

## 桑園の土壌・作物栄養診断手法の改善

遠藤 征彦・穴戸 貢

蚕作の安定生産のためには、飼料となる桑葉の生産が伴わなければならない。筆者らは、密植桑園の土壌栄養診断のシステム化と新施肥体系確立の課題で、密植桑園の桑葉の省力的安定生産のための、土壌施肥管理・桑栄養診断手法確立に取り組んでいる。

土壌診断・桑栄養診断のための分析項目は、窒素を中心として行われているが、桑生育期間中の土壌については、アンモニア態および硝酸態窒素を、作物体桑については全窒素を測定し診断の参考としているのが一般的である。

それぞれ、分析法はいくつか公定法として定められており、分析データの表示の際はその分析法を付記することとなっている。筆者らは、現場で採用している窒素分析法の能率向上のための装置の改良や手法改善について検討を実施しておりその成果について報告する。

### I. 土壌窒素分析におけるブレンナー式窒素蒸留法の装置の部分改良

#### 目 的

土壌栄養診断においては、土壌中のアンモニア態および硝酸態窒素の把握が不可欠である。分析法としては、イオンメーターによる方法およびケルダール蒸留法、比色法等があるが、現場においては塩化カリ溶液浸出液でアンモニア態・硝酸態窒素の両方が分析可能なブレンナー式窒素蒸留法を採用している。(文献 1)~4)

ブレンナー式窒素蒸留法の特徴は、蒸留フラスコがすり合わせで着脱可能で硝酸態窒素還元用のデバルダ合金投入口のついた蒸留フラスコを用いることで硝酸態窒素または硝酸態窒素・アンモニア態窒素含量が分析可能である。専用のガラス製の機器がセットで市販されており、それぞれの部分の結合はすり合わせとなっている。(文献 1)~3)

すり合せによる結合は、組み立て分解が容易であり部分損傷の場合等は損傷部分のみの交換で済む等の特徴がある反面、装置全体の支持を強固にしないと蒸留フラスコの着脱が頻繁に行われるため損傷しやすい弱点がある。また、蒸留フラスコへの蒸気導入ガラス管もフラスコの着脱時の衝撃で容易に折れる構造的欠点をもっている。

これらの機器の構造的欠点は分析操作の迅速性・簡便性のマイナス要因となるので部分的改良を行った。

## 結果と考察

### 1 市販装置の構成

市販装置の基本部は図1に示されるように、4部分(A、B、D、E)から構成される。

- A、すり合わせで着脱可能な蒸留フラスコ
- B、蒸留フラスコが取り付けられる導入管部
- C、すり合わせ栓機構のストップコック(導入管部とセットになっている)
- D、冷却管部
- E、スチームトラップ(蒸気溜)部

Bの導入管部が、すり合わせで蒸留フラスコの着脱が可能な機構となっているのが特徴で、その他の機構は一般のケルダール蒸留装置と変わる点はない。導入管部と冷却管部(D)およびスチームトラップ部(E)の市販セットでは共通すり合わせとなっている。

それぞれ、金属支柱で固定されてはいるが、分析1点毎に蒸留フラスコが着脱されるため、すり合わせ接続部分に荷重がかかると折損しやすい機構で、既存1セットでは冷却管部との接続が損傷状態でビニールテープで補強されてあった。

また、蒸留フラスコ着脱部分の蒸気導入ガラス管は直径7mm・すり合わせ部分からの露出部分は14.5cm程度あり、フラスコ着脱の際の衝撃で容易に折れる構造となっている。

導入管部に取り付けてあるストップコック(C)は、栓がガラスすり合わせで装置が温まった状態のうちに緩めておかないと固着状態になることが多かった。

### 2 装置の改良

#### (1) 接続部シリコンチューブ連結

導入管部と冷却管部・スチームトラップ部のすり合わせ連結部をダイヤモンドカッターで切断し、内径8mm、外径12mmのシリコン管での連結とした。シリコン管部分は余裕を持たせ、衝撃吸収の機能を持たせた(図2・ア部分)。

#### (2) 導入管部、蒸気導入ガラス管の切断とシリコンチューブ連結

すり合わせ部分でガラス管を切断し、内径6mm、外径8mmのシリコン管で接続した。このことにより、蒸留フラスコ着脱の際ガラス管に多少の衝撃がかかってもシリコン管部で吸収され折損の危険性が大幅に減少した(図3)。

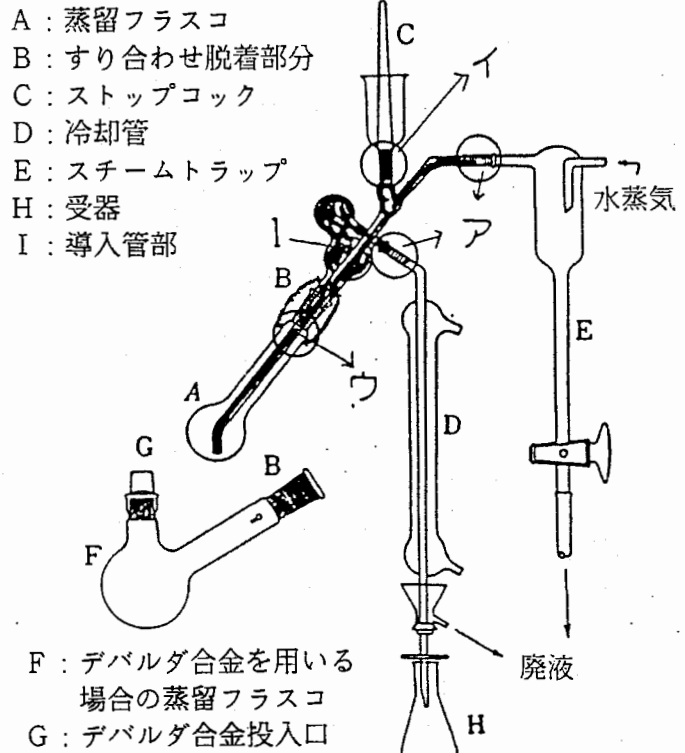


図1 市販のプレムナー窒素蒸留装置



図2 ア部分接写模式図

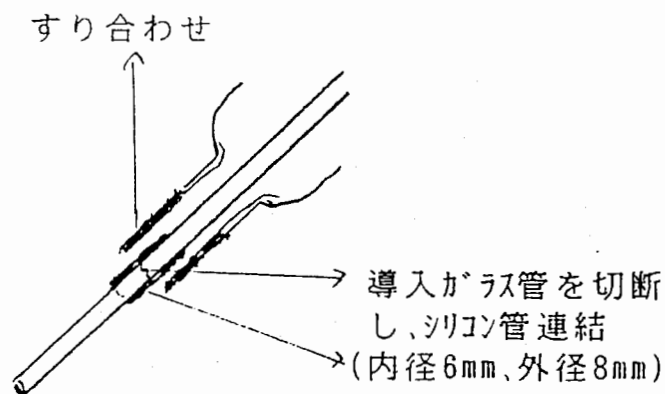


図3 導入管部の改良

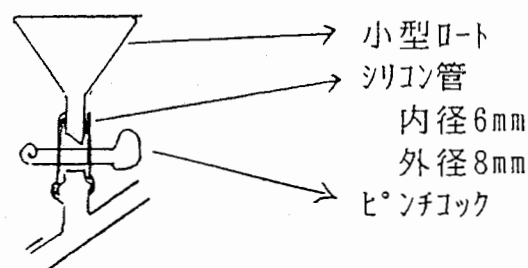


図4 導入管部ストップコックの改良

### (3) 導入管部、ストップコックの改造

すり合わせコック部分を切断し、小型ロート（足を短く切断）・シリコン管接続・ピンチコックによる開閉の機構に改造した。シリコン管はピンチコックでも十分気密性が保たれるように内径6mm、外径8mmの肉薄のものを用いた（図4）。

### (4) 既存部品の組合せによる装置

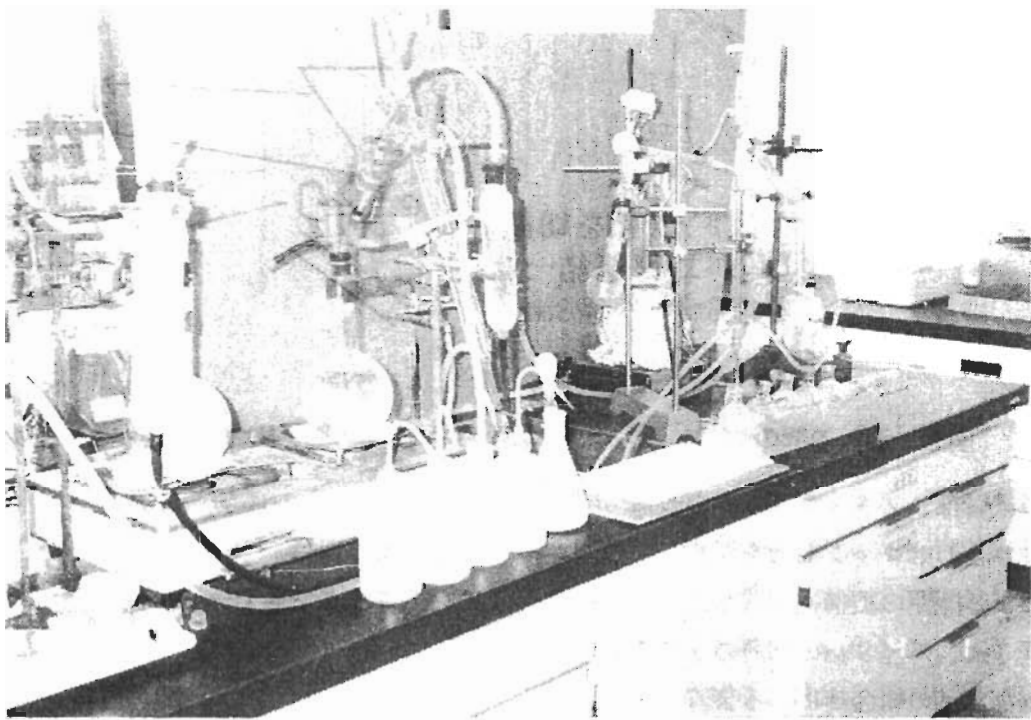
前述のように、ブレムナー式窒素蒸留装置は蒸留フラスコの着脱出来るところに特徴があり、導入管部のみを購入し、冷却管部・スチームトラップ部は既存品との組合せで装置の創設を行った。

接続はシリコン管とし、冷却管は一般ケルダール用の物を、スチームトラップは使用不能となっていたフレームフォトメーターの試料吸入部ガラス部品を用いたが、市販セットと変わらない機能で分析可能であった。

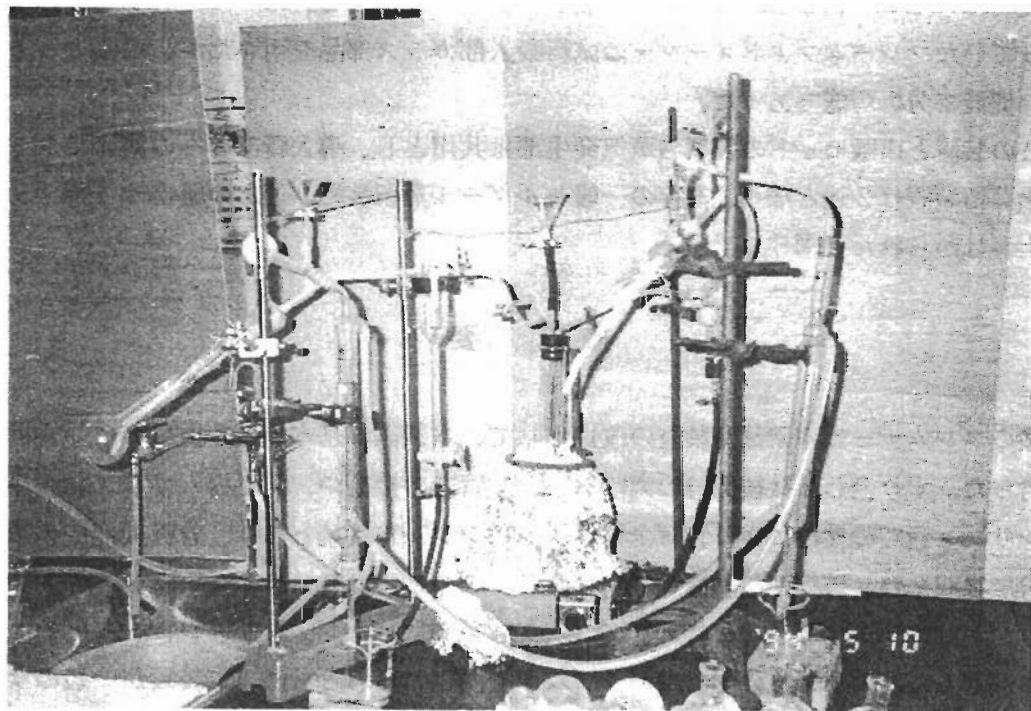
この装置と市販セットの装置の蒸気発生部は共用とし、導入管部のみで購入でブレムナー式窒素蒸留装置は2連となり、既存の一般ケルダール蒸留装置2連との組合せで窒素分析の能率向上がはかられた（図5）。

## 摘 要

- 1 市販のブレムナー式窒素蒸留装置の改良として、本装置の基本機能を損なわない範囲で部分改良を行った。すり合わせ接続部分の肉厚シリコン管での接続や、蒸気導入ガラス管の中間部を切断しシリコン管での接続により装置全体がフレキシブルな接続となり、分析操作中の衝撃等が接続部分で吸収され、破損の危険性が軽減された。このことは、分析の能率向上に結びついた。
- 2 すり合わせガラス栓であったストップコック部を小型ロート・シリコン管・ピンチコックの組合せに改造した。ガラス栓の固着のトラブルが解消されるとともに、本装置が一般のケルダール蒸留装置と同様の使用法が可能となり、アンモニア態窒素定量専用にも利用できた。
- 3 市販セットのうち、導入管部のみを購入し冷却管・スチームトラップを既存の部品の組合せにより安価に装置の増設ができ、2連とすることにより分析の能率向上に結びついた。



左・2連既存常法装置、右・2連改良ブレムナー装置



改良ブレムナー装置（右側、既成品組合せ）

図5 改良後の装置全景

## II. 分析操作方法の改善

### 目的と検討項目

ブレンナー式窒素蒸留による窒素定量の公定法は下記の手順となっている。(文献 1)–(3))

名称：「デバルダ合金還元—水蒸気蒸留法」

#### (1) 「硫酸態+アンモニア態」窒素含量の定量

蒸留サンプル量 10–20ml

(註)

キャッチ 4%ホウ酸液 5 ml

(1)の含量–(3)で硝酸態窒素量

滴定用 N/200硫酸標準液

アルカリ剤として、酸化マグネシウム 0.2 g (電気炉で600–700°C加熱、炭酸除去)

還元剤として、デバルダ合金粉末 0.2 g

留出液量 30–40ml

#### (2) 「硝酸態+亜硝酸態+アンモニア態」窒素含量の定量

蒸留サンプル量 10–20ml

(註)

キャッチ 4%ホウ酸液 5 ml

(2)の含量–(3)で硝酸態+亜硫酸態窒素量

滴定用 N/200硫酸標準液

アルカリ剤として、酸化マグネシウム 0.2 g (同上)

亜硫酸態窒素分解用、スルファミン酸液 1 ml

還元剤として、デバルダ合金粉末 0.2 g

留出液量 30–40ml

#### (3) 「アンモニア態」窒素の定量

蒸留サンプル量 10–20ml

キャッチ 4%ホウ酸液 5 ml

滴定用 N/200硫酸標準液

アルカリ剤として、酸化マグネシウム 0.2 g (同上)

留出液量 30–40ml

#### (4) 連続蒸留による「硝酸態」「硝酸態+亜硫酸態」窒素の定量

(3)の方法でアンモニア態窒素を留出後、キャッチホウ酸液を取り替え、還元剤・亜硫酸分解剤を加え蒸留を連続する。

岩手県では、ブレンナー蒸留法で硝酸態窒素の定量を行っているのは園芸試験場および蚕業試験場であるが、以前からこの方法を採用している園芸試験場では、通常の畑地状態では亜硝酸態窒素は無視できるとのことで、「硝酸態+アンモニア態」窒素含量および「アンモニア態」窒素を別個に定量し、硝酸態窒素は差し引きで求めている。

蚕業試験場も園芸に準じ、あらかじめ既存のケルダール蒸留装置2連とブレンナー蒸留装置2連の4連でアンモニア態窒素を求めておき、その後2連のブレンナー蒸留装置で含量を定量する手順としている。滴定用硫酸については、1/28Nを用いている。

公定法においては、酸化マグネシウムの加熱前処理や使用量、デバルダ合金量、蒸留時間液量等が定められているが、分析能率向上のため以下の3項目について検討した。

- (1) 酸化マグネシウムの炭酸ガス除去のための加熱の有無と添加量の検討
- (2) デバルダ合金の添加量の検討
- (3) 蒸留時間および留出液量の検討

### 結果と考察

#### 1 酸化マグネシウムの炭酸除去のための加熱の有無と添加量の検討

##### 1) 酸化マグネシウムの炭酸除去のための加熱の有無

市販特級酸化マグネシウムの、加熱処理したものと処理無しで用いた場合について検討した。

##### 2) 添加量の検討

市販特級酸化マグネシウム（加熱処理無し）の量を、0.2、0.5、1.0 g の3段階で検討した。いずれの場合も、蒸留サンプルは同一のものをを用い、デバルダ合金量0.2 g、蒸留時間5分とし、装置2連2反復で行った。結果について表1に示す。

表1 酸化マグネシウムの炭酸除去のための加熱の有無と添加量の検討結果

検 討 内 容	検 討 結 果 (滴 定 値 ml、平 均 お よ び 範 囲)	備 考
加 熱 あり	0.300 (0.29, 0.30, 0.31, 0.30)	デバルダ合金量 0.2 g 蒸 留 時 間 5 分
なし	0.298 (0.28, 0.30, 0.31, 0.30)	
添 加 量 0.2 g	0.105 (0.10, 0.11, 0.11, 0.10)	
0.5 g	0.105 (0.12, 0.09, 0.10, 0.11)	
1.0 g	0.108 (0.10, 0.12, 0.11, 0.10)	

以上の結果、市販特級酸化マグネシウム試薬の炭酸含量は無視できると考えられ、添加量についても0.2 g - 1.0 g の範囲では測定値に与える影響は少ないと判断された。

#### 2 デバルダ合金添加量の検討

市販特級デバルダ合金量を、0.2、0.5 g の2段階で検討した。

酸化マグネシウム量は0.5 g、蒸留時間5分とし、同一サンプルで装置2連2反復で検討した結果について、表2に示す。

表2 デバルダ合金添加量の検討結果

検 討 内 容	検 討 結 果 (滴 定 値 ml、平 均 お よ び 範 囲)	備 考
添 加 量 0.2 g	0.290 (0.28, 0.30, 0.29, 0.29)	酸化マグネシウム量 0.2 g 蒸 留 時 間 5 分
0.5 g	0.290 (0.30, 0.27, 0.29, 0.30)	

以上の結果、デバルダ合金量は、0.2-0.5 g の範囲では滴定値に与える影響は少ないと考えられた。

### 3 蒸留時間および留出液量の検討

蒸留時間5分、8分および留出液量（滴下量）30、40、50mlで検討した。デバルダ合金量、酸化マグネシウム量は一定条件とした結果について、表3に示す。

表3 蒸留時間および留出液量の検討結果

検 討 内 容	検 討 結 果 (滴定値ml、平均および範囲)	備 考
5 分	0.290 (0.30, 0.28)	デバルダ合金量 0.2 g 酸化マグネシウム量 0.5 g
8 分	0.290 (0.30, 0.28)	
留出液量 30ml	0.290 (0.30, 0.28)	
40ml	0.300 (0.29, 0.31)	
50ml	0.295 (0.29, 0.30)	

以上の結果、蒸留時間5分以上、留出液量30-50mlの範囲で滴定値は変わらないことが明らかとなった。

### 4 試薬の薬耳によるメヤス量の検討（表4、図5）

表4 薬耳によるメヤス量の検討結果

試 薬	使用薬耳 (皿の大きさ)	秤量メヤス	平均 (g)	10回の秤量値 (g)
デバルダ合金	小15cm長 (10mm×4mm)	山盛り1杯	0.464	(0.410, 0.519, 0.460, 0.450, 0.494) (0.480, 0.458, 0.392, 0.504, 0.477)
		調整1杯	0.288	(0.284, 0.267, 0.301, 0.294, 0.352) (0.275, 0.293, 0.230, 0.228, 0.362)
酸化マグネシウム	中18cm長 大(40×22mm)	スリ切り1杯	0.608	(0.517, 0.643, 0.595, 0.542, 0.694) (0.643, 0.618, 0.562, 0.654, 0.661)
		小(15×9mm)	山盛り1杯	0.240

以上のように、デバルダ合金については15cmの薬耳の小皿1杯、酸化マグネシウムについては18cm薬耳大皿スリ切り1杯を蚕試における常法として定め実施している。

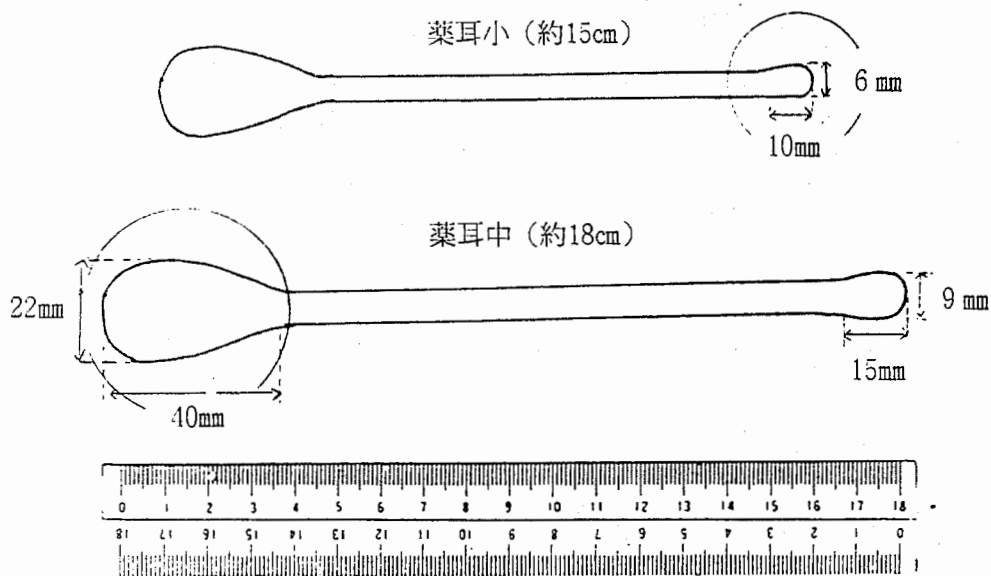


図6 使用薬耳の概略図

### 摘 要

- 1 プレムナー蒸留装置を用いた「硝酸態+アンモニア態」含量窒素定量法「デバルダ合金還元-水蒸気蒸留法」の分析能率向上について検討した。
- 2 アルカリ剤として添加する、市販特級酸化マグネシウム試薬に含まれる炭酸は無視でき、除去のための加熱処理は不要であり、添加量も0.2-1.0 gの範囲で分析結果に影響しないことが明らかとなった。  
また、還元剤として添加するデバルダ合金量も0.2-0.5 gの範囲で分析結果に影響なかった。
- 3 蒸留時間については、5分以上、留出液量30ml以上あれば良いとの結果を得た。
- 4 以上のことから、酸化マグネシウムおよびデバルダ合金の添加量は必ずしも正確に秤量する必要はなく、メヤスとして一定量以上添加すればよく分析能率の大幅な向上が可能となった。

### 文 献

- 1) 土壤養分測定法委員会編 (1993): 土壤養分分析法 (第9報) pp.197-200、養賢堂、東京。
- 2) 農林水産省農蚕園芸局農産課編 (1979): 土壤、水質及び作物体分析法 pp.71-73、土壤保全全国協議会、東京。
- 3) 日本土壤肥料学会監修 (1987): 土壤標準分析・測定法 (第2報) pp.105-118、博友社、東京
- 4) 岩手県農政部 (1991): 土壤・作物分析マニュアル pp.48-55。