

苗 畑 土 壤 調 査 方 法

附 3 室 内 実 験 法

(未 定 稿)

1 9 6 1 年 2 月

農 林 省 林 業 試 驗 場 土 壤 調 査 部

目

次

A	分析試料の調整	1
B	代表断面の土壌の理学性	2
	(a) 自然状態の理学性	2
	1 円筒処理	2
	2 PF の測定方法	2
	3 透水性の測定方法	2
	4 水分当量測定法	4
	(b) 淘汰分打	6
	(c) 化学分析	7
	1 基礎事項	7
	2 PH (H_2O KCl)、 γ_1	21
	3 炭素	28
	4 全窒素	32
	5 置換性石灰・加里	39
	6 塩基置換容量	48
	7 有効磷酸	52
	8 磷酸吸収係数	60
	9 簍土性	64
	10 緩衝曲線又は緩衝能	65
C	各試孔奥の土壌の分析	66

A 分析試料の調整

国有林野土壤調査方法に準じて行う。尚この際 風乾土の硬度及び色を次の要領で行う。

(α) 硬度小 --- 塊はほとんど力をいれずに碎ける

中 --- 塊は普通のカで碎ける

大 ---- 塊は強く圧しても碎けなく

(β) 色 ----- 風乾土の色をマンセル方式の色名帳で調べる

B 代表断面の土壌の測定及び分析

(a) 自然状態の理孚性

1 円筒処理

国有林野土壌調査方法書に準じて行う。

円筒処理

- ① 採取時(円筒内)の測定
- ② 飽水時重量
- ③ 透水速度の測定
- ④ $P_{10.5}$ の簡易測定

2 $P_{10.5}$ の水分の簡易測定

(1) 採土円筒試料をあらかじめ1晝夜水に浸漬して飽水させ、

その後過剰の水分を除いて、 10×10 上皿天秤(感量 $1g$)を用いて飽水時重量を測定する。(自然状態の理孚性測定の項参照)

(2) すのこの上に乾燥した吸収板^{*} ($15cm \times 15cm \times 2cm$)

をのせ、吸収板の上に底蓋網をはづした円筒を密着させてのせ、1晝夜放置して脱水させたのち、円筒の底蓋網をかぶせ上皿天秤で重量を測定する。

(3) 飽水時重量 - 吸収板による脱水時重量 $\div$ $P_{10.5}$ 以下の
水分量 (容積%)

3 透水速度の測定法

採土円筒試料 ($400cc$) を飽水させ、飽水時重量を測定した後、透水試験を行う。

円筒の上ふたをはずし、オノ図に示す円筒Bをかぶせる。Bは排水孔Cを有す。

円筒のつなぎ目をゴム輪であさえ、この間隙より水が洩れないようにする。

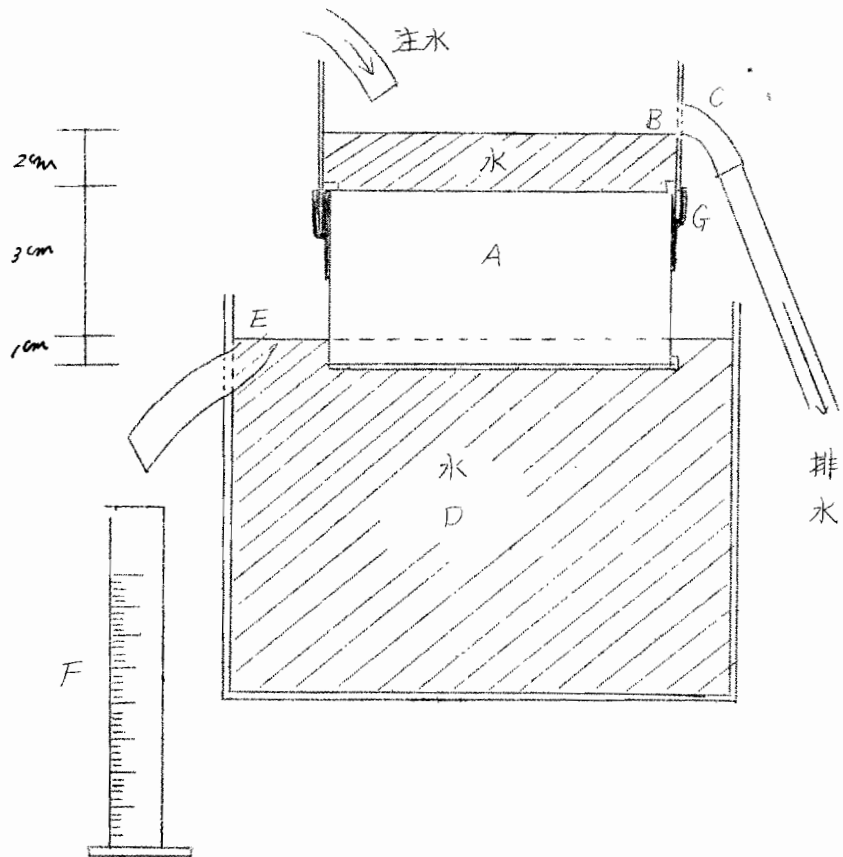
* 乾燥状態

次に、底ぶたをはずし、水槽 D につけ円筒試料 (A) の下端
1 cm を水中に没する。D にも排水管 E がある

水道水を B 内に注ぎ、B 内の水面を試料の上に 2 cm の高さ
に一定し、余剰水は C より排水する

試料を透過した水は水槽 D に入り、E を通り排水される

第 1 図



A : 円筒試料 (400 cc)

B : 側孔を持つ円筒

C : Bの側孔 (排水口)

D : 水 槽

E : Dの排水口

F : メスシリンダー

G : ゴム 輪

透 水 速 度

Eから水が出始めてから5分後にシリンダー (F) で1分間の透水量を測定する

同じく15分後にも1分間の透水量を測る。

~~普通、透水の悪い (Massive) 土壌では5分後15分後~~
~~この分後にも透水速度は変わらないが、Permeable 土~~
~~壌では変る。又構造の不安定なものと変り、漸次透水速度が~~
~~遅くなる。~~

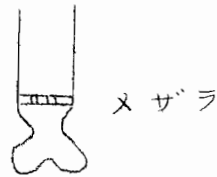
A層土では 100~300 cc/min が普通であり 500 cc 以上は甚だ速く、50 cc 以下は甚だ遅い

B層土は A層の $\frac{1}{2}$ 以下を標準にすればよい。

乾性土壌等のA層土は、試料の飽水量と著しく少く (このため最小容気量が甚だ大きくなる) ところがあるが、これらの透水速度は著しく小さい。
円筒試料中に腐朽根、昆虫の穴や大きな穴がある。パラフィンで充填する。その円筒側壁に間隙があれば、これら試料は測定不可。

4 水分当量測定法

- (1) あらかじめ土壌を1昼夜水に浸漬して十分に飽水させる
(Wahnschaffe の容水円筒で飽水させるのが便利)



(2) 上記飽水土壌の一部を遠心筒に入れる。



遠心筒は底に細孔があり、濾紙（定性用濾紙 No. 4）を又敷ひく。

土壌は約 1 cm 位づめる。

(3) 遠心筒を遠心分離器のカップに入れ、重力の 1000^倍 相当

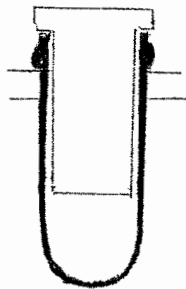
の遠心力を与えて土壌水分を離脱させる

次に手早く土壌の 1 部をとり 含水量 (%)

を測定する 整数以下四捨五入する。回

転時間は 30 分（特に重粘な土壌では

時間を要す）



「回転数と回転半径」

$$\frac{r}{G} (2\pi n)^2 = 1000$$

r : 回転半径 (cm)

n : 回転数 (毎秒)

G : 重力 = 980 cm/sec^2

（回転数の実測にはマツダの回転計がある。） なお水分当量
測定用遠心分離器（サクマ）が市販されている。（8コ掛）

例 半径 12 cm --- 約 2200 回転 (分)

13 cm --- 約 2600 "

(6) 淘汰分析

国有林野土地調査方法書に準じて行う。

2.6

$\frac{6}{780} \times 2$

(C) 記 号 分 析

ノ 基 礎 等 項

ノノ 風乾細土の取扱()

ノノノ 小 分 け

500 ml ある()は 1 l 容の瓶に一杯入っている貯蔵用試料から 直接 10 g か 20 g くら()をサジでとりた^しと^よ、よほど粒度分布の小さ()試料でない()かぎり、代表的な分析試料がとれな()ばかりでなく、残る貯蔵用試料をとた^めに^して^まう。そこで大容の試料は なるべく粉塵をあげな()よう注意して四分法により 100 g くら()まで小分けし、小広口瓶(プラスチック、キヤップ付マヨネーズ瓶が実価で 取扱()も便利)に入れ小出し用にとるとよい。

ノノノ 秤 取

粒度分布の比較的小さ()試料は なるべく一杯にとれるよう注意して直接小広口瓶からサジでとりた^して^まよいが、粒度分布が大きくて瓶の中で大粒と小粒にわかれて()る試料では そうするわけに()かな()。このときは、四分法をするときのように紙上でよくまぜて円錐をつくり、これをおしつぶして円板とし、その四方八方からサジで少くずつとつて所要量にする。

上皿天秤で秤取するときは パラフィン紙でとり、風袋は分銅の方に同大のものをのせて相殺させるだけでよい。化学天秤で秤取するときは、できれば風袋をはかつた分析用容器中に上皿天秤で大体所要量をはかりとつたものを入

れ精秤するか、容器の風乾がはかれないか、はかりに⁽⁴⁾ときは、"差による秤量法"で秤取する。すなわち、パラフィン紙又はガラス製秤量ボートに大体所要量をのせて精秤し、試料を注意して分析用容器中にうつし入れてから、紙又はボートとそれに付着している痕跡量の試料を精秤し、両回の秤量差を分析用容器内にとつた試料の量とするのである。紙は同一試料でないかぎり毎回とりかえ、ボートは拭淨して次の試料の秤取に用いる。

1.2 試薬と水

1.2.1 規 約

試薬は特記していないかぎり、すべて JIS 規格特級品を用いるものとする。品貨上特に注意を要する試薬は、メーカーをど付記した。水は特記していないかぎり、普通の銅製蒸溜器でえられたいわゆる"蒸溜水"を用いるものとする。ただしモノベント式イオン交換樹脂を用いる純水製造装置でえたいわゆる"完全脱イオン水"を用いても、どちらんさしつかえない。

1.2.2 再 溜 水

共通摺合せ、全ガラス製蒸溜装置で蒸溜水を再溜してつくり、ポリエチレン瓶中に保存する。完全脱イオン水と再溜水と同じ目的に用いられる。

1.2.3 CO₂ 不含水

水を約15分間煮沸して CO₂ を充分に追いだしたのち、ソーダ、ライム管で空気中の CO₂ から保護して冷却した

ものを CO_2 不含水という。ソーダライム管は水をいれた三角フラスコ上に直立させないで、下向きの角度に装着する方が、水を汚染する危険がなくよい。

あるいは、水にきれいな空気を稀硫酸を通して痕跡量のアンモニアを除き、次に水を通して酸の飛沫を除き、最後にガラス、フィルターを通して塵埃を除いたものを数時間通気しても、 CO_2 を実際上含まない (CO_2 について約 $1.5 \times 10^{-5} M$) 水が得られる。このようにして得られた水は CO_2 について大気と平衡にあるので“平衡水”とよばれるが、 CO_2 不含水と同等に用いられる。

このようにしてつくった水の PH は大体 5.7 - 5.8 くらいである。

1.3. 標準液のつくり方

1.3.1 0.1 N NaOH 標準液

(1) NaOH (1+1) のつくり方

水^酸配化ナトリウムノ量をビーカー内で水ノ量中にとかし、注意して水冷したのち、溶液をポリエチレン瓶（液層の深さが 5~10 cm になるくらい）の容量の中に入らし、密栓して数日間以上静置しておく。この濃度の溶液中では、炭酸塩がすべて析出して大部分は沈析し、一部分は浮遊するから、中間の透明部を所要に依り用いるのである。

(2) 滴定装置

自動ビュレットをゴム栓を介してポリエチレン瓶に接

着し、ビュレットの上部の外気との連絡管にはゴム栓を介してソーダ・ライム管を直接つける。ビュレット中に標準液をおし上げるための圧搾空気の入口の部分にはポリエチレン管でソーダ・ライム塔をつなぎ、次にゴム管で圧搾空気が不用になったとき解放するための丁字管をつなぎ、最後にゴム スプレーをつなぐ。

自動ビュレットは 50 ml (ノ目盛 0.1 ml) 容と、 10 ml (ノ目盛 0.05 ml) 容の二種を用ゐ、それぞれ上記のようにして適当な大きさのポリエチレン瓶に装着しておき、滴定数の大小により適宜使いわけ

(3) 標準液のつくり方

CO_2 不含水をしずかにポリエチレン瓶に入れ (1) の NaOH (1+1) 溶液 (瓶は液が攪乱しないようにしずかに重ねる) 中にすばやくピペットを挿入して液を吸い上げ、 CO_2 不含水中に手早く注入する。 NaOH (1+1) 溶液の量は、永2ℓに対し約 $10-11\text{ ml}$ の割合である。ただちに自動ビュレットを装着し、瓶の頸と底をとって何回と瓶に円運動を与えて液を充分混和させる。

(4) 標定の準備

NaOH 溶液が充分均一に混和したと思つたら、瓶内の液面上の部分を変めて液でしめし、瓶をしずかに廻して液を混和してみ、スプレーでビュレット内に液をおし上げ、滴定用コックを開いて放出する。2,3回充填と

放出をくりかえし、ビュレット内を瓶内と同濃度の液でしめるようにしてから標定する。滴定に用いる場合もその日の最初用いるとき少くとも1回は充填と放出をおこなう

77.1% 三重フタル酸カリウム (特級品 含量 99.9% 以上) をシヤーレにとつてうすくならせ、 $105-110^{\circ}$ で3時間乾燥したのちデシケイター中に放冷しておく。200 ml 三角フラスコ中に、50 ml ビュレット用には 0.8-0.9 g ずつ、10 ml ビュレット用には 0.15-0.18 g ずつを3つ秤取する (0.1 mg まで秤量)

(5) 標 定

200 ml 三角フラスコ中の結晶を CO_2 不含水約 25 ml にとかし、フェノール フタレイン指示薬4滴を加え、ゼロ合せしたビュレットからの NaOH 溶液で滴定する。後流誤差を生じない限度内でなるべくすみやかに滴定し、微紅色が持続するよつになるを終点とする。滴定数は、ビュレットの標線以下を $\frac{1}{10}$ まで目測してよみとる (たとえば 50 ml ビュレットの場合 40.58 ml、10 ml ビュレットの場合 8.385 ml などのように)

(6) 計 算



当量 204.22 (極めて大きい事に注意)

$$0.1 \text{ N NaOH}, 1 \text{ ml} = 0.020422 \text{ g KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$$

$$\text{NaOH の 規定度} = \frac{\text{秤取した KHCO}_3 \text{ の g 数}}{0.2042 \times \text{NaOH の ml 数}}$$

有効数字 4 つ (たとえば 0.1023 N, または 0.09998

N など) まで算出し、3 回の平均値をとめる

(注) 長期間使用しなかつたものは、ビュレット内の充填、放出を数回くりかえし、再標定する。

1.3.2 0.1 N H_2SO_4 標準液

(1) 標準液のつくり方

水 1 l につき硫酸 (比重 1.84) 約 5 ml の割合に加えると、大体 0.1 N の溶液がえられる。清浄な硬質ガラス製試薬瓶に入れておくが、自動ビュレットを装着した硬質ガラス製試薬瓶に入れておく。

(2) 標定の準備

硼砂 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ をシヤーレにとり、塩化ナトリウムと蔗糖の両固体と共存してゐる兩者についての飽和溶液を入れたデシケイター (相対湿度 70% の恒湿器) 中に入れ、数日間以上放置しておく。

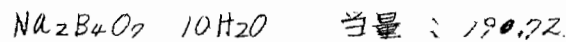
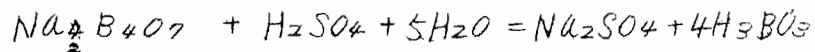
(3) 標 定

恒湿器内に放置しておいた硼砂 0.76 g ずつ 2 つを 200 ml 三角フラスコ中に秤取し (0.1 mg まで秤量) 水 40 ml にとかしてメチル・レッド指示薬 4 滴を加えて合わせした 50 ml 容の普通ビュレットまたは自動ビュレットからの H_2SO_4 溶液で滴定する。赤色になる瞬間を終点とする。約 40 ml 入るはずである。滴定数は

ビュレットの標^線準以下を $\frac{1}{10}$ まで目測してよみとる。

(たとえば、40.58 ml のように)

(4) 計 算



$$0.1\text{N } \text{H}_2\text{SO}_4, 1\text{ml} \equiv 0.019072\text{g } \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ の } \frac{\text{規定度}}{\text{}} = \frac{\text{秤取した } \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} \text{ の } \text{g 数}}{0.01907 \times \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ の } \text{ml 数}}$$

有効数字 4 つ (たとえば、0.1023 N 又は 0.09998 N など) まで算出し、3 回の平均値をもとめる。

(注) 長期間使用しなかつたものは、再標定する方が安全である。

1.3.3. 1N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 標準液

重クロム酸カリウム、 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 約 49 g を上皿天秤で秤取し、水に溶解して 1 l メス・フラスコにうつし入れ、水でうすめて大体 1 l とする。

これは炭素の定量に用いるが、(3.43) に述べるようにブランク滴定を通じて $\text{Fe}(\text{II})$ 標準液の反応面として濃度があらわれるだけで、 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液自身の規定度は表面にあらわれない。したがって、大体 1N の溶液をつくり、保存と使用法は標準液と全く同様にする。すなわち、清浄な共栓試験瓶中に保存し、とりだすとき瓶内を一株にしゆしてから栓をとり、乾いたピペットで正確に 10 ml とつて試料に加える。

1.3.4. 0.2 N Fe (II) 標準液.

(1) 標準液のつくり方

硫酸オー鉄アンモニウム (俗称 Mohr 塩) $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (和光純薬 特級品) 80g を H_2SO_4 20 ml を加えた水 1ℓ に溶解し、要すれば濾過し、褐色瓶中に保存する。長期間の保存にたえなから、必要に依り必要量をけつくる。

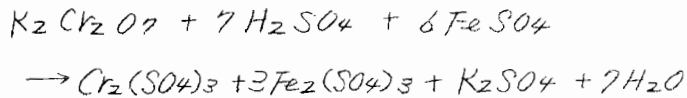
(2) 標 定

重クロム酸カリウム (和光純薬 特級品) をシヤールメは磁製平皿にうすくひろげ、 $145^\circ - 150^\circ\text{C}$ の電気定温器中で 1 時間乾燥後放冷し、その約 0.35 - 0.4g を 50 ml ビーカー中に入れ、0.1 mg まで秤量し 500 ml コニカル・ビーカー中に注意して内容をあげ、残っている結晶と小ビーカーを同様に精秤する。秤量差をとつた $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ の量とする。同様にしてもうスケの 500 ml コニカル・ビーカー中に $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ を秤取する。

各コニカル・ビーカー中の結晶を水にとかし、水でうすめて大体 250 ml とする。 H_2SO_4 10 ml、磷酸溶液 (3.2) 10 ml およびジフェニルアミン 5、6 滴を加え、ゼロ合せして 50 ml ビュレットからの 0.2 N Fe (II) 溶液で滴定する。明瞭な堇青色に達したら終突が近くなつたのであるから注意して滴下し、堇青色から灰緑色に変つた突を終突とする。40 ml 前後入る。

はずである。

(3). 計 算



$$\text{Fe(II) 溶液の 規定度} = \frac{\text{秤取した } K_2Cr_2O_7 \text{ の } g \text{ 数}}{0.04903 \times \text{Fe(II) 溶液の ml 数}}$$

有効数字 4 つ (たとえば、0.2032 N のように) まで算出し、3 回の平均値をとめる。

1.3.5 0.01 M EDTA 標準液

(1) 標準液のつくり方

エチレンジアミン四酢酸の 2 Na 塩 3.7 - 3.8 g を水にとかりて 1 l とし、ポリエチレン瓶中に保存する

(2) 標定用試薬のつくり方

i) 0.01 M $MgSO_4$ 標準液 ... $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

2.4650 g を水にとかり、1 l メス・フラスコ中で定容とする。清浄にして乾燥したポリエチレン瓶中に保存し、20°C におけるモル濃度を算出しておく。

ii) $NH_4Cl - NH_4OH$ 緩衝液 PH 10. ... NH_4Cl 62.5 g を NH_4OH (比重 0.880) 570 ml と水 250 ml の混合物にとかり、水で全容 1 l としてからポリエチレン瓶中に保存する

iii) 5% KCN 水溶液 ... 必要に応じてつくる

iv) EBT 指示 ... (1.4.4) を見よ

(3) 標 定

0.01 M $MgSO_4$ 標準液 25 ml をピペットで 300 ml コニカル、ビーカー中にとり、水でうすめて大体 90 ml とし、 $NH_4Cl - NH_4OH$ 緩衝液約 10 ml と 5% KCN 液 5 滴を加える。磁気攪拌しながら、EBT 指示薬 2 滴を加え、ただちに 50 ml ビュレットからの約 0.01 M EDTA 液で滴定する。紫色がかかるまでは後流誤差を生じない限度内ですみやかに滴定し、紫色がかつたら注意して滴々加入し（変色にややひまがかかるから）完全に赤味をおびない青色になつた瞬間を終点とする。少くとも 3 回の平均値をととめる。

1.4 指示薬のつくり方

1.4.1 フェノール フタレイン指示薬

フェノール・フタレイン（和光純薬 特級品）1 g を無水アルコール約 50 ml にとかし、水でうすめて全容約 100 ml とする。

滴定溶液 10 ml に対して 1 滴を用いる。

PH 8.2（無色）- 10.0（赤色）

1.4.2 メチル・レッド指示薬

メチルレッド（和光純薬 特級品）0.1 g を無水アルコール約 100 ml にとかす。

滴定溶液 10 ml に対して 1, 2 滴を用いる。

PH 4.4（赤色）- 6.2（黄色）

1.4.3 ジカエニルアミン指示薬

H_2SO_4 100 ml を水 20 ml 中へ注意しながら少しずつ

注入し、放冷後まだあたたかいうちにジフェルアミン（東京化成 GR級）0.5gをとくす。

1.4.4 E.B.T 指示薬

エリオクローム・ブラック T（同仁薬化学製 *Datize BT*）0.5gをトリエタノールアミン（同仁薬化学、隠蔽用）50 mlにとかし、褐色ネンコ滴瓶中に密栓して保存する。寒冷時溶媒が凍結するが、使用に際し、20℃くらいに加温すれば粘性な状態にとどる。

1.4.5 Patton - Reeder 指示薬

2-Hydroxy-1-(2-hydroxy-4-sulfa-1-naphthyl-0.20)-3-naphthoic acid（同仁薬化学製 *Datize NN* 純末）0.5gを、磁製乳鉢中で粉末にした K_2SO_4 5.0gと混合してできるだけ均一にし、褐色瓶中に保存する。

1.5 装置と器具

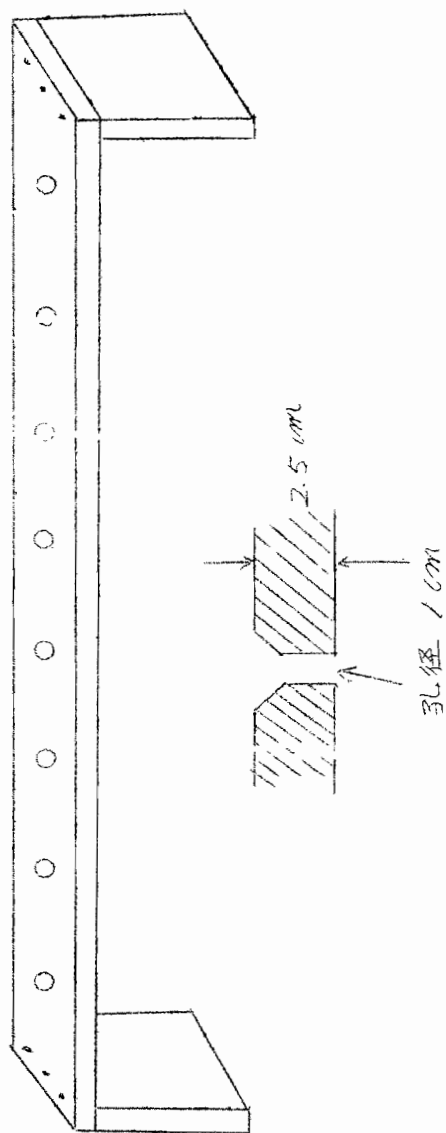
1.5.1 振盪機

200ないし 500 ml の三角フラスコ 20ヶ掛くらいの往復振盪機が便利。

1.5.2 漏斗台

普通の2ヶ掛市販品はあまり使いよくない、下図のようなものをつくらせると便利である。

木製漏斗台

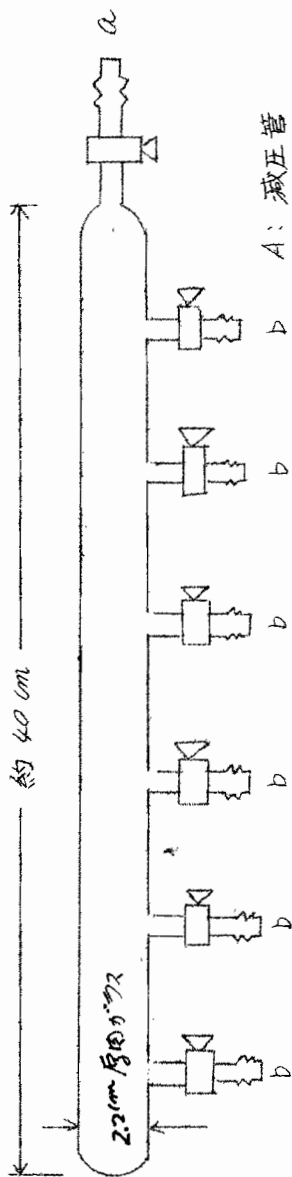


他の寸法は自己の漏斗受器について適宜定める。

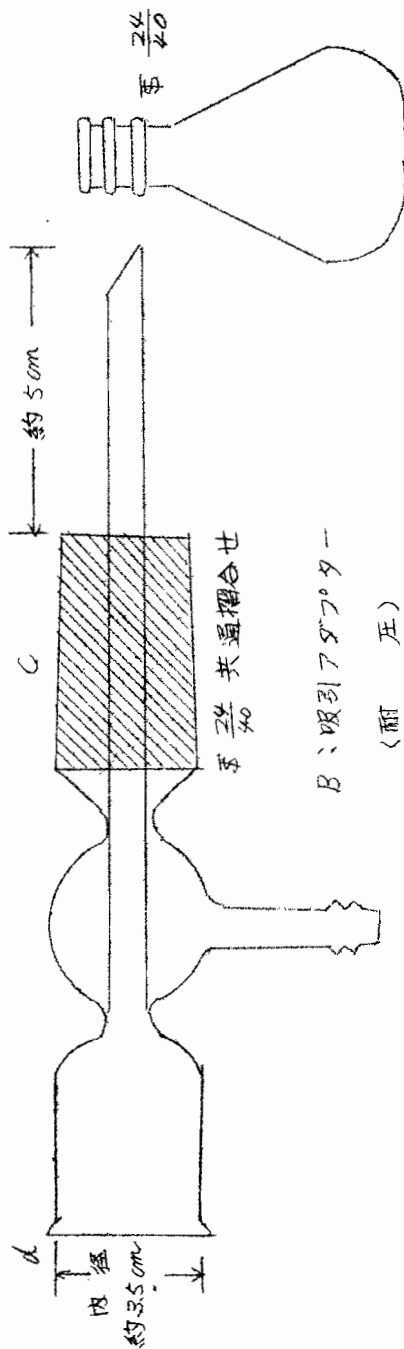
4.5.3. 吸引濾過装置

吸引フラスコ（濾過瓶）は元素 濾液を定量分析用にと
るために用いるものではない、~~W-c~~ の濾過装置がこのた
めにあるが、かさはつて何個か並列して濾過をおこなうに
は不便である。下図のようなものを用ゑると便利である

減圧管 A の a をトラツプを介して水流ポンプにつなぎ、
吸引アダプター B の b を A の a につなぐ。連結には真空用
厚肉ゴム管またはポリエチレン管を用いる。受器としては
300 または 500 ml 耐圧フラスコ C（共通摺合せ濾過瓶の吸
引用ウチバシのないものをつくらせる）を用いる。これら
フラスコには別に栓もある、B の口 d にはゴム栓を介して
ブフナー漏斗（置換容~~器~~^量や置換性 Ca Mg の定~~量~~^量用—通常
の磁製品よりも栗田化学製ガラス、ブフナー漏斗 BR-70
の方が使いよい）や 34 型ガラス、フィルター（磷酸吸収
係数測定用）をはめる、B の d に自転車のタイヤ、テュー
ブの切片をはめれば、坩堝型ガラス、フィルター~~も~~^もも快適
に用いられるから、一般の重量分析用にと便利である。



吸引炉温度計



C: 耐圧フラスコ

2 PH (H₂O) PH (KCl) および^{*}

2.1 PH (H₂O)

2.1.1 試 薬

(1) PH 7 緩衝液 ---- オノ 磷酸カリウム, KH_2PO_4
(Sørensen 緩衝液用) 3.402g と オニ 磷酸ナトリウム
 Na_2HPO_4 (Sørensen 緩衝液用) 3.54g (ともに
130°C において 2 時間乾燥後デシケーター中で放冷した
もの) を秤取し、再溜水にとかりメス、フラスコ中で全
容 1ℓ とする、ポリエチレン瓶中に保存する

(2) PH 4 緩衝液 ---- 重フタル酸カリウム, $KHC_8H_4O_4$
(Clark and Lubs 緩衝液用) 10.210g (105 -
110°C で 1 時間乾燥後デシケーター中で放冷したもの)
を秤取し、再溜水にとかりメス、フラスコ中で全容 1ℓ と
する、ポリエチレン瓶中に保存する

2.1.2 装 置

ガラス電極 PH 計 ---- 標準緩衝液 (PH 7 と PH 4) を用
いて使用直前に 2 点検度とする 使用時間が長いときは
時々チェンクしてみる

* 国有林林野土壌調査方法書 (昭 30) (以下 "方法書" と略記す
る) P28 および P32 による

標準緩衝液のPH値

液温 °C	PH7 緩衝液	PH4 緩衝液
0	6.98	4.01
5	6.95	4.01
10	6.92	4.00
15	6.90	4.00
20	6.88	4.00
25	6.86	4.01
30	6.85	4.01
35	6.84	4.02
40	6.83	4.03

2.1.3. 操作法

風乾細土 20g を 200 ml 三角フラスコに秤取し（上皿
天秤で注意して）、CO₂ 不含水 50 ml をメス・シリン
ダーにとつて加えてゴム栓をし、1 時間振盪後上液を 100
ml ビーカー中に傾写して入れ、液容は電極を挿入して測

定しうるくらいで 深さにして少くとも 1cm) しばらく静置してから電極を挿入する。約 1 分後によみをとって 値を四捨五入して 0.1 位にまるめる (たとえば、 4.3 5.2 などのように)

土壌懸濁液に挿入した電極は、毎回の測定後十分な量の水と濾紙片を用いて洗浄し、次の測定に用いるようにする。

2.2 置換酸度 μ

2.2.1 試 薬

(1) 1N KCl 溶液----塩化カリウム 74.55 (上皿天秤で注意して秤取) を水にとかし、全容 1L とする

(2) フェノール、フタレイン指示薬---- (1.4.1) を見よ

(3) 0.1N NaOH 標準液----ポリエチレン瓶中につくり 10-ml 自働ビュレット (1目盛 0.05 ml) を装着し、外気からはソーダ・ライム管や塔で保護する。 (1.3.1)

2.2.2 操作法

(1) 浸 出

風乾細土 20g を 200 ml 三角フラスコに秤取 (上皿天秤で注意して) し、 1N KCl 溶液 50 ml をピペットでとつて加え、ゴム栓をして 1 時間振盪したのち、東

洋濾紙 NO 8, 9 cm を用いて乾燥濾過する。濾液は、

50 ml ビーカーにうける

(2) 滴 定

浸出液のうち 10 ml をビペットでとって 200 ml 三角フラスコに入れ（残りは pH 測定に用いる）水約 40 ml を加えて煮沸するまで加熱し、煮沸しだしたら炎を小さくし、液滴がとびださないよう注意してちよつとの間煮沸をつづける。炎からおろし、フェノール・フタレイン指示薬 5 滴を加え 0.1 N NaOH 標準液でなるべくすみやかに滴定し、液が微紅色を呈しそれが 15 秒くらいは持続するを終点とする

2.2.3. 計 算

2.1 は風乾細土 100 g に 1 N KCl 250 ml を加えて浸出し、その浸出液 125 ml に対する 0.1 N NaOH 標準溶液の滴定数と定義されているから、次式で算出される

$$y_1 = \frac{\text{NaOHの規定度} \times \text{NaOHのml数}}{0.1} \times 12.5$$

値を四捨五入して0.1位にまるめる。(たとえば、18.4

24 などのように)

2.3 PH (KCl)

4) 測定用の液をとつた残りの50ml ビーカー中の液について、PH (H₂O)の測定(2.1.3)と同様にしてPHを測定する 値を四捨五入して0.1位にまるめる。(たとえば 3.8, 4.3 などのように)

9

standard

100g	→	2500g	
		↓	
		125	
50g	→	200	25.5 10.0
40g	→	100	
		↓	
		25	5.0
20g	→	50	
		↓	
		10	-25 12.5
20g	→	100	
		↓	
		10	25.0

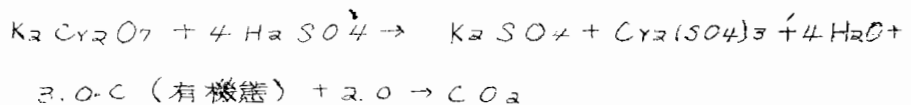
3. 炭 素*

3 / 概 要

本法は 硫酸性溶液中で重クロム酸カリウムにより土壌試料を酸化し、酸化剤の消費量が土壌試料中の有機炭素に相当すると仮定する *Tiurin* の湿式酸化法である。すなわち、次の二段階からなる。

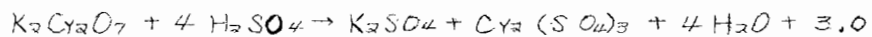
(1) 酸化

試料に重クロム酸カリウムの硫酸溶液の一定量を加えて酸化反応をおこない、試料中の有機炭素を炭酸ガスとして逸散させる：



(2) 滴定

過剰の重クロム酸カリウムをオー欽塩溶液で滴定して、消費された重クロム酸カリウムに相当する炭素の量を算出する。：



こゝに記述する操作法では、河田弘：

Tiurin 法による土壌有機炭素の定量について、日林誌37(1955)270にしたがって、加熱酸化のやり方を改良してある。すなわち、重クロム酸カリウムの濃硫酸溶液をつくらないで、重クロム酸カリウム溶液について硫酸を加え、その際の反応熱を利用し、また砂皿の代りに油浴を用いている。油の臭気が不快であるけれども、

加熱條件は良好である。

3.2 試 薬

- (1) 1 N $K_2Cr_2O_7$ 標準液…(1.3.3) を見よ
- (2) 硫酸 (比重 1.84),
- (3) ジフェニルアミン指示薬…(1.4.3) を見よ.
- (4) 磷酸溶液… H_3PO_4 1 容と水 1 容の混合物,
- (5) 0.2 N オーク鉄標準液…(1.3.4) を見よ.

3.3 特殊な装置

- (1) 油浴…金属性容器に流動パラフィンを入れ、金網上で加熱し浴に挿入した温度計により $180^\circ C$ にあるよう炎を調節する。
- (2) 磁気攪拌機

3.4 操作法

3.4.1 粉碎試料と乾燥減量.

凡乾細土約 10 g をメノウ乳鉢で圧碎し (なるべくこすらないで) 小瓶に入れておく。これを細土と区別して粉碎試料ということにする。あまりは窒素の定量用にとつておく。

炭素定量用に粉碎試料を秤取するのと同時に、またはそれになるべく近い時期に、粉碎試料の乾燥減量を測定する。すなわち、あらかじめ $105^\circ - 110^\circ C$ に調節しておいた電気定湿器の中段の棚上に、清浄な秤量瓶 (3 cm × 3 cm) をシーラーシ又は素焼板 (吸収板) にのせておき、一夜放置後デシケーター内にうつし、45 分間放冷後化学天秤で 0.1 mg まで秤量する。(T.2)。次にこのようにして乾燥凡袋をもとめた秤量瓶中に直ちに粉碎試料 0.5 - 1 g を入れ、0.1 mg まで秤量する (T.2)。最後にこの秤量瓶を 105°

- 110°C の電気定温器中に入れ、瓶の蓋を口にななめにかけて一夜放置後定温器内で蓋をし、デシケーター中で45分間放冷後 0.1mg まで秤量する (T_2)。

こゝで乾燥減量の測定をするのは、分析結果を乾燥重をもとにして表現するため、炭素定量用に秤取した粉碎試料の凡乾重を乾燥重に換算するのが目的である。したがって次のように“乾燥ファクター”をもとめておけばよい：

$$\text{乾燥ファクター} = \frac{\text{乾燥重}}{\text{凡乾重}} = \frac{T_2 - T}{T_1 - T}$$

値は小数点以下4桁までもとめておく (たとえば、 $0.9854, 0.8793$ などのように)。

3.4.2 試料の酸化

粉碎試料 $0.1 - 1.8$ を 100ml 三角フラスコ中に秤取し (化学天秤で 0.1mg まで秤量)、 1N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 標準液 5ml をピペットで加えて試料とよく混和したのち、ピペットから H_2SO_4 10ml を注入する (もちろん、 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ の方は一定濃度のを正確に一定量加え、 H_2SO_4 の方には大体一定量をやり、注意深く加えるために、ピペットを用いているのである)。直ちにフラスコの口に小漏斗の蓋をし、あらかじめ 180°C に加熱してある油浴中にひたして正確に $175^{\circ} - 180^{\circ}\text{C}$ に10分間加熱する。最初は有機物の分解によりはげしく発泡するが、約5分間でしずかになる。そののちは底面から弱い発泡がつづく。加熱中はときときフラスコを廻転して壁についた土粒を洗いおとす。10分間加熱後直ちに油浴からフラスコをとりだし、布で外壁の油をぬぐいとり、ただちに内容を約

500 ml 容磁製丸底蒸発皿にうつす。フラスコおよび小漏斗は水で充分に皿中へ洗いこむ（このとき溶液が緑色を呈したら、 $K_2Cr_2O_7$ が不足だったのである。試料の秤取量を減少して分析をやりなおす。

(注) 滴定用容器は、緑のうすい液層のところで変色が見えいかう磁製皿を普通用いているが、普通のユニカル、ビーカーなどでも見にくくはない。

3.4.3 滴定

皿中の溶液を水で全容約 250 ml とし、磷酸溶液約 10 ml と指示薬 5.6 滴を加えたのち、ガラス棒でたえず攪拌しながら、50 ml ビュレットからの 0.2 N オーク鉄標準液で滴定する。明瞭な藍青色に達したならば終点が近くなつたのであるから注意して滴定し、灰緑色に変わった点を終点とする（0.1 ml）。

3.4.3 ブランク滴定

試料なしで 1 N $K_2Cr_2O_7$ 標準液 10 ml 以下の試薬について（3.4.2）と（3.4.3）の操作をおこなひ、 $K_2Cr_2O_7$ の自己分解指示薬ブランクなとを含めた 1 N $K_2Cr_2O_7$ 10 ml に相当する 0.2 N $Fe(II)$ 標準液の消費量をもとめる（B ml）

3.4.4 計算

$$\text{乾燥試料の炭素含量 \%} = \frac{N(B - I) \cdot 3}{W \cdot f} \times 100$$

ここで

N … $Fe(II)$ 標準液の規定度（たとえば 0.2134 N）

B … ブランク滴定量（たとえば 45.32 ml）

ハ…試料分析の滴定量 (たとえば 15.67 ml)

三…炭素の mg 当量.

ナ…乾燥ファクター (3.4.1) (たとえば, 0.8793)

ル…秤取試料の風乾重 (たとえば 876.5 mg)

値は頭から数字3ヶにまるめ (たとえば 13.812.46 など). 小数点以下の数値のときはオス位にまるめる (たとえば, 0.32 のように).

4. 窒 素 分 析

4.1 概 要

本法は、土壤中の有機物を硫酸および分解促進剤を用いて加熱分解し、その中の窒素をアンモニウム塩の形に変え、次に硫酸溶液を強アルカリ性にして遊離するアンモニア、ガスを一定過剰の硫酸に吸収させ、最後に過剰の硫酸をアルカリ標準液で滴定する *Kjeldahl* 法を、一部改変したものである。分解促進剤としては、S. M. Patel and A. S. *Meerican* の処方 (Anal. Chem.) 20 (1948), 15) を採用し (新名謹之助, 林試研究報告, NO. 53 (1952), 127 参照). 蒸溜は水蒸気蒸溜法によっている。この方法で定量することができるのは、有機態及びアンモニア態の窒素であつて、その他の無機態の窒素は定量されない。しかし一般の土壌中のそれら含量はきわめて微量であるから、この方法でえらる分析値が通常は土壌中の全窒素含量であるとみなされている。

4.2 試 薬

(1) 分解促進剤…硫酸カリウム K_2SO_4 30 量; 硫酸銅 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$

ノ量；酸化カス水銀 HgO （黄色と赤色の二種があるが、どちらでもよい）2.5量；およびセレン Se 0.25量からなる。 K_2SO_4 と $CaSO_4 \cdot 5H_2O$ は磁製乳鉢で粉砕しておく。これら試薬を順に乳鉢中でかるくすりながら混合し、広口瓶中に保存する。

(2) 分解剤…硫酸（比重 1.84）

(3) $NaOH$ 溶液（4+10）…水酸化ナトリウム $NaOH$ 400 g を水 1 ℓ にとかし、冷却後ポリエチレン瓶中に保存する。

(4) $Na_2S_2O_3$ 溶液（1+20）…チオ硫酸ナトリウム $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ 25 g を水 500 ml にとかす（分解して生じたアンモニウムと分解促進剤中の Hg との錯化合物を破壊するために加える）

(5) NH_3 吸収液…0.1N H_2SO_4 標準液（1.3.2）大体 0.1 N の濃度につくり標定はしなくてもよいが、つくつてからは標準液と全く同様の取扱いをする。

(6) メチルレッド指示薬（1.4.2）

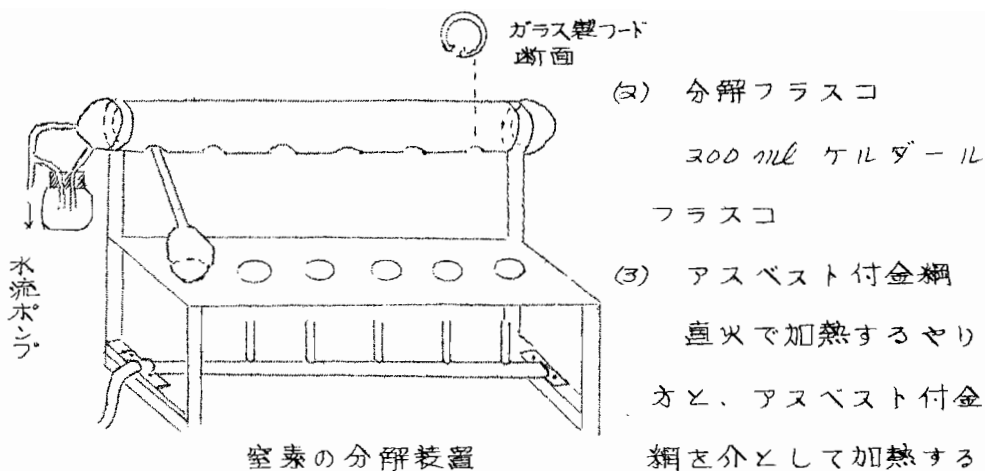
(7) 滴定液…0.1 N $NaOH$ 標準液（1.3.1）

4.3 装置

4.3.1 分解用装置

(1) 分解台

種々な型の製品が市販されている。一例としてドラフトのない実験室のためにガラス製フード付のものを図示しておく。ドラフトがあればフードはなくてもよいが、ドラフト内に SO_2 ガスが充満すると実験しにくいし、金具類のいたみもはげしいから、フードを用いて水流ポンプにより水中へガスの大部分を排除する方がよい。



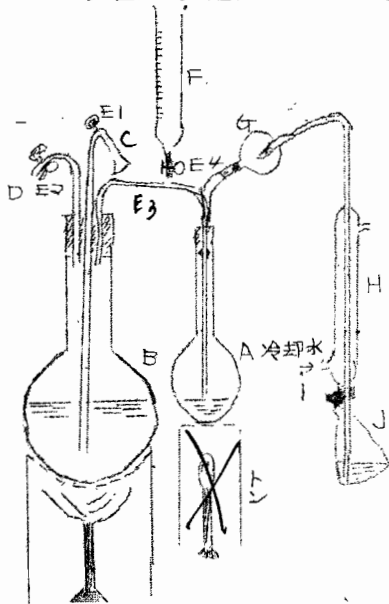
やり方とがある。どちらでもよいが、金網を用いるなら水でアスベストの部分をしめらせてから、フラスコの底の形に押しくぼめたものを、分解台の穴にはめるのがよい。

4.3.2 蒸溜用装置

塩入興田式窒素定量装置または丁) S規格セミミクロ、ケルダール装置が適当である。(東京、栗田化学器械工業 K.K からセット

にして販売されている。あるいは適当な部品をあつめて自分で組立てると、安価に思い通りのものができる。

この装置に用いるゴム栓はすべて、4% NaOH 溶液中で30分向くらい煮沸したのち、水中で30-60分向煮沸し、最後に充分水洗する。ゴム管は良質のものを用いて、気体のもれないようにしっかりと連結してゴム管止めの部分をたこ糸でしばっておく。ゴム管だけの



部分の長さはできるだけ短くする。

4.4 操作法

窒素の定量操作中は同じ室内でアンモニアガスを発散させては
いけない。

4.4.1 試料の秤取

炭素定量に用いたのと同じ粉碎試料 (3.4.1) 1 g (窒素含量
のきつめて小さい試料では2 g) を差による秤量法 (1.1.2) で
200 mL ケルダール・フラスコ中に秤取する (1 mg まで秤量)
すなわち、パラフィン紙上に約1 g の試料をのせて精秤し、ケル
ダール・フラスコを傾けてその頸にそって試料をうつし入れ、注
意して歟と痕跡量の試料を秤量し、秤量差を mg の桁まで四捨五
入して、その値をフラスコにとつて試料の量とする。フラスコの
頸部をかるくたたいて付着している試料を底部にあつめる。次に
分解促進剤 3.4 g を、それで試料を入れたあとを洗うようにしな
がら、同様に加える。もしフラスコの頸部に固体が付着してい
たら、洗瓶からの極少量の水で洗いおとす。最後に H_2SO_4 約 10 mL
をフラスコの頸の内壁を伝わせながら少量ずつ加え、直ちにか
るく振盪して試料と試薬を H_2SO_4 でしめらせる。

4.4.2 分解

ケルダールフラスコを分解台にのせて加熱する。最初に弱く熱
する (過熱のときは小炎で、炎の先がフラスコの底から 1-2 cm
くらい離れる程度とし、また金網を用いるときは炎の先が金網に
とどく程度とする。) 有機物の多い試料では最初から強熱すると、
はげしく発泡して内容物があふれたり、または頸部にまで泡が

あがつて内容物を付着させ分解が面倒になる。最初の発泡がしずまるのをまつて徐々に強熱する。

有機物の分解による発泡が全く終つたら、強熱して内容物が弱度^ろに沸とうする程度に係つ、内容物は黒色から次第に淡色になり、褐色をへてついには青味をおびた白色となる。このようになってからさらに30分間マフターボイルをおこなつたのち加熱をやめる。内壁にはぬあがつた内容は大体酸の還流で洗いおとされるが、なかなかおちないものがあつたなら、フラスコの頸部を布を介して手でもつて、底の方をかるくふるようにすると（台につけたまま）洗いおとすことができる。しばしば黒色の砂状のものが底の方にみとめられることがあるが、これは多分有色^無機物成分であろうから、あつてもさしつかえない。

ブランクのときは緑色の透明な溶液がえられる。放冷後水約50 ml をフラスコの頸部にそつて少量ずつ加えてうすめ、ゴム栓をして少なくとも室温まで冷却したのち蒸溜をおこなう。

4.4.3 蒸溜

(1) 空蒸溜

E₁をひらいてCからBにク分目くらいの水を入れ、メナル、レッド指示薬数滴およびH₂SO₄数滴を加えて明かに酸性とし、沸とうを円滑にするためガラス毛细管を入れておく。E₁およびE₂をとり、E₂をひらいてBを加熱しはじめる。この間にHには水を通じ、Aおよび丁のところに空の分解フラスコおよび^水受器をつける。水蒸気がはげしくE₂から発生しはじめたらE₂をひらいてE₂をとり、受器内に溜出液がではじめてから約5分間蒸溜をおこない、コン

コンデンサーの先端を洗瓶からの水で洗ひ、 E_2 をひらき E_3 をよじて空蒸溜をおこなふ。新しく装置を組み立てたとき、または久しく使用しなかつたあとで使用するときは、最初の空蒸溜は1時間くらいおこなふ。

(2) 試料の蒸溜

Aに分解をおこなった分解フラスコを接合し、 $0.1\text{ N H}_2\text{SO}_4$ 標準液 25 ml をピペットでとつて 250 または 300 ml 三角フラスコ、(J)に入れ、メチルレッド指示薬 2.4 滴を加えてコンデンサーの先端が液面下に浸るように装置する。最初はフラスコ内の液量が少ないから図のようにフラスコをやや傾けて保持する。

Aに NaOH 溶液(4+10)約 50 ml を入れ、ついで Na_2SO_3 溶液約 10 ml をしずかに壁を伝へらせて注入し、 E_4 をひらいてこれらの液の大部分をA内に導入し、F内には液がわずかに残留するようにする(外界と通じないように)。直ちに E_3 をひらき、 E_5 をよじて水蒸気を通ずる。

J内に液が溜出するにつれて順次Jをさげて、コンデンサーの先端が常に液面下 1 cm くらいにあるようにする。蒸溜中往々にJ内の液がコンデンサーの内部に上昇して上下するようになることがある。このような逆流のきざしがみえたなら、Bの加熱をつよめて水蒸気の発生をつよめると、液柱をおしさげることができる。

約 100 ml くらい溜出したなら(約15-20分)Jをさげ、コンデンサーの先を液面から $2-3\text{ cm}$ はなし、更に数分間蒸溜

をフアけて、管の内壁を洗う。ついでコンデンサーの先端の外側を洗瓶からの少量の水で洗い、丁をとりさり、 E_2 をひらき E_3 をとして1回の蒸溜をおわる。

数分間空蒸溜してから次の蒸溜にとりかかる。

4.4.4 ブランク定量

試料を加えない以外はすべて試料を分析するときと全く同様に、分解(4.4.2)と蒸溜(4.4.3)の操作をおこない、最後に滴定(4.4.5)する($B\text{ ml}$)

4.4.5 滴定

蒸溜(4.4.3)したのちの受器の内壁を洗瓶からの少量の水で洗い、ゼロ合せした50ml自動ビュレットからの0.1N NaOH標準液で滴定し、赤色から黄色に変わる瞬間を終点とする。(l ml)

4.4.6 計算

$$\text{乾燥試料中の窒素} = \frac{N \cdot (B - l) \cdot 14}{5.0} \times 100$$

含量%

ここで

N ----- NaOH標準液の規定度 (例えば 0.1032 N)

B ----- ブランク滴定量 (4.4.4) (例えば 24.95 ml)

l ----- 試料分析の滴定量 (4.4.3) (例えば 16.66 ml)

14 ----- 窒素の mg 当量

5 ----- 乾燥フクター (3.4.1) (例えば 0.8793)

5.0 ----- 秤取試料の乾燥量 (例えば 10.52 ^{mg} ~~g~~)

値は小数点以下才2位に丸める (たとえば、1.32、0.35 などのように)

5. 置換性石灰および加里

5.1 置換性石灰

5.1.1 浸出 (Peach 法に大体準據)

5.1.1.1 試薬

中性 1 N 酢酸アンモニウム溶液…アンモニア (比重約 0.9) 70 ml を水約 700 ml に混入し、これに氷酢酸 50 ml を混合し、冷型後ガラス電極 pH 計を用いてアンモニア水または酢酸でその pH を 7.0 に調整したのち、水どうすめて 1 l とする。大容を必要とするのが普通であるから、1 l ずつつくつて、たとえば 5 l 容のポリエチレン瓶中に合併して保存する。

5.1.1.2 抽出

500 ml 三角フラスコに風乾細土 ^{20g}~~200g~~ を差による秤量法 (1.1.2) で秤取する。同時あるいはなるべく近い時期に、高さ 3 cm、径 5 cm の秤量瓶にその風乾細土 5 g を同様にして秤取し、電気温乾燥器内で 105°C - 110°C において 1 夜乾燥後秤量することにより、その風乾細土の乾燥ファクター (3.4.1 参照) をもとめる。

三角フラスコ内の試秤に中性 1 N 酢酸アンモニウム溶液約 100 ml を注意して加入し、ゴム栓をしたのち往復振とう機で約 30 分間振とうし、それから $25^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ の電気恒温器内においてときどき揺動してから 1 夜放置する。

5.1.1.3 濾過と洗淨

放置しておいた三角フラスコの内容を濾過し (1.5.3) の装置を用いて吸引濾過するなら、濾液が 1 滴 / 滴おちる程度に弱く吸

引する) ガラス棒をかつて土壌を大体漏斗内に入つてしまふ
洗瓶からの中性1N 酢酸アンモニウム溶液でなおフラスコ内を洗
いおとしながら、漏斗内の土壌を洗つてゆき、受器内の溶液が全
容約200 mlになるまでにする(漏斗内の土^土壌は、ひきつづき"置換
容量"の測定に用いる。記述の都合上別項になつてしまふが 実験
の操作上はむしろ、この浸出液はとつておいてNH₄⁺で飽和された
土壌をアルコールで洗う操作に入るのである)

5.1.2 浸出液の酸処理

受器内の浸出液を300 mlビーカーに入らし、フラスコをビー
カー中へ洗いこみ、ビーカーにガラス三角架を介して時計皿のカバ
ーをし、ドラフト内のホットプレート(120°-140°C)上で内容を
蒸発し、極小体積まで濃縮する。三角架を除去してビーカーを時
計皿でふたをし、口ばしからHNO₃約7 ml, HCl 約20 mlを加入し、
ホットプレート上にもどし 発泡がしづまったら再び時計皿を三
角架でもちあげて蒸発乾涸する。この王水処理を少なくとも2回
くりかえし、それでも蒸発残渣が褐色味をおびていたら、なお1
2回王水処理をくりかえす、王水処理の蒸発残渣にHCl 20 ^{ml} ~~ml~~を加
え、ホットプレート上にもどして発泡がしづまったら蒸発乾涸し
HCl 20 mlの蒸発乾涸をもう1度くりかえす。ビーカーに少量の
水を加えて小炎上で煮沸して内容を溶解し、東洋濾紙 No. 5B 9 cm
で濾過し、三角架、時計皿、ビーカーを洗瓶からの熱湯で洗いこ
*新名 蓋 栄 助: EDTA 滴定によるCaとMgの容量について、II. 土壌抽
出液中のCaとMgの定量法(林試研究報告) No. 128 (1961), PP. 147-160
参照.

み。最後に濾紙を洗う。濾液と洗液は100mlビーカーにうつける。

5.1.3 CaのEDTA 滴定*

5.1.3.1 試薬類

- (1) 0.01 M EDTA 標準液… (1.3.5) による)
- (2) TEA 溶液… トリエタノールアミン (和光純薬、1級品、さるによいのは同仁薬化学・Dofette TEA) と水の等容混合物を必要に応じてつくる。) トリエタノールアミンは寒冷時凍結するが、凍結したら20°C 辺にあたためると粘性な状態にもどる。
- (3) 8M KOH 溶液… KON 22.5g を水 500ml にとかし、ポリエチレン瓶中に保存する。
- (4) 5% KCN 溶液… KCN の 5% w/v 水溶液。必要な日ごとに作る。
- (5) Patton-Reeder 指示薬… (1.4.5) による。

5.1.3.2 滴定

100ml ビーカー中の試料溶液を 200ml メス・フラスコ中に入らし、ビーカーをフラスコ中へ洗いこみ、水どうすめて定容とする。50ml ずつをビペットでみつ、300ml コニカル・ビーカーにとりわけ (1つは予備にしておく)。

TEA 溶液 10ml, 8M KOH 溶液 4ml, KCN 溶液 5滴を順次 SWIRL しながら加え、水約 150ml どうすめる。KON 溶液を加えたときから約 3 分間たつた (3 分計砂時計を用いると便利)。磁気攪拌しながら Patton-Reeder 指示薬少量 (約 0.1g) 長さ 15.6 cm のサジの柄の小さな凹みに軽く半杯位) を加え、指示薬が溶解したら直ちに 0.5ml あわせをした 10ml ミクロ・ビュレット (1 目盛 0.02ml) の液だめ

Ca, TEA 10.11.10.11.12
 (Ca + Mg) 10.11.10.11.12
 KCl 5.1
 B.T.

のついたもの)からの0.01MEDTA標準液で滴定しはじめる。指示薬を加えた当時の溶液の色は、Ca含量の大なるほど赤味が強く、少量になるにしたがって紫色がかつてくる。紫色になるまでは後流誤差を生じない限度内ですみやかに滴定し、以後は注意して滴々加入し(変化にややひまがかかるから)完全に赤味をおがない青色になった瞬間を終点とする。

滴定液が10mlを超過する場合は、予備のビーカーについて、50mlビュレットからのEDTA標準液で滴定しなおす。一群の試料溶液を滴定する場合は、そのようになった試料溶液だけとまとめにして滴定しなおすとい。

5.1.3.3 計算

$$\text{置換性石灰, } \text{EDTA液} = \frac{\text{Ca含量}}{\text{EDTA液のモル数}} \times \frac{200}{50} \times \frac{100}{\text{風乾細土乾燥の秤取量} \times \text{ファクター}}$$

meq/100g乾土

5.2 置換性加里の定量

5.2.1 試料溶液のつくり方

(5.1.1) および(5.1.2)と同様にして 土壌浸出・浸出液の酸処理およびその残渣の溶解をおこなう。ただし、浸出液の酸処理の最後におこなう蒸発乾涸はできるだけ完全にし、えられる試料溶液のHCl含量をできるだけ低くするように注意する。溶液の酸度によって測定値が変動するからである。また置換性加里は一般にきわめて少量なので(通常0.001-0.02%程度)、最後に定容

*森田應代子技官の測定によると 塩酸酸性の場合 試料溶液100ml中にはconc.Hclとして0.5mlまで含まれることは許容されるけれどもそれ以上になると負誤差がますます大となる。

にするには、200 ml ではなく 100 ml のメス・フラスコを用いることに
する。

5.2.2 試薬類

(i) 加里標準液

i) stock solution (1000 ppm K) ... 塩化カリウム約 8 g をシャ
ーレにうすくひろげて入れ、時計皿で大部分ふちをして 130°
140°C の電気定温器内にいれ、約 2 時間乾燥した^{の 5 分 21-9-10 まで} KCl 1.9008 g
を乾いた清浄な 50 または 100 ml ビーカー中に秤取し、水にと
かして 1 l メス・フラスコにうつしいれ、ビーカーをフラスコ中へ
洗いこんでから水で定容にする。ポリエチレン瓶中に密栓して
保存する。

ii) working solutions ... 100 ppm Li を含み、K をそれぞれ 100,
75, 50, ~~25~~ 10 および 0 ppm 含む二次標準液を、きわめて接近した
範囲内におこなう一連の測定群ごとには必要に応じてつくる。

検量線をもとめるためには、一応上記 6 種類の濃度のものはす
べてつくる必要があるが、さうに試料溶液の測定用には、ある
特定濃度のものを多量に必要とすることがある。すなわち、試
料溶液の加里濃度が低い場合には、25, 10 ppm の標準液を多量に
必要とし、また試料溶液の加里濃度が高い場合には 75, ⁵⁰~~25~~ ppm
の標準液を多量に必要とする。四、五十 ml の試料溶液を分析する
のに working solutions を 500 ml 程度ずつつくっておけば充
分である。

つくり方の一例は次の通りである。

Working Solution の K 濃度 PPm	Stock solution (1000PPm K) の 加入量) ml *	HCl 溶液 (1000PPm Li) の加入量) ml *	たの2液を水でうすめ て定容とするのは用 いる容量, ml ml
100	50	50	500
75	50 + 25	50 + 50	1000
50	25	50	500
25	25	50 + 50	1000
10	5	50	500
0	0	50	500

*それぞれ表記の値のホール・ピペットを用いる。

iii) 100PPm K液(Li不含有) Stock solution 10mlをピペットで
100mlメス・フラスコ中にとり、水でうすめて定容とする。(element selection用)

(2)、塩化リチウム液(1000PPm Li):

炭酸リチウム(関東化学・特級)約6gをシャーレ中にうすく
ひろげていれ、時計皿で大部分ふたをし、105°-110°Cの電気定
温器内で4-5時間乾燥したのち、デシケイター中で放冷する。

この乾燥したLiCO₃ 5.3230gを200mlビーカー中に秤取し、
時計皿でふたをしてから、くちばしから壁を伝わせて水を流入
して粉末をしめらせる。(飛散させないように注意する)。次に(1:1) HCl をごく少量ずつ加入して炭酸塩を完全に溶解する。~~は~~
~~め~~無色透明になる^{は(や)}。ほどはげしく発泡するから、Lossをしない
よう注意する。前回の発泡がややしづまってから、次回の分を
加入する。(1:1) HCl は全体で15ml 近く必要ははずである。

ビーカーを水浴上にのせて加熱しても発泡がみとめられなかったら、ガラス三角架で時計皿をもちあげて、溶液を蒸発乾涸する。残渣を氷に溶解して1ℓメス・フラスコにうつしいれ、時計皿と三角架をビーカー中に洗いこみ、ビーカーをさらにフラスコ中に洗いきこみ、氷にうすめて定容とし、ポリエチレン瓶中に保存する。

5.2.3 蛍光光度法によるK濃度の測定

(1) 蛍光光度計の操作法

機器分析法についての参考書、およびそれぞれの装置に添付されている説明書によって習得する。

(2) 検量線の作成

所定の調整をすませた蛍光光度計により 100, 75, ⁵⁰25, ~~10~~ および ppmK の ^種 6 種の working solutions についてそれぞれ蛍光の強さを測定し、K濃度を横軸に、メーターのよみを縦軸にプロットして検量線をかく。一般に直線にはならないから、雲型定規または曲線定規を用いて点を結ぶ、計算の便宜上、濃度のよみは mg/100 ml 単位をも併記しておく（数値が 1/10 になるだけである）。たとえば 次表のようによみがえられた

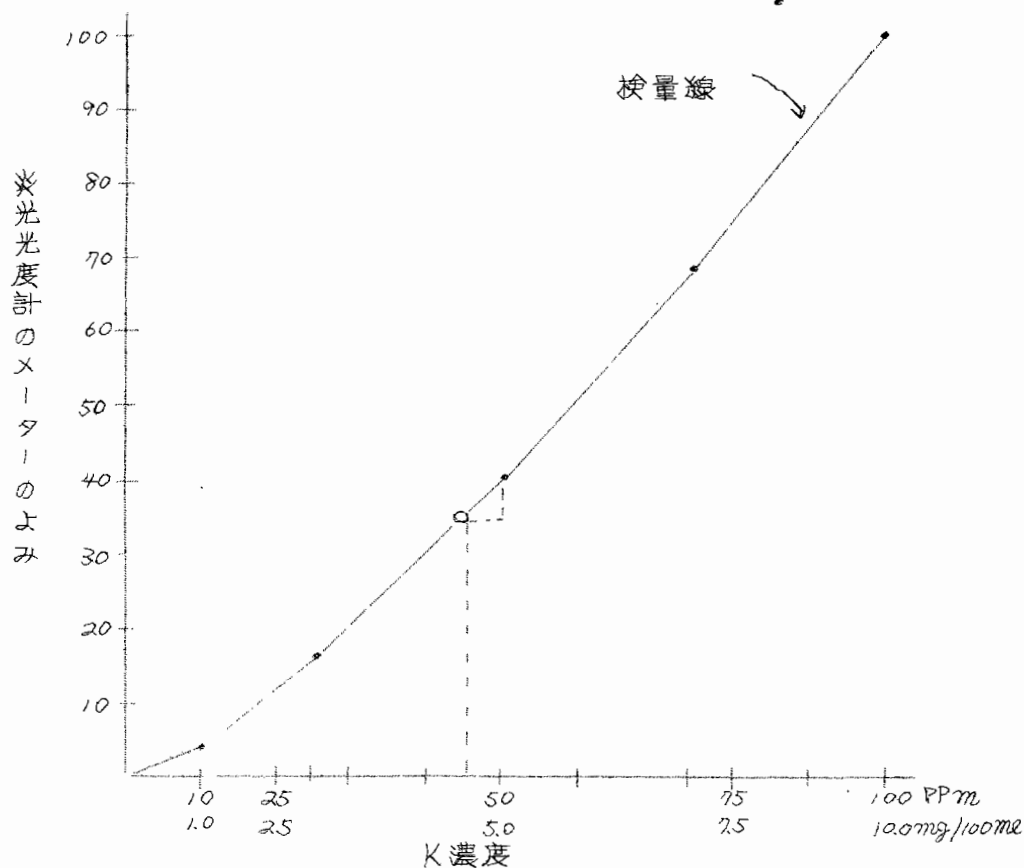
working solution の K 濃度, ppm	0	10	25	50	75	100
メーターのよみ	0	4.5	16.8	40.5	68.5	100

とすると、検量線は次図のようにもとめられる。

(3) 試料溶液の K 濃度の測定

(5.2.1) のようにしてつくった 100 ml 定容の ^{試料} 溶液から、ピペットで 25 ml をとって 100 ml メス・フラスコにいれ、LiCl 液 10 ml

をピペットで 100 ml として加入し、水でうすめて定容とする。(K濃度が低いと思われる場合には、 100 ml から 50 ml をわけ 100 ml と同様に 100 ml 定容とする)、この溶液を分光光度計にかける。



まず試料溶液についてのよみとり 次にそのよみに最も近いよみを示す working solution についてのよみをとる。つづいてさらにもう一度同様の測定をおこなう。両回の試料溶液と working solution のよみの差 (working solution からの公差で表わす) を平均した値を用いて、検量線から試料溶液の K の濃度を $\text{mg}/100\text{ ml}$ 単位でもとめる。

たとえば、ある試料溶液を蛍光光度計にかけたら、35.5 という
よみがえられたとする。最も近いよみを示す working solution は
50PPm であるから、それについてのよみを取り、さらにもう1度
同様のことをくりかえして結果を整理したら：

$$\begin{array}{l} \text{I} \left\{ \begin{array}{l} \text{試料溶液のよみ} \cdots 35.5 \\ 50\text{PPm 液のよみ} \cdots 40.5 \end{array} \right\} \text{差} : -5.0 \\ \text{II} \left\{ \begin{array}{l} \text{試料溶液のよみ} \cdots 35.2 \\ 50\text{PPm 液のよみ} \cdots 40.3 \end{array} \right\} \text{差} : -5.1 \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} \text{I} \\ \text{II} \end{array}} \right\} \text{差の平均} : -5.05$$

となったとする。試料溶液のよみは 50PPm 液のよみより 5.05 だけ小さいから、検量線上の 50PPm に相当する点から縦軸に平行して 5.05 だけ下の点をもとめ、それから横軸に平行線をひき、検量線との交点に相当する横軸上のよみをとるのである。この例では 45PPm すなわち 4.5mg/100ml なる値がもとめられる。

5.2.4 計算

$$\begin{array}{l} \text{置換性} \\ \text{加里} \\ \text{mg/100g 乾土} \\ f \end{array} = \frac{K \times 4}{39.1} \times \frac{100}{w \times f}$$

K…検量線のグラフの横軸上の試料溶液についてのよみ (mg/100ml)
4…分取率の逆数 (= 100/25), 100ml から 50ml とって 100ml に
した場合は 2 (= 100/50) を用いる。

39.1…K の原子量

w…浸出に用いた風乾細土の重量 (g)

f…乾燥ファクター。

Ca 40.08
Mg 24.32

6. 塩基置換容量*

6.1 洗滌浸出用試薬

- (1). アルコール…メタノールくノ級品をそのまま用いる。(JIS規格では95% (容量) 以上と規定しているが、95%と假定して用いることとする。無水メタノールの製法はややおずかしい。大量を要するから、14kg入りの缶をもとめる方が割安である。労カと費用を考えると、回収しても損になるから、使用済みの廃液はすててよい。)

- (2). 10% NaCl 溶液…HCl について約 0.05 N になるよう HCl を添加しておく。(NaCl 溶液 1 l につき濃塩酸約 24 ml の割合)。

6.2 NH_4^+ 飽和土壌の洗滌と NH_4^+ の置換浸出

(5.1.1.3) で分別洗滌しおわった飽和土壌は、受器をかえてひきつづき少量ずつのアルコールで洗う。アルコールは加えた分を毎回 drain させ、全部で約 200 ml を用いる。(最初の浸出に用いた酢酸アンモニウムの過剰を除去するのが目的であるから、土壌ばかりでなく、漏斗の内壁をも注意して洗う。) アルコール洗滌がおわったら、乾かないうちに受器をかえ(特に吸引濾過の際は注意を要する。乾かすと、土壌を飽和している NH_3 まども失われるおそれがある) 微酸性にした 10% NaCl 溶液約 450 ml を用いて Na^+ による NH_4^+ の置換浸出をおこなう。(もちろんアルコール洗滌のときと同様の注意をはらって、NaCl による洗滌をおこなう。前着が完全でも後着が不完全なら、結果は NH_4^+ である。)(5.1.1.3)

* Peech 法に準據

手洗着が完全であ
り不完全な結果はよく

からここまでの操作は、中断しないでおこなわなくてはならない。
6.2 浸出液中の NH_3 の定量

浸出液を500mlメス・フラスコにうっし、容器を水で洗いこむ。
水で定容としてから、その50mlをピペットで200mlケルダール・フ
ラスコ(4.3.1)中にわけとり、フラスコのぬれたところは少量
の水で洗いおとし、ゴム栓をしておく(他日 NH_3 蒸溜をおこな
うなら、6N HCl 数滴を添加しておく方が安全であろう。もちろん
 NH_3 ガスのない場所にはフラスコをしまっておく)

NH_3 の蒸溜と滴定は(4.4.3)に準じておこなう。ただし、
 NH_3 を追いだすために加えるアルカリは(4+10) NaOH のかわり
に約1Nの NaOH 約50mlを(もちろん、 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ を添加しないで)
受器としては0.1N H_2SO_4 標準液50mlをピペットでわけ入れた300
ml三角フラスコを用い、受器中の液容が約200mlになるまで蒸溜
をつづける。(滴定値 v ml)

ブランクとしては、微酸性10% NaCl 溶液50mlについて同様に蒸
溜^{5.5}滴定した結果を用いる。(滴定値 B ml)

6.3 計算

$$\begin{array}{l} \text{置換容量} \\ (\text{CEC}) = \frac{(B-v) \cdot N \cdot 10 \cdot 100}{W \cdot f} \\ \text{乾土100} \\ \text{について} \end{array}$$

ここに、

B …ブランク滴定値

v …試料溶液の滴定値

N … NaOH 標準液の規定度

$10 \cdots$ 分取率の逆数 (500/50)

$f \cdots$ 風乾細土の乾燥ファクター (5.1.1.2)

$W \cdots$ 風乾細土の採取量 (5.1.1.2)

7. 有効塩酸 (0.2N HCl 可洗)

7.1 0.2N HCl 浸出法*

7.1.1 浸出液のつくり方.

(1) 1N HCl:

濃塩酸 175-178 ml を 200 ml メス、シリンダーにとり、水を半分ほどいれを 2 ml メス、フラスコ中に注入して混和する。室温まで冷却してから、水でうすめて定容とする（原液 (I) ということにする）清浄にして乾かしてある 2 ml 硬質細口共栓瓶中に原液 (I) をうつし、密栓して通常の標準液と同等の注意をはらつてとりあつかう。

原液 (I) 20 ml をピペットで 200 ml メス、フラスコ中にとりわけ、水^でうすめて定容とする。この希釈液 25 ml をピペットで 200 ml 三角フラスコにとりわけ、(4.4.5) と同様にして、メチル、レッドを指示薬として 0.1N NaOH 標準液 (1.8.1) で滴定する。もとめられた規定度を 10 倍し値を、原液 (I) の規定度とする。

次に、原液 (I) をうすめて HCl について近似的に正確に 1N である原液 (II) をつくる。

(たとえば、原液 (I) が 1.055N であるとすれば、

$$1.055N \times X \text{ ml} = 1.000N \times 250 \text{ ml}$$

から
$$X = \frac{1.000N \times 250 \text{ ml}}{1.055N} = 236.96 \text{ ml}$$

※ 船引、吉峰、新選土壌実験法 (1953)、P. 119 によろが、細部の記述の仕方をやや改変してある。

となる。そこで原液 (I) 200 ml をピペットで 250 ml のメス、フラスコにくりわけ、さらに 50 ml ビュレットから原液 (I) を 36.96 ml 加入し、最後に水で定^量とする。清浄にして乾かして 2 ml 硬質細口共栓瓶中にうつす。メス、フラスコを水洗してから、同様にして原液 (I) をうつめてはその瓶中に合併する操作を、さらに 7 回くりかえして、原液 (I) を約 300 づつくる)。これも通常の標準液と同等の注意をはらつてくりあつかう。

(2) 浸出用の 0.2N HCl :

まず、原液 (II) をうつめて 0.2N HCl をつくる (たとえば、原液 (II) 200 ml をピペットで 1 l メス、フラスコにくりわけ、水でうつめて定^量とする。(口ですくいあげるのは容易でないからアスピレーターによる))

次に風乾~~を~~細土 20 g を上皿天秤を用いて、ていねいに、さい取して 300 ml 三角フラスコにいれ、0.2N HCl 200 ml をピペットでとつてこれに加入し、ゴム栓をして振盪してから、約 40°C の水浴またはインキュベーター中に時々振盪しながら 5 時間放置する。室温に冷却後東洋濾紙 No. 6 を用いて乾燥濾過し、濾液 20 ml をピペットで 200 ml 三角フラスコにくり、(4.4.5) と同様にして、メチル、レッドを指示薬として 0.1N NaOH 標準液 (1.3.1) で滴定する。この滴定値をもとにして、実際に浸出をおこなうとき、濾液が HCl について近似的に 0.2N になるように浸出用の 0.2N HCl をつくるのである。しをがつて、各試料別に 4 テストして、それぞれのための浸出用の 0.2N HCl

を用意するのである。

わかりやすくするため具体例を示す：たとえばある試料の場合、上記の滴定の結果、 $0.1124N$ $NaOH$ を $33.25ml$ を要したとする。滴定前の溶液 $20ml$ 中の HCl の量は、 $0.1124N \times 33.25ml = 3.737N \cdot ml$ ($N \cdot ml = meq$)。浸出前は $20ml$ につき $0.2N \times 20ml = 4N \cdot ml$ の HCl を含んでいたのであるから、 $4.000 - 3.737 = 0.263N \cdot ml$ だけ低減している。これは風乾細土 $20g$ に相当するから、 $20g$ については $2.63N \cdot ml$ である。低減を考慮に入れば、 $200ml$ 中に $(0.2N \times 200ml) + 2.63N \cdot ml = 42.63N \cdot ml$ の HCl を含ませなければならない。そのような液を $250ml$ をつくるには、 $42.63N \cdot ml \times \frac{250}{200}ml = 42.63 \times 1.25ml = 53.29ml$ が必要である。そこでこの試料の浸出用 $0.2NHCl$ をつくるには、原液(Ⅱ) $50ml$ をピペットで $250ml$ メスフラスコにとりわけ、 $10ml$ ビュレットから原液(Ⅱ)を $3.29ml$ 追加し、水でうすめて定容すればよい、(この液を浸出用 $0.2HCl$ ということにする)。

7.1.2 土壌の浸出：

風乾細土 $20g$ をパラフィン紙上にややていねいに秤取してから、化学天秤で mg 位まで秤量し、土壌を注意して $300ml$ 三角フラスコうつしいれ、痕跡量の土壌の付着している紙を mg 位まで秤量し、両回の秤量値の差を $10mg$ 位に丸めたものを、フラスコ中にくつた試料の量とする。

これに(7.1.1)の(2)のように訂正してつくつた浸出用 0.2

2N HCl 200 ml をビペットで加入し、ゴム栓をしてから混和し、40°C の水浴またはインキュベーター内に5時間放置し、その間30分毎に振^盪する。室温に冷却後東洋濾紙 No. 6 を用いて乾燥濾過し、濾液 100 ml をビペットでとって300 ml ビーカーに入れる。

2.2 浸出液中の燐酸の定量

2.2.1 浸出液の前処理

ビーカーにガラス三角架を介して時計皿をのせ、水浴上で蒸発乾涸近くまで濃縮する。次に、三角架を除去してビーカーを直接時計皿でふたをし、口ばしから HNO₃ 約 10 ml を加入し、水浴上で加^熱する。発泡がしづまったら、ガラス三角架に時計皿をもちあげて、蒸発乾涸近くまで濃縮する。最後に、三角架を除去してビーカーを直接時計皿でふたをし、口ばしから 60% H₂SO₄ ~~20~~ 約 10 ml を加入し、ドラフト内またはフード下の 200°C 辺に熱せられをホットプレートまたは砂皿上にのせて、発煙するまで加熱する。もし液が褐色をおびていたら、口ばしから注意して駒込ビペットを用いて少量づつ HNO₃ を加入し、液が白色になるまでにする。少くとも 10 分間発煙しつづけてから（乾涸しない限度内で HClO₄ はできるだけ蒸発する）、放冷する。

ビーカーの内容に少量の水を加え、小炎上で注意して煮沸するまで熱して溶解し、東洋濾紙 No. 5B, 70 ml を用いて濾過し、濾液に 50 ml メス、フラスコに直接うつす。三角架、時計皿、ビーカーを洗瓶から熱湯で^洗内に洗いこみ、最後に^洗液を洗う、（受器が小さくてやや無理であるが、少し練習すれば困難で

はない)。冷却後水で定溶とする。

7.2.2.2 試薬類

7.2.2.1 試薬類

(1) 燐酸標準液；

i) Stock solution (50 ppm P) 燐酸 / カリウム、

KH_2PO_4 (Sörensen 緩衝液用、もとめられなければ和光純薬、特級品) を $130^\circ - 140^\circ C$ で 2 時間乾燥後放冷

し、その 0.2195g を秤取して水に溶解し、1L をメス。

(* Tackson, M. L. : Soil Chemical Analysis,
Prentice-Hall, Inc. (1958), p. 148 によ

る。) フラスコにうつし、 $6N H_2SO_4$ 約 29 ml を添加し
てから、水でうすめて定容とし、ポリエチレン瓶中に密栓し
て保存する。

ii) Working solution (10 ppm P)、比色をおこな

うるとき、stock solution (20 ml をピペットで 100
ml をメス、フラスコ中にわけり、水でうすめて定容とする

(2) モリブデン酸アンモニウム液、5%、モリブデン酸ア

ンモニウム 5g を水 100 ml にとかし、1 夜放置後東洋

濾紙 NO. 5B を用いて濾過し、濾液を褐色瓶中に保存する

(2 週間毎につくりなおす)。

(3) 還元液、1.2.4、アミノ、ナフトール、スルホン酸

(和光純薬、特級品) 0.125g を褐色瓶にいれ、15%

$NaHSO_3$ 溶液 20 ml を加えて、 $NaHSO_3$ 溶液 20% Na_2SO_3

$NaHSO_3$ Na_2SO_3 溶液を駒込ピペットから滴々加

入しては SWIRL、溶液が透明になるまでとする (通常

5-7 ml を要する) 必要なだけ新しくつくる。

(4) 2N Na_2CO_3 溶液... Na_2CO_3 10.6 g を水 100 ml にとかす、ポリエチレン瓶中に密栓して保存する。

(5) 2N HClO_4 ... 60% HClO_4 65 ml と水 35 ml を混和すると、約 6N 酸がえられる。その 1 滴に水 2 滴を混和すれば、約 2N 酸がえられる。

(6) ジニトロフェノール指示薬... 2,4-（または 4-）ジニトロフェノール（和光純薬、特級品）の 0.25% 水溶液（ pH 2.8、無色～淡黄色）、褐色滴瓶中に保存する。

4.2. 2.2 検量線の作成

6ヶの 50 ml メス、フラスコに working solution をそれぞれ 0.2, 4, 6, 8, 10 ml とりわけ（ビュレットを用いてもよいが、オストワルド・ホール・ピペットを用いる方がよいと思う。これは 1, 2, 3, 4, 5 および 10 ml の 6 種類があり、放出してから最後の液を吹いて出す点が普通のピペットの放出と異なる。ここでは、2, 4 および 10 ml の 3 本を用意し、0.2, 4, 4+2, 4+4 および 10 ml のようにつかうとよいと思う。）、すべて水でうすめて全量を大体 30 ml とする。指示薬 2 滴を加え、 $\text{2N Na}_2\text{CO}_3$ ~~2N HNO_3~~ CO_3 を滴加して丁度黄変させてから、注意して 2N HClO_4 で丁度無色にもどす（ pH が大体 3 近くになる）。60% HClO_4 5 ml を加え、液量を約 40 ml に調整する。

燐酸の比色定量をおこなうための発色の操作に入るが、発色中液温を $25 \pm 4^\circ\text{C}$ に保つ（温湯に温度計を入れたバット中に、メス、フラスコをひたし、室温との温度差のため冷却しやすいときは、適当にはなした電気ヒーターなどで加温してやる。恒温水

槽があれば、さらによい。) フラスコ内の液温が $25 \pm 0.4^\circ\text{C}$ になったと思はれるころ(同時に等容の水だけをいれをメス、フラスコに、温度計を挿入しておけば、はつきりわかる)、還元液 1.6 ml を 2 ml 駒込ビレットで加入して SWIRL し、比色のよみをとる正確に 15 分前にモリブデン酸テンモニウム液 4.0 ml をオストワルド・ビレット^で加えて SWIRL し、直ちに水ですみやかに 5.0 ml 定容し、充分混和する。モリブデン試薬加入後、15 分間たつた液の透過率を、660 ml において測定する(日立光電光度計 EP 0 型の場合に、NO. 66 フィルターを用いればよい)、透過率(%T)のよみは、セミ、ログ、グラフ紙の縦軸に、P濃度は横軸にとる、もつとわかりよいのは、透過率のよみを吸光度(E)に換算し(換算の仕方は、新名、林試研報 NO. 108 (1958)、P. 73 脚注を見よ)、普通グラフ紙の縦軸にとり、P濃度を横軸にとることである。0-24 PPM P までの範囲内で、検査線に、前者では右下り、後者では右上りの原点を通る直線になるはずである。

Working Solution の P 濃度は $10 \text{ PPM} = 1.0 \text{ mg} / 100 \text{ ml} = 10 \text{ mg} / 1 \text{ ml}$ であるから、検査線作成用の 0.2, 4, 6, 8, 10 のメス、フラスコ (Working Solution を 0.2, ..., 1 ml ずつにいれをフラスコをこのようによぶこと) による比色液の吸光度のよみに対応する横軸の値は、 $\text{mg P} / 50 \text{ ml}$ 単位であらわせば、0, 20, 40, 60, 80, 100 となり、PPM 単位であらわせば、0, 0.4, 0.8, 1.2, 1.6, 2.0 となる。

7.2.2.3 試料溶液中の燐酸の定量

※

(7.2.1)の最後にえられる50ml定量の試料溶液から、ビレットを用いてP含量により1-25ml (AP層では1-5ml)をとり(光度測定の際、30-60%Tの範囲内によみがえることが望ましい)、50mlメス、フラスコにいれ、以下(7.2.2.2)の水でうすめて全量を大体30mlにする。m. " のところと同様に操作する、吸光度の測定値を検量線上にプロットし、対応するP濃度の値をもとめる。

7.3 計算

$$\text{0.2NHCl可溶の有効燐酸} = P \times \frac{50}{v} \times \frac{2}{100} \times \frac{100}{W}$$

(風乾細土に対する%)

ここで、

P --- $\mu\text{g P} / 50\text{ml}$ 単位の測定値、

v --- 50ml定量からとった一定分量(ml)、

W --- 風乾細土の重量(g)、

P₂ 05 であらねすには、2.29倍すればよい。

208 — 200ml

8. 燐酸吸収係数 *

8. 1. 試 薬

PH 10
2.5-P
(1) 燐酸アンモニウム溶液… オニ燐酸アンモニウム $(\text{NH}_4)_2\text{H}_2\text{PO}_4$ 25 g を水約 800 ml にとかし、燐酸を用いてガラス電極PH計によりPHを7.0に調整したのち、水でうすめて全容1ℓとする。ポリエチレン瓶中に保存し、新たに調製する毎に8.3の(2)と(3)にしたがって P_2O_5 含量を測定し、標準液に準ずる取扱いをする。

(2) 硫酸溶液… 濃^補硫酸 (比重約 1.38) 1ℓ に濃硫酸 (比重約 1.84) 30 ml の割合に混合する。必要なだけつくる。

(3) モリブデン酸塩溶液… モリブデン酸アンモニウム 300 g を乳鉢でよく粉碎し、熱湯にとかし、冷却後水でうすめて全容1ℓとする。(A液)。別に硫酸アンモニウム 100 g を濃硝酸(比重 1.38) 1ℓ にとかす(B液)。攪拌しながらB液中にA液を少量ずつ加入、混合する。一夜放置後濾過し、褐色瓶中に保存する。必要なだけ上記の割合でつくる。

(4) 硝酸洗液… 稀硝酸 (2+100)

(5) 硝酸カリウム洗液… 1% ^{KNO_3} ~~KNO_3~~ 水溶液。

(6) 0.1 N NaOH 標準液… (1.3.1) を見よ、

(7) フェノール、フタレイン指示薬… (1.4.1) を見よ、

(8) 0.1 N $\text{N}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 標準液… (1.3.2) を見よ、

8. 2 特殊な器具

(1) 吸引濾過装置 (1.5.3) … 受器は共通割合せ 300 ml 耐圧

* “本邦土性調査” による方法

↑ 方法による
-60-

フラスコ (市販)

(2) ガラス、フィルター…… 3 G 4

3 操作法

(1) 浸出と沈澱形成

風乾細工 10 g を 200 ml 三角フラスコに秤取し (0.01 g まで秤量) (6.01 g), 燐酸アンモニウム溶液 20 ml をピペットでとって加え, ギム栓をして時々振盪しながら 24 時間放置する。東洋濾紙 (No. 6, 9 cm) を用いて上澄液を乾燥濾過し, 濾液 5 ml をピペットでとって 50 ml メス, フラスコに入れる。水でうすめて定容とし, その 4 ml をピペットでとって 100 ml ビーカーに入れる。これに硫酸溶液 7 ml を加え, 時計皿でおおいをして煮沸するまで加熱し, 炎からおろしてモリブデン酸塩溶液 10 ml を加え, しばらくビーカーに円運動を与えて攪拌したのち, 一夜放置する。

(2) 燐酸アンモニウム溶液からの沈澱形成。

溶液 5 ml をピペットでとって 50 ml メス, フラスコに入れ, 水でうすめて定容とし, その 4 ml をピペットでとって 100 ml ビーカーに入れる。以下試料溶液と全く同様にして

燐モリブデン酸アンモニウムの黄色沈澱をつくる。

3) 黄色沈澱の中和滴定

(3) 黄色沈澱 (試料溶液からのもの燐酸塩だけの溶液からのもの同様に操作する) を傾瀉法で 3 G 4 ガラス, フィルターをはめた濾過装置でしすかに吸引濾過し, 洗瓶からの硝酸洗液で 2, 3 回洗う (濾過, 洗浄の間, 沈澱はなるべくビーカー内にのこすようにする)。それから濾過装置の受置の受器を新しいのにと

りかえ（古い方の汚液・洗液は不要）泥濁の大部分の入っているビーカーに、0.1N NaOH標準液用の50ml 自動ビュレットから標準液50.00 mlを加え、ガラス棒でしずかに攪拌して泥濁を完全にとかす。この溶液をガラス、フィルター中に注入し、中の泥濁をとかしながらしずかに吸引濾過する（フィルター面をこすらないように注意しながら、ガラス棒で中を攪拌すると溶解が促進される）。最後に洗瓶からの熱湯でビーカー・ガラス棒・フィルターなどを洗う。

溶液と洗液をうけいれたフラスコに直ちにフェノール・フタレイン指示薬数滴を加え、ピンク色がかろうじて脱色するまで0.1N H₂SO₄ 標準液で滴定する。

8. 4 計算

燐酸塩だけの溶液についての滴定値（8.3の(2)と(3)による）と、試料溶液についての滴定値（8.3の(1)と(3)による）とをそれぞれ次式に代入し、算出した数値をAとBとする。：

$$\left\{ \begin{array}{cc} \text{NaOH} & \text{NaOH} \\ \text{の} & \times \text{の} \\ \text{規定度} & \text{ml 数} \end{array} \right\} - \left\{ \begin{array}{cc} \text{H}_2\text{SO}_4 & \text{H}_2\text{SO}_4 \\ \text{の} & \times \text{の} \\ \text{規定度} & \text{ml 数} \end{array} \right\} \times 3.088 \times 50$$

ここで3.088はP₂O₅ 1mgの数値・50は検液5mlを50mlにうすめ、その4mlをとって分析した値をもとの液20mlについての値に換算するためのファクター（ $20 / \frac{5 \times 4}{50} = 50$ ）である。

$$\left(\begin{array}{l} \text{燐酸吸収係数} \\ \text{風乾細工100g} \\ \text{によって吸収された} \\ \text{P}_2\text{O}_5 \text{のmg数} \end{array} \right) = \frac{A-B}{W} \times 100$$

ここで w はその試料のつた風乾重量である。値は1位にまるめる(たとえば, 1.234, 8.35 などのように)。

注1. 浸出液や標準液の分取用の5 ml と4 ml のピペットは短型のオストワルド, ホールピペットを用いる。このピペットは通常の長型ホールピペットと異なり, 最後の液滴は吹いて出すことに注意。

注2. 黄色沈澱のアルカリ溶液は CO_2 を吸収するといけなから, なるべく直ちに滴定するが, 手都合でいくつかずつためて滴定するときは, 共栓(重 $\frac{24}{100}$)をしておく。

注3. この定量の計算のように乗除に加減のまぜるときは, 計算機によるとまるめ方が合理的にいかないから, 対数計算をすることをすすめる。

9 礫土性

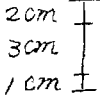
矢木式簡易検定法に従い行う。

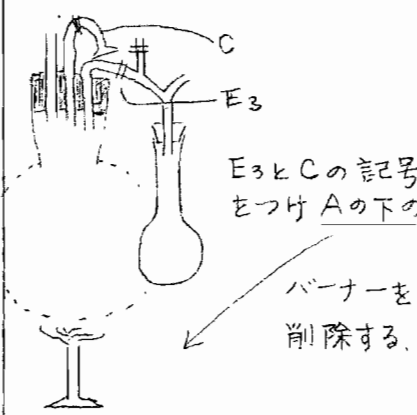
10 緩衝曲線又は緩衝能

C 各試孔点の土壌の分析

- (a) $PH (H_2O \cdot KCl)$ 比色法又はガラス電極法
(b) γ 国有林^林野土壌調査方法書に準ず
(c) 有酸燐酸 柳田式
(d) 有効加里 柳田式
(e) 置換性石灰 矢木式
(f) 置換性マグネシウム 矢木式
(g) 可溶性アルミナ (酢酸ソーダ浸出) 矢木式
(h) 可溶性アルミナ (塩化加里滲出) 柳田式

芒畑土壌調査方法 附3 室内実験法正誤表

頁	行	誤	正
2	2	(Q)自然状態の理學性の次に右の文章を挿入する。	円筒による理學性測定順序 ① 採取時重量(円筒ごと)の測定 ② 飽水時重量 " " ③ 透水速度の測定 ④ PF 2.5の筒易測定
2	6	晝夜水に浸漬	晝夜水に浸漬
3	第1回		
4	12 ~ 15	普通透水の悪い---透水速度が遅くなる	削除
4	下から4行	透水速度の最後に右の文章附加する。	円筒試料中に腐朽根、昆虫などによる穴がある場合はパラフィンで充填する。また円筒側壁に空隙があったり輸送中にこわれた試料は測定不可。
5	5	1000位相当	1000倍相当
5	12	$\frac{r}{4}(2\pi r)^2 = 1000$	$\frac{r}{4}(2\pi r)^2 = 1000$
7	6	とりだすと	とりだすと
	9	してまよう	してしまう
9	16	水配化ナトリウム	水酸化ナトリウム
10	1	(文字の不明部分)	ビュレットの上部の----
	2	(")	ライム管を直接つける。
13	1	標準以下を	標線以下を
13	4	$Na_2B_4O_7$	$Na_2B_4O_7$
13	5	(文字不明部分)	当量190.72
15	下から7	緩衝液	緩衝液
19	12	置換容器	置換容量
"	"	足器用	足量用
"	下から2行	フィルターも	フィルターにも
20	四	(フード内に右の文字挿入)	外径約2.2cm.厚肉ガラス

行	誤	正
5	Sorensen	Sörensen
10	$KHC_8H_4C_4$	$KHC_8H_4O_4$
16	$4H_2SC_4$	$4H_2SO_4$
1	加熱干は	加熱條件は、
5	縁のうすい	縁のうすい、
5	たとえば13.8/2.46など	たとえば13.8, 2.46など
13	Kjeldahl	Kjeldahl
14	Sreenivasan	Sreenivasan
四	(蒸溜の図を右のよに訂正)	 E3とCの記号 をつけAの下 バーナーを 削除する。
3	空 蒸 流	空 蒸 溜
12	下に NaOH 溶液	Fに NaOH 溶液
14	下内には液が	F内には液が
下から2	1032 wg	1032 mg
6	混合し	混入し、
12	凡乾細土 200g	凡乾細土 20g
17	HCl 20 ml	HCl 20 ml
6	同仁	
6	同仁薬化学	同仁薬化学
9	ポリエチレン	ポリエチレン
12	(計 算 式)	
	meg / 100g 乾土	meg / 100g 乾土
	Ca 滴定 EDTA 液の me 数	Ca 滴定の EDTA 液の ml 数
7	約2時間乾燥した KCl 1.9008g	約2時間乾燥したのちデシケーター内で 放冷するこの乾燥した KCl 1.9068g

頁	行	誤	正
43	13	75, 50, 10	75, 50, 25, 10
"	下から 5.	75, 55 ppm	75, 50 ppm
44	表	左の2液を水でうすめて ---- --- 容量 ml.	左の2液を水でうすめて 定容とするの に用いるメスフラスコの容量 ml
44	下から 4~3	溶解するはじめ (無色透明になる)	溶解する (無色透明にある) はじめ
45	11	100, 75, 25 ----	100, 75, 50, 25 ----
45	12	6 種の	6 種の
45	13	メーターの みを	メーターのよみを
"	17	次表のようによみがえられた	次表のようになるよみがえられた。
47	下から 7	計算式中 $\text{mg}/100\text{g}$	$\text{mg}/100\text{g}$
48	2	洗 浸出用試薬	洗 滌、浸出用試薬
48	12	洗 滌: おわった飽和土壌	洗 滌: おわった NH_4^+ 飽和土壌
"	下から 1	結果は高くでる	結果は低くでる。また後者が完 全にも前者が不完全なら結果 は高くでる。
49	16	結 果	結 果
52	7	定 とする	定 容とする。
52	12	水でうすめて定容 量	水でうすめて定容
53	3	定 量とする	定 容とする。
53	下から 5	0.1 N H_2SO_4	0.1 N NaOH
54	8	これに凡乾細土 2g	これは凡乾細土 2g
	下から 4	フラスコ うつし入れ	フラスコにうつし入れ
55	3	振 する	振 盪する
"	4	燥 渉過	乾燥 渉過
"	11	加 熱する	加 温する
"	13~14	60% HClO_4	60% HClO_4
"	下から 2	渉 弧 内	渉 紙 内
"	"	渉液を洗	渉紙を洗
56	2	7.2.2 1 試薬類の前に右文 章を挿入す	7.2.2 燐酸の定量*)
"	4	燐酸 カリウム	燐酸 カリウム
"	7	7 l x ス	1 l x ス

頁	行	誤	正
56	8	Tachson	Jackson
	"	Chemical Analysis	Chemical Analysis
	8~10	()内の文字	脚註に移し7行目の×スレ 10行目のフラスコは接続する。
	11	定密	定容
	下から3	$\text{NaHSO}_3 \text{ NO}_3 \text{ SO}_3$	NaHSO_3 溶液44mlとませ この白濁している液中に20 % Na_2SO_3 2N Na_2CO_3
57	下から7	2N NO_2CO_3	2N Na_2CO_3
58	6	ヒペロットに	ヒペロットで
58	下から7	working	working $\rightarrow \mu$
58	下から6	1100ml = 10 $\mu\text{g}/\text{ml}$	/100ml = 10 $\mu\text{g}/\text{ml}$
"	"	検定線作製用	検量線作成用
"	下から1	1.6, 2.0 となる	1.6, 2.0 となる。
59	2	50 ml 定量の	50 ml 定容の
"	5	みかえること	みかゝること
"	13	現 量 値	測 定 値
"	14	定 量	定 容
60	3	$(\text{NH}_2)\text{HPO}_4$	$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$
"	下から6	KN°_3	KNO_3
"	下から3	0.1N N_2SO_4	0.1N H_2SO_4
"	脚註	本邦土 性調査によるの 方法	本邦土性調査の方法による。
61	5	6.01 g	(0.01 g
"	下から5	(3)黄色沈澱の(3)を削除し その前に右の文章を入れる。	(3)黄色沈澱の中和滴定
"	下から1	沈過装置の受置の受器	沈過装置の受器
60	上から9	濃硫酸(比重1.38)	濃硝酸(比重1.38)