」を策定し、資源としての家畜排せつ物の利用を促進することとしている。しかし、家畜排せつ物を原料に生産した堆肥は、畜種、副資材の有無および腐熟期間等の違いから、堆肥に含まれる肥料成分の含量が把握しにくく、耕種農家の利用を阻害する一因となっている。そのため、既に飼料分析には実用化されている近赤外分析法<sup>1)</sup>を用いて、堆肥成分を簡易および迅速に測定する検討を行った。

### II 試験方法

#### 1 供試堆肥等

平成12年度から15年度までに県下で収集した

堆肥150点を供試した。収集した堆肥は、40℃で1週間、通風乾燥した後、粉碎して化学分析を実施した。近赤外分析には、粉碎した試料を0.5mmスクリーンを取り付けて微粉碎を行い、試験に供した。

#### 2 化学分析法

粉碎した試料は、水分、pH、EC、全炭素、全窒素、リン酸(P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)、カリ(K<sub>2</sub>O)を測定した。水分は、通風乾燥器を用い、105℃で恒温になるまで測定し、pHはガラス電極pH計、ECは電気伝導率計により測定した。全炭素および全窒素は乾式燃焼法<sup>2)</sup>を用いた。

リン酸は湿式灰化後、モリブデンブルー法<sup>3)</sup>により、カリは湿式灰化後、原子吸光光度法<sup>4)</sup>により測定した。

#### 3 近赤外分析法

近赤外分析にはブランルーベ社のインフララ

イザー500を用い、データ処理ソフトとして I D A S を、試料の分類には P I C K S を用いてランダムに検量線作成用試料と検定用試料に分類した。検量線の作成には作成用試料の1100nmから2500nmの吸光度を2nm間隔で測定し、ステップアップサーチプログラムによって従来分析値との重回帰式を作成した。検量線は検定用試料を用いて推定精度を検定した。有効性は、化学分析値と近赤外分析値との相関係数(r)、標準偏差(SEP)、誤差の標準偏差(SDP)、誤差の平均値(Bias)から精度の高い検量線を選定し、水野らの提案する E I 値<sup>5)</sup>で評価した。

#### 4 近赤外分析法による検量線作成の区分

検量線は、畜種を限定しない堆肥等全体のものと、牛ふんを原料にした牛ふん等堆肥のものを作成した。堆肥等全体の検量線作成に使用した試料は145点であり、内訳は牛ふん等堆肥121点、豚ふん等堆肥5点、鶏ふん等堆肥15点、その他4点であった。牛ふん等堆肥の検量線作成には119点の試料を使用した。

### III 結果および考察

#### 1 検量線の作成

検量線の作成および検定に用いた試料の化学分析値を表1および表2に、その分布を図1および図2に示した。検量線は分析対象となる成分すべての範囲が分析できることが理想で、作成試料は各成分とも含有量に広いレンジを持たせ、レンジ内に平均的に分布するように心がける<sup>1)</sup>ことになっている。しかし、今回、P I C S で分類した検量線作成用試料は、概ね広いレンジを持つことはできたが、分布は平均値近くに集中した。

表3に作成した検量線重回帰式の使用した波長数、重相関係数(r)、検量線の標準誤差(SEC)および選択波長を示した。使用した波長数は4~7であり、これは複雑な構成物の検量線を原スペクトルで作成した場合の使用できる波長数<sup>1)</sup>の範囲内である。堆肥等全体では、EC、全炭素、全窒素およびリン酸でrが0.93~0.98

と高く、SECが低い検量線が得られた。牛ふん等堆肥では、EC、全炭素、全窒素およびC/Nでrが0.93~0.98と高く、SECが低い検量線が得られた。

#### 2 検量線の検定

検量線の検定結果を表4に、近赤外分析値と化学分析値の相関を図3および図4に示した。堆肥等全体について作成した検量線の有効性を検定した結果は、EC、全炭素、全窒素およびリン酸について、近赤外分析での推定値と化学分析値の相関係数が0.87~0.93、水野らの提案するEI値でB~Aの評価となった。牛ふん等堆肥の検量線の有効性を検定した結果は、ECおよび全窒素について、近赤外分析での推定値と化学分析値の相関係数が0.84および0.91、EI値はBの評価であった。それ以外の分析項目の評価はCだった。

近赤外分析法では、全窒素および全炭素については検量線作成に使用するスペクトルの種類および重回帰分析法に関わらず、推定精度の高い検量線が得られている<sup>6), 7)</sup>。また、リン酸およびカリについては、牛ふん堆肥の検量線を原スペクトル・重回帰法で作成した場合<sup>6)</sup>および肉牛ふん堆肥を2次微分スペクトル・部分最小2乗法で作成した場合<sup>8)</sup>は実用上有効なものが得られ、畜種を限定せずに2次微分スペクトル・重回帰法で作成した場合は、リン酸は中程度、カリの推定は困難<sup>7)</sup>という報告がある。

今回作成した検量線において、堆肥等全体では、EC、全炭素、全窒素およびリン酸について推定精度の高い検量線が得られた。リンは近赤外域で吸収を示さないが、①無機質が有機態などの形で存在し吸収スペクトルに反映される、②無機質が水に水和することによって水の吸収に変化が起きるなどの理由で近赤外法による分析の可能性が考えられており<sup>9)</sup>、また、レンジの広い試料を原スペクトル・重回帰法で検量線を作成したことも理由として考えられた。牛ふん等堆肥においては、ECおよび全窒素については精度の高い検量線が得られたが、全炭素の評価はCでわずかに推定精度が高い検量線となった。堆肥を農地還元等に利用する場合、

窒素含量およびC/Nが重視されるため、スクリーニングとしての簡易分析法としては利用できると考えられた。

表1 堆肥等全体の成分範囲

	作成用試料 (n=95)					検定用試料 (n=50)				
	最小	最大	範囲	平均	標準偏差	最小	最大	範囲	平均	標準偏差
水分 (%)	7.62	82.76	75.14	56.31	17.30	8.74	82.42	73.68	59.92	14.01
pH	6.79	12.26	5.47	8.38	0.76	6.96	10.02	3.06	8.53	0.58
EC (mS/cm)	1.48	9.57	8.09	4.56	1.67	1.34	6.56	5.22	3.97	1.05
C (%)	20.69	48.40	27.71	39.02	5.19	29.97	50.05	20.08	40.51	3.43
N (%)	0.68	4.43	3.75	2.02	0.80	0.62	2.70	2.08	1.71	0.45
C/N比	5.47	70.62	65.15	22.49	9.95	11.11	74.76	63.65	26.42	12.25
P2O5 (%)	0.66	10.36	9.69	2.58	2.12	0.50	7.26	6.76	1.66	0.99
K2O (%)	0.51	4.74	4.22	2.58	0.91	0.64	3.80	3.17	2.34	0.67

注)炭素、窒素、リン酸、カリについては乾物あたり%

表2 牛ふん等堆肥の成分範囲

	作成用試料 (n=78)					検定用試料 (n=41)				
	最小	最大	範囲	平均	標準偏差	最小	最大	範囲	平均	標準偏差
水分 (%)	32.60	91.69	59.09	63.08	10.59	23.39	81.22	57.83	57.71	13.72
pH	6.31	10.02	3.71	8.46	0.67	7.11	9.59	2.48	8.57	0.52
EC (mS/cm)	0.98	8.01	7.03	4.06	1.32	2.36	6.52	4.16	4.31	0.90
C (%)	24.98	48.19	23.22	39.91	4.26	33.61	43.70	10.09	39.32	2.79
N (%)	0.71	2.75	2.04	1.76	0.44	1.08	2.63	1.54	1.76	0.36
C/N比	13.74	61.62	47.88	24.50	8.54	16.17	32.87	16.70	23.26	4.77
P2O5 (%)	0.53	4.83	4.29	1.71	0.76	0.73	3.60	2.88	1.69	0.70
K2O (%)	0.55	5.01	4.47	2.41	0.88	1.36	3.88	2.52	2.55	0.55

注)炭素、窒素、リン酸、カリについては乾物あたり%

表3 検量線の作成結果

区分	項目	波長数	r	SEC	選択波長							
堆肥等全体	WATER	6	0.83	10.10	1932	1960	2036	2320	2420	2436		
	PH	8	0.83	0.44	1668	1676	1720	1776	1904	1908	2248	2396
	EC	7	0.93	0.65	1100	1980	1996	2004	2140	2292	2344	
	C	6	0.95	1.70	1176	1412	1936	2204	2372	2428		
	N	5	0.98	0.17	1896	1980	2132	2152	2440			
	C/N	4	0.85	5.28	1404	1424	1880	2012				
	P205	7	0.96	0.58	1896	2064	2256	2328	2348	2388	2416	
	K20	5	0.81	0.54	1440	1992	2148	2280	2372			
牛ふん等堆肥	WATER	8	0.83	6.25	1912	1928	1944	2008	2124	2148	2304	2312
	PH	6	0.72	0.48	1944	1976	1980	2072	2256	2320		
	EC	7	0.93	0.52	1120	1136	1408	1956	1988	2024	2136	
	C	6	0.97	1.05	1724	1772	2020	2168	2212	2216		
	N	6	0.96	0.13	1892	2016	2136	2160	2496	2500		
	C/N	5	0.91	3.67	2140	2160	2260	2264	2496			
	P205	5	0.88	0.36	1900	2088	2152	2328	2368			
	K20	5	0.81	0.53	1456	1896	1956	1960	1980			

注) r : 相関係数  
SEC : 検量線の標準誤差

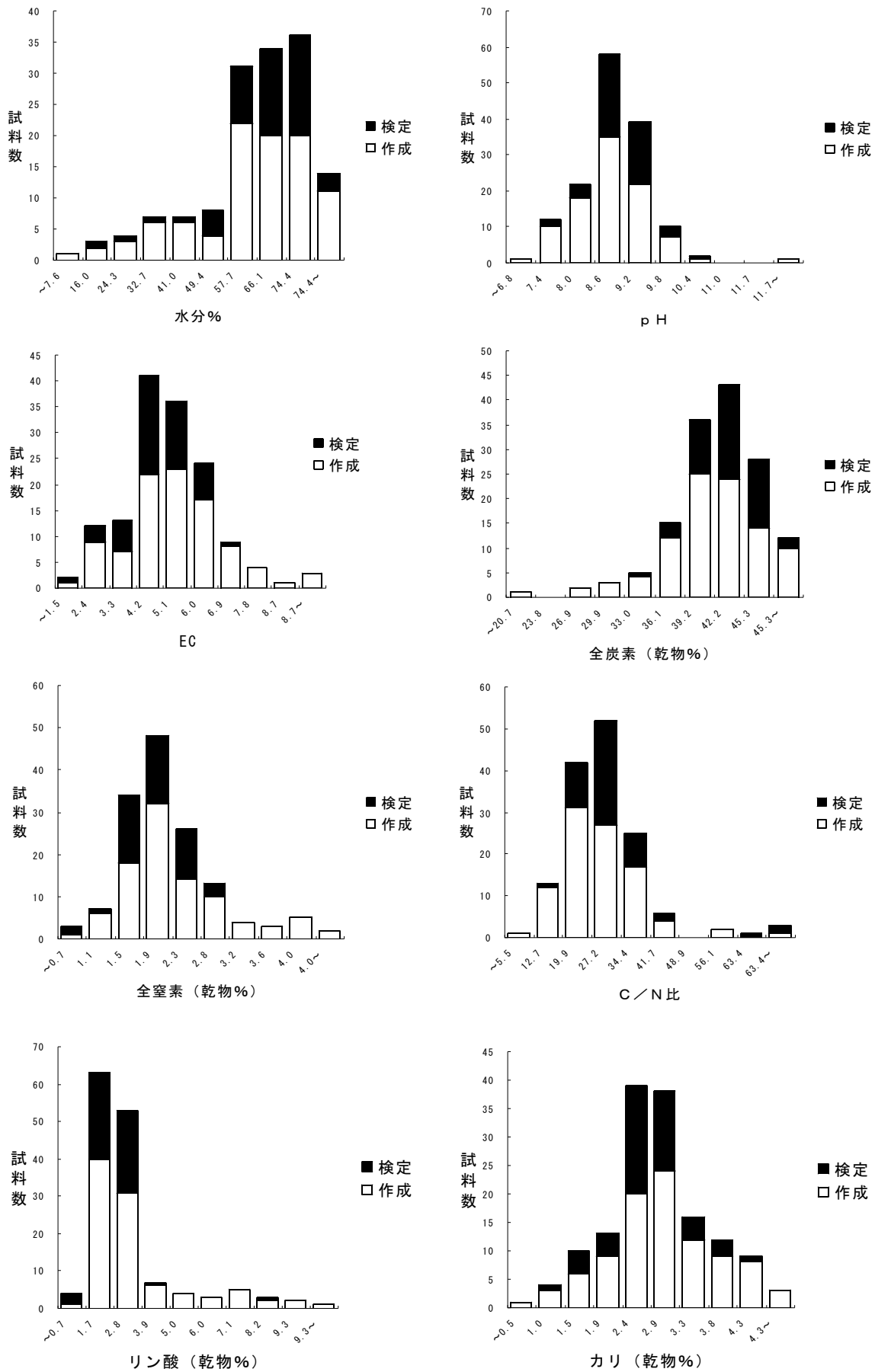


図1 堆肥等全体の分布

近赤外分析法による堆肥の成分分析

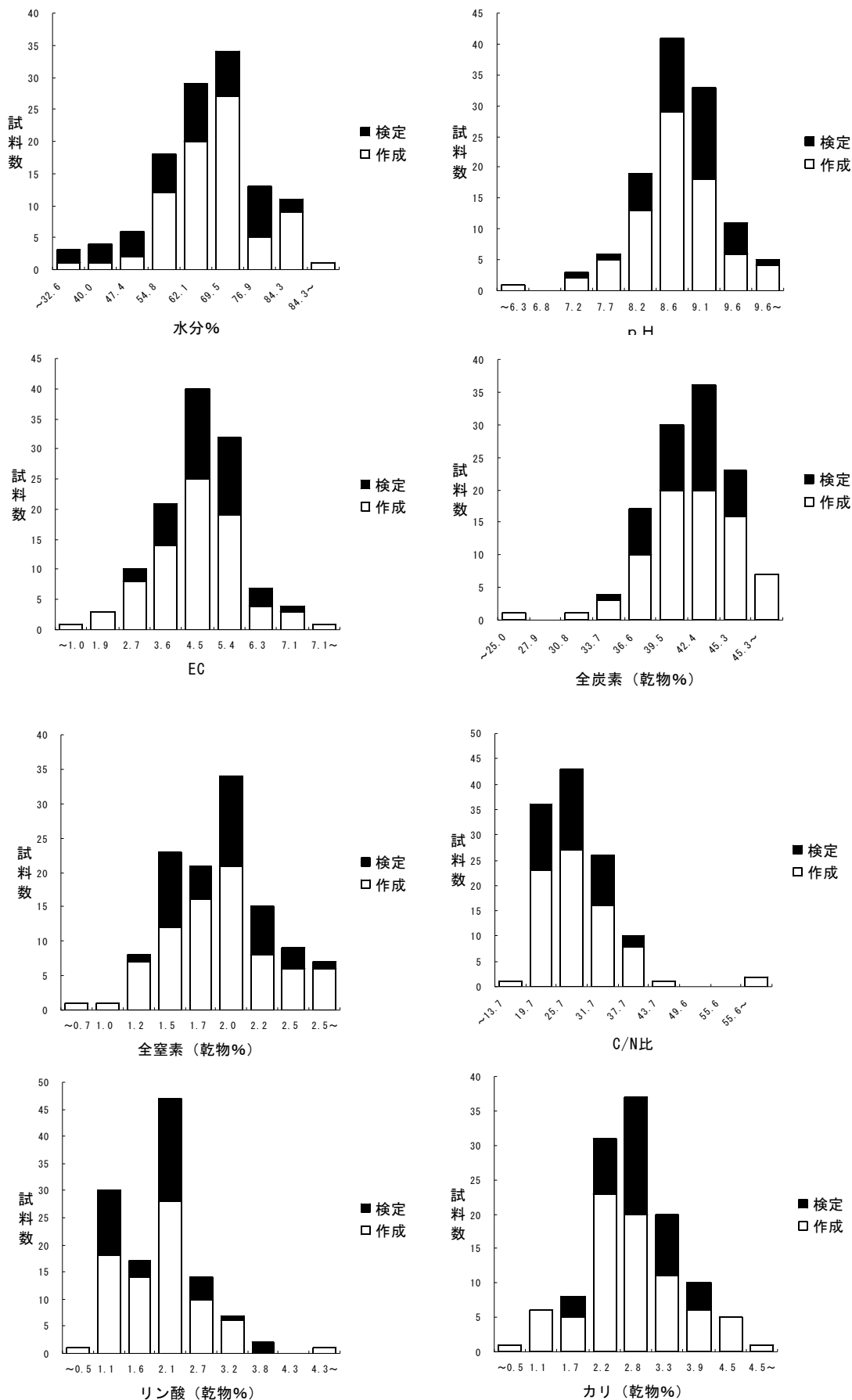


図2 牛ふん等堆肥の分布

表4 検量線の検定結果

区分	項目	r	SEP	SDP	Bias	EI	評価
堆肥等全体	WATER	0.69	10.16	10.17	1.35	27.60	C
	PH	0.64	0.45	0.45	-0.04	29.34	C
	EC	0.87	0.52	0.52	0.04	19.94	B
	C	0.93	1.39	1.25	-0.63	12.47	A
	N	0.93	0.17	0.18	0.02	16.89	B
	C/N	0.78	8.44	8.48	-0.91	26.64	C
	P205	0.93	0.37	0.37	0.06	10.99	A
	K20	0.78	0.42	0.42	-0.02	26.61	C
牛ふん等堆肥	WATER	0.69	10.26	10.13	2.28	35.03	C
	PH	0.52	0.45	0.46	-0.01	36.87	C
	EC	0.84	0.50	0.50	-0.04	24.12	B
	C	0.86	1.39	1.41	0.00	27.93	C
	N	0.91	0.16	0.16	-0.03	20.11	B
	C/N	0.88	2.79	2.65	0.96	31.73	C
	P205	0.85	0.37	0.37	-0.02	26.02	C
	K20	0.75	0.37	0.37	-0.03	29.34	C

注) r : 相関係数

SEP : 検定の標準誤差

SDP : 誤差の標準偏差

Bias : 誤差の平均

EI : 評価指数 =  $(2 \times \text{SDP}) \div$  検定用試料の範囲EI値の評価 : A=very good ( ~12.4)、B=good(12.5~24.9)、C=fair(25.0~37.4)、  
D=poor(37.5~49.9)、E=very poor(50~)

近赤外分析法による堆肥の成分分析

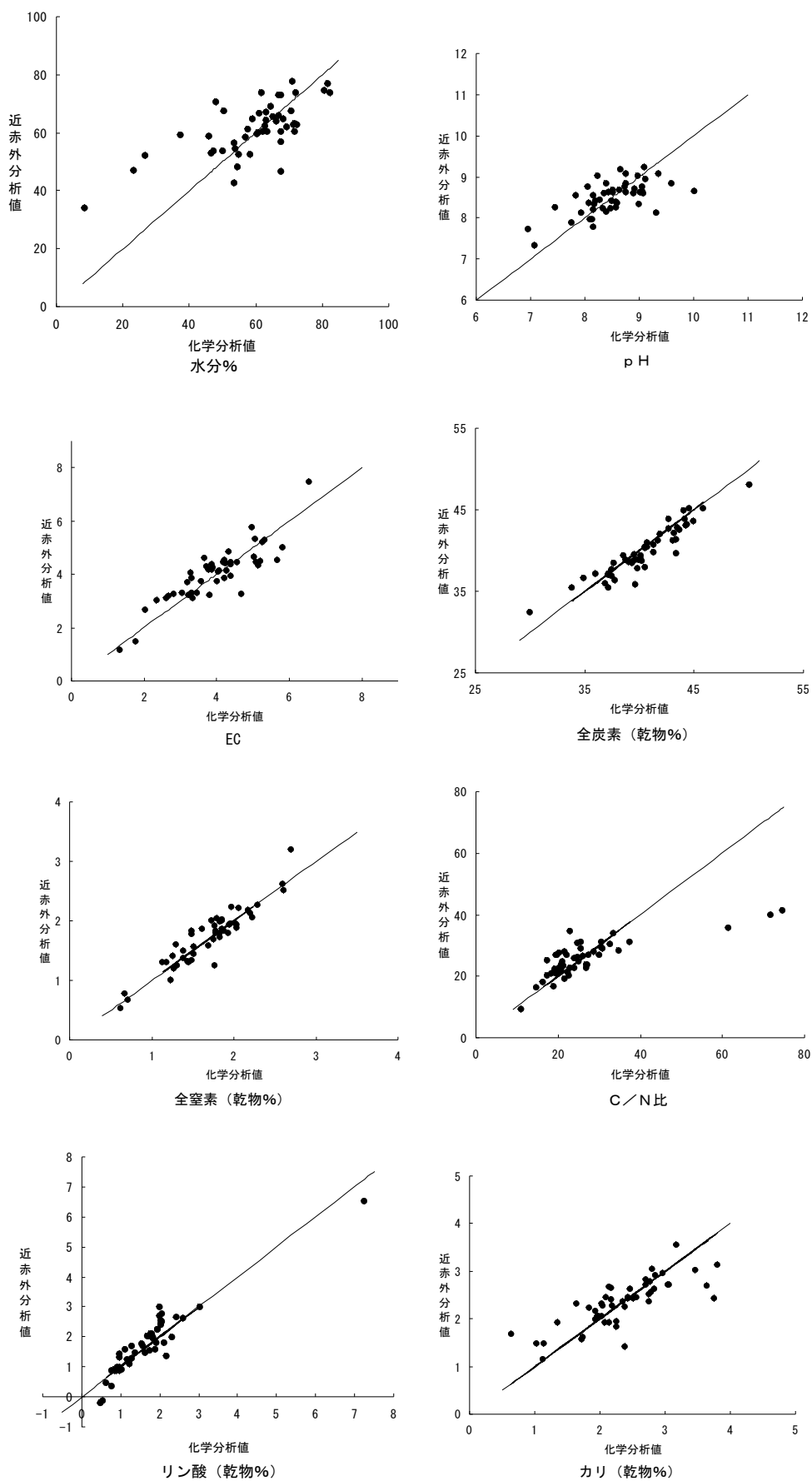


図3 堆肥等全体の相関図

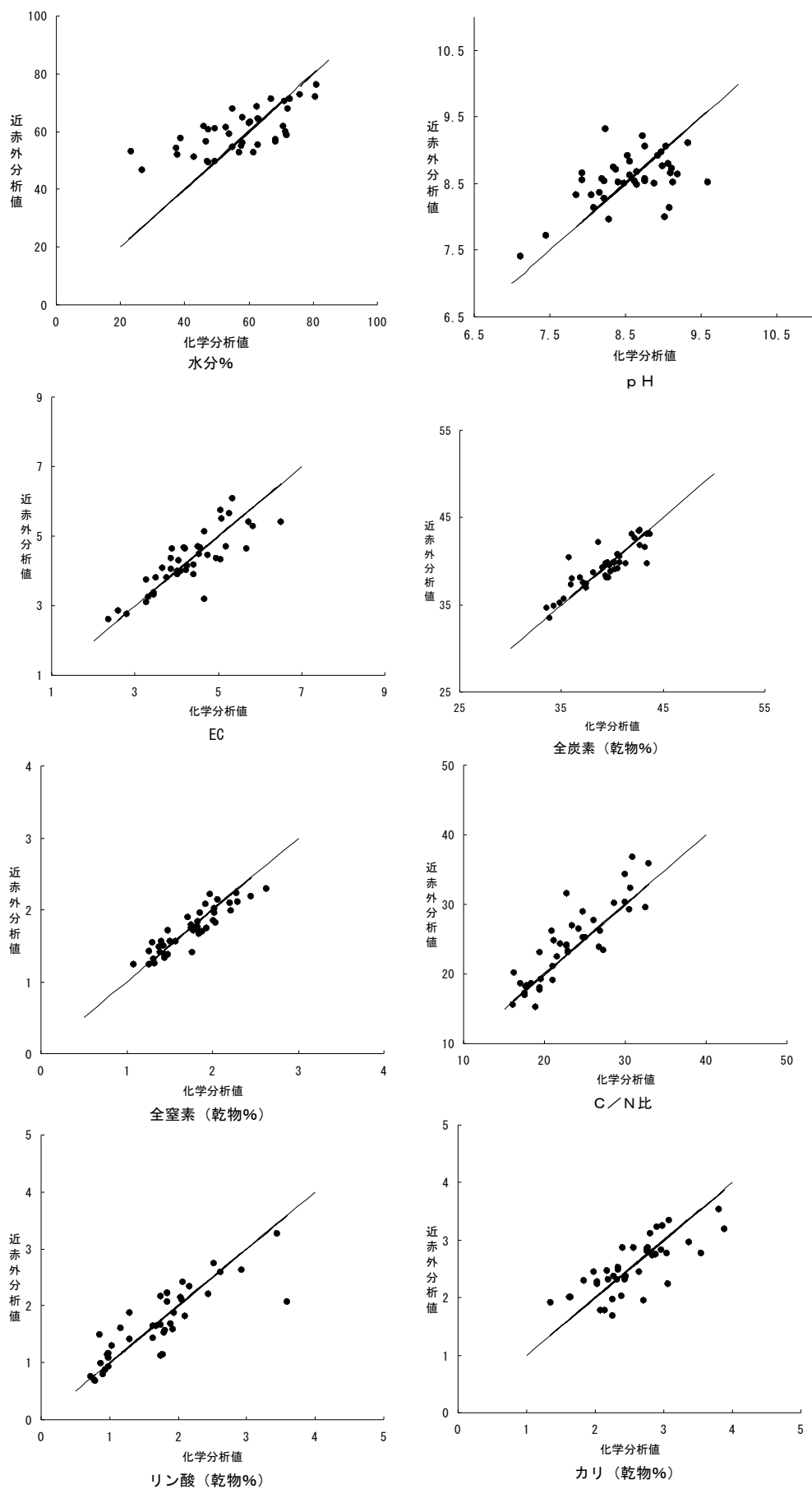


図4 牛ふん等堆肥の相関図



#### IV 謝 辞

堆肥の収集にあたり、各農林総合事務所の担当の方々には御協力をいただきました。ここに厚くお礼申し上げます。

#### 参考文献

- 1) 自給飼料品質評価研究会編, 改訂粗飼料の品質評価ガイドブック, 社団法人日本草地畜産種子協会, 東京, 53~71, 2001
- 2) 堆肥等有機分析法, 財団法人日本土壌協会, 東京, 140~143, 146~147, 2000
- 3) 土壌環境分析法編集委員会編, 土壌環境分析法, 博友社, 267~269, 1997
- 4) 作物分析法委員会編, 栽培植物分析測定法, 養賢堂, 73~75, 1975
- 5) 水野和彦・石栗敏機・近藤恒夫・加藤忠司, 近赤外反射率測定法による乾草の成分および栄養価の推定 I 成分および栄養価の推定精度とその評価, 草地試験場研究報告, 38 : 35~47, 19

87

6) 古橋正・片山信也・池田博保, 牛糞堆肥の腐熟度及び有効性のNIRSによる迅速分析法の開発(第2報), 静岡県畜産試験場研究報告, 21:50~57, 1996

7) 小柳渉・今井明夫, 近赤外分析法による堆肥成分の迅速測定, 新潟県畜産試験場研究報告, 12:44~48, 1998

8) 梅田剛利・小山太・高椋久次郎, 近赤外分光法による肉牛ふん堆肥の無機塩類含量の測定, 福岡県農業総合試験場研究報告, 20:105~108, 2001

9) 尾崎幸洋・河田聡編, 近赤外分光法, 学会出版センター, 東京, 157~159, 1996

