

イオンメーターの利用

熊本県林業研究指導所 古閑 清隆

1. はじめに

近年、分析機器の開発は極めて急速に進みつつあり、これらの利用によっては、敬遠されがちな森林土壌の分析もより多く行われ、より早く、より多くの資料集積が進むものと見られ、最近、国民的に期待されている森林の地力の評価や森林の効用等の立証に繋がるものと期待される。

そこで今回は、比較的短時間で比較的容易に分析が出来るイオンメーターの導入を試み、窒素の検定液についてのケルダール分析法との比較と土壌浸透水の窒素分析について報告する。

2. 試験の方法

使用したイオンメーターは、KOBAYASHI ELECTRIC PLATING Co., Ltd. 製 ION PUTER で、使用電極は ORION RESEARCH Inc. 製 95-10 型アンモニア電極と 同社製 93-07 型硝酸電極、同社製 90-02 型ダブルジャンクション比較電極である。なお、イオンメーター用アンモニア態窒素標準液は ORION RESEARCH Inc. 製 95-1006, $\text{NH}_3\text{-N}$ 1400 ppm, 硝酸態窒素標準液は ORION RESEARCH Inc. 製 92-07-06, $\text{NO}_3\text{-N}$ 1400 ppm を用いた。

比較分析手法は、ケルダール法で、分解はセミ・ミクロ法、蒸留は BREMNER の方法¹⁾によった。

(1) 検定液の作成

硫酸アンモニウムと硝酸カリウムを脱イオン水で定量 ($\text{NH}_3\text{-N}$ 50 ppm・ $\text{NO}_3\text{-N}$ 50 ppm 溶液) し、それより Na 1 ~ Na 5 および Na 6 (Blank) の Na 1 検定液を作成した。また、イオンメーターによる硝酸態窒素分析において、 SO_4^- イオンの妨害があるため、硝酸カリウムのみを脱イオン水で定量 ($\text{NO}_3\text{-N}$ 50 ppm 溶液) し、それより Na 1' ~ Na 5' の Na 2 検定液を作成した。

(2) イオンメーターによる分析

a. アンモニア態窒素測定用として、100 ml フラスコに Na 1 検定液 100 ml と 10 N NaOH 1 ml を分注した。

b. アンモニア態窒素標準液より 14, 140 ppm の標準液を作成し、溶液をマグネチックスターラーで攪拌しながらイオンメーターのイオンモードでセットし、標準液のイオンメーター記憶には各 3 分間おいた。

c. b の経過時間における表示を記録した。

d. a の検定溶液を同一セット状態で測定した。

e. 新たに、硝酸態窒素測定用として、100 ml フラスコに Na 1 検定液と Na 2 検定液をそれぞれ 100 ml と 10 N KF 1 ml を分注した。

f. 以下アンモニア態窒素と同様に測定したが、硝酸態窒素測定においては溶液における電極の深さで反応が異なるため、測定前に溶液をマグネチックスターラーで攪拌し、攪拌後はマグネチックスターラーを止め、電極の深さを 2 cm として測定した。

(3) ケルダール法による分析

a. 分析手法は、前記の方法により、ケルダール分解フラスコに Na 1 検定液を各 2 ml 分注し、定量した。

b. なお、イオンメーター用窒素標準板については、140 ppm 濃度液の 1 ml 添加液を検定液と同様に定量した。

(4) 施肥、無施肥別土壌浸透水濃度の測定

a. 使用したライシメーターは昭和 53 年、採取地の B 層土の花崗岩質土、安山岩質土、火山灰質土を充填した水平面 1×1 m、深さ 1 m のコンクリート製で、60 年 5 月ヒノキを植え、降雨による土壌浸透水を採取している。なお、63 年 5 月、ライシメーター 1 基当たりヒノキを 5 本にし、尿素肥料 (窒素 46%) 1 本当たり 17.4 g、1 基当たり窒素量で 40 g の施肥基を設けた。

b. 採取した浸透水は、(2) の検定液と同様に処理し、測定した。

3. 結果と考察

a. イオンメーターの時間的反応は図-1, 2 のとおりで、硝酸態窒素の安定が早い。

b. 滴定用液 0.1 N NaOH の規定度は 0.0916 N, 0.01 N H_2SO_4 の規定度は 0.0105 N であった。

c. 検定液の分析結果を表-1, 2 に示す。

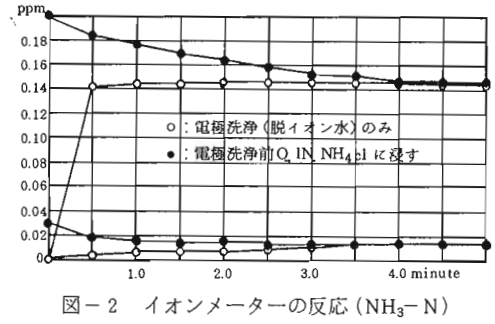
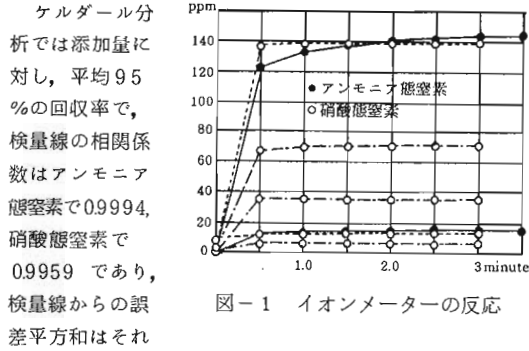


表-1 アンモニア態窒素分析

No. 1 検定液	No.1 蒸留装置ケルダール分析				No.2 蒸留装置ケルダール分析				ケルダール分析	イオンメーター分析 14-140ppmセット		
	0.01N H ₂ SO ₄ 滴定ml	NH ₃ -N 抽出量 μg	NH ₃ -N 定 量 μg	検定液 濃度 ppm	0.01N H ₂ SO ₄ 滴定ml	NH ₃ -N 抽出量 μg	NH ₃ -N 定 量 μg	検定液 濃度 ppm		1回目 ppm	2回目 ppm	平均 ppm
No.1	0.800	117.94	99.51	498	0.700	103.19	95.82	47.9	489	45.6	50.8	48.2
No.2	0.650	95.82	77.39	38.7	0.550	81.08	73.71	36.9	37.8	36.0	40.3	38.2
No.3	0.500	73.71	55.28	27.6	0.450	66.34	58.97	29.5	28.6	28.3	31.3	29.8
No.4	0.375	55.28	36.85	18.4	0.300	44.23	36.86	18.4	18.4	19.0	20.6	19.8
No.5	0.255	37.59	19.16	9.6	0.175	25.80	18.43	9.2	9.4	9.5	10.5	10.0
No.6	0.125	18.43	-	ブランク	0.125	7.37	-	ブランク	-	-	-	-
140 ppm	1.025	150.68	132.25	132.3	-	-	-	-	-	-	-	-

表-2 硝酸態窒素分析

No. 1 検定液	No.1 蒸留装置ケルダール分析				No.2 蒸留装置ケルダール分析				ケルダール分析	イオンメーター分析			
	0.01N H ₂ SO ₄ 滴定ml	NO ₃ -N 抽出量 μg	NO ₃ -N 定 量 μg	検定液 濃度 ppm	0.01N H ₂ SO ₄ 滴定ml	NO ₃ -N 抽出量 μg	NO ₃ -N 定 量 μg	検定液 濃度 ppm		No.1 検定液		No.2 検定液	
										14-140 ppmset	* 10-50ppm	7-35-70 ppm set	
No.1	0.825	121.62	99.51	498	0.750	110.57	99.51	49.8	49.8	34.2	50.2	No.1'	50.5
No.2	0.650	95.82	73.71	36.9	0.600	88.45	77.39	38.7	38.7	28.2	41.2	No.2'	40.6
No.3	0.525	77.40	55.29	27.6	0.425	62.65	51.59	25.8	26.7	20.7	30.3	No.3'	31.4
No.4	0.375	55.28	33.17	16.6	0.350	51.60	40.54	20.3	18.5	14.1	19.1	No.4'	20.1
No.5	0.275	40.51	18.40	9.2	0.225	33.17	22.11	11.1	10.2	7.8	10.9	No.5'	9.3
No.6	0.150	22.11	-	ブランク	0.075	11.06	-	ブランク	-	-	-	-	-
140 ppm	-	-	-	-	0.975	143.33	132.27	132.3	-	*はNo.1検定液 No.1,5でset			

それぞれ1.19, 8.21であった。

一方、イオンメーター分析での相関係数は0.9996, 0.9993であって、検量線からの誤差平方和はそれぞれ0.73, 1.42であり、イオンメーター分析はケルダール

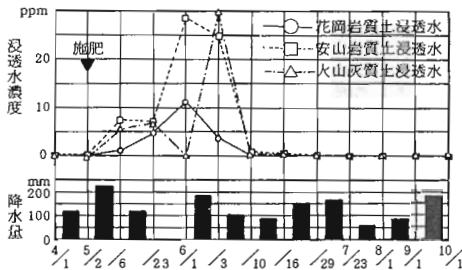


図-3 降雨による施肥基-無施肥基土壌浸透水濃度差の変化 (濃度: NH₃-N + NO₃-N)

分析と同程度の分析が可能であるとみられた。

d. 施肥による土壌浸透水濃度の測定結果

イオンメーターによる施肥、無施肥別土壌浸透水の濃度測定結果より、土壌別に施肥基の窒素濃度から無施肥基の窒素濃度を差引いた値を図-3に示す。

施肥による浸透水の窒素濃度差は、施肥後1カ月間大きかったが、以後急速に減少した。

最後に、イオンメーターはケルダール分析に比べ、機器設備および分析に、より多くの経費を要し、かつ、成分抽出手法に問題が残っているものの、分析の迅速さ、容易さの面ではかなり有利であると見られた。分析手法についての各位のご批判を仰ぎたい。

引用文献

- (1) 土壌養分測定法委員会: 土壌養分分析法, 197~200, 養賢堂, 1973