

桑園土壌診断法

—ブレムナー窒素蒸留法の改善—

遠藤 征彦・穴戸 貢

(岩手県蚕業試験場)

Diagnostic Method for Soils in Mulberry Fields

—Improvement on BREMNER'S Method of N-distillation—

Masahiko ENDO and Mitugu SISIDO

(Iwate Sericultural Experiment Station)

1 はじめに

筆者らは、密植桑園の土壌施肥管理及び桑栄養診断手法確立に取り組んでいる。分析法の一つである「ブレムナー式窒素蒸留法」は、同一浸出液でアンモニア態・硝酸態窒素の定量が可能で、装置も簡単であるという特徴がある。

分析の能率向上のための装置の改良及び手法改善に取り組んだ結果について報告する。

2 試験方法及び結果・考察

(1) ブレムナー式窒素蒸留装置の部分改良

1) 市販装置の構成

市販装置は図1に示されるように、A-Dの4部分から構成され、この蒸気導入管部がすり合わせで蒸留フラスコの着脱が可能である。また、導入管部と冷却管部・スチームトラップ部の接続も共通すり合わせとなっている。

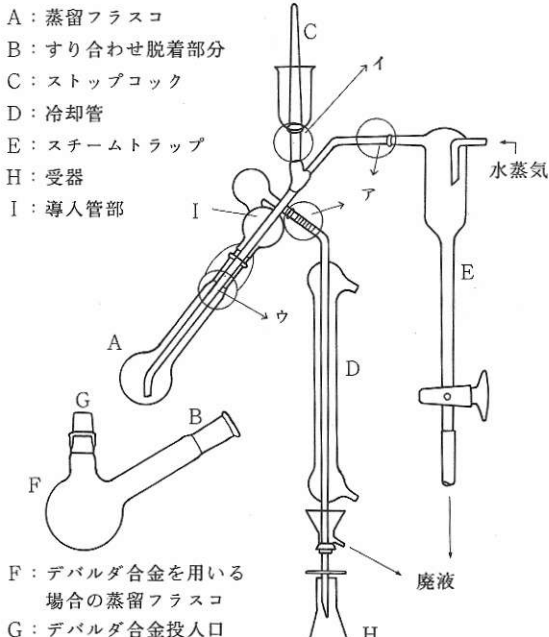


図1 市販のブレムナー窒素蒸留装置

蒸気導入ガラス管は直系7mmで、すり合わせ部分からの露出が14.5cm程度あり、フラスコの着脱の衝撃で折れやすい構造となっている。すり合わせ機構のストップコックも温度差が大きいため固着状態になることも多い。

2) 装置の改良

a. 接続部シリコンチューブ連結 (図1・2, ア部分)

すり合わせ連結部を切断し、内径8mm外径12mmのシリコン管接続とした。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。

b. 蒸気導入ガラス管切断とシリコンチューブ連結 (図1・2, ウ部分)

すり合わせ部分で決断し、内径6mm外径8mmのシリコン管で接続した。このことで、蒸留フラスコ着脱の衝撃で蒸気導入ガラス管折損の危険性が軽減された。

c. ストップコックの改造 (図1・2, イ部分)

すり合わせコック部分を切断し、小型ロート・シリコン管接続・ピンチコック開閉の機構に改造した。シリコン管は肉薄のものをを用い機密性の保持に配慮した。

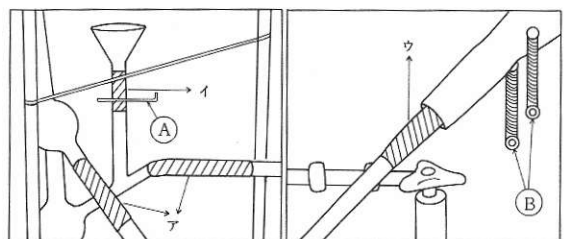


図2 ア・イ・ウ改定部分接写模式図

注. ①: ピンチコック

②: 蒸気フラスコ支えのスプリング

3) 結果・考察

a. 市販ブレムナー式窒素蒸留装置の改良として、すり合わせ接続部のシリコン管接続・蒸気導入ガラス管中間部シリコン管接続・ストップコック部の改造を行った。

b. シリコン管接続部で衝撃の吸収がなされ、分析操作の迅速性がはかられたほか、ストップコック部の改造

で一般ケルダール蒸留装置同様の使用が可能となった。

c. この改良で、冷却管部等既存の部品を利用し導入管部のみの購入で安価に装置の増設が可能となった。

(2) 分析操作方法の改善

1) 試験方法

ブレンナー式窒素蒸留法は「デバルダ合金還元-水蒸気蒸留法」の正式名称で、「硝酸態+アンモニア態」「硝酸態+亜硝酸態+アンモニア態」「アンモニア態」窒素の分析が可能である。一般桑園土壌では、亜硝酸態窒素は無視できるので、「硝酸態+アンモニア態」「アンモニア態」の分析操作法の改善について以下の3点に検討を加えた。

a. アルカリ剤酸化マグネシウムの炭酸除去の有無及び添加量の検討

b. デバルダ合金添加量の検討

c. 蒸留時間および留出液量の検討

2) 結果・考察

a. アルカリ剤酸化マグネシウムの炭酸除去の有無及び添加量の検討

市販特級酸化マグネシウムの炭酸除去の加熱の有無について添加量0.2 gで検討、及び添加量0.2 g (公定法)、0.5 g、1.0 gについて検討した結果を表1に示す。

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、添加量も0.2-1.0 gの範囲で測定値に与える影響は少ないと考えられた。

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

検討内容	検討結果・滴定値ml平均(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)	

b. 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段階とし検討した結果を表2に示すが、合金添加量0.2-0.5 gの範囲で測定値に与える影響は少ないと考えられた。

表2 デバルダ合金添加量の検討

検討内容	検討結果・滴定値ml平均(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
0.5 g	0.290(0.30,0.27,0.29,0.30)	蒸留時間 5分

c. 蒸留時間及び留出液量の検討

蒸留時間2段階、留出液量3段階で検討した結果について表3に示すが、蒸留時間5分以上・留出液量30-50mlの範囲で測定値に変わらないことが明らかとなった。

表3 蒸留時間及び留出液量の検討

検討内容	検討結果・滴定値ml平均(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)	

3 ま と め

ブレンナー式窒素蒸留装置のシリコン管接続等の改良でフレキシブルな構造となり、分析操作の迅速性が高まった。

アルカリ剤酸化マグネシウムの炭酸除去は不要であり、アルカリ剤、デバルダ合金添加量もメヤス量で良いことが明らかとなった。

引 用 文 献

- 1) 日本土壌肥科学会監修. 1987. 土壌標準分析・測定法. 博友社. P. 105-118.