

資料

土の化学的性質の試験法案(その1)*

土の化学的性質委員会

土の化学的性質の試験法案について

土質工学会調査部土の化学的性質委員会において標記の試験法案がまとまりました。この試験法案は会員のご意見を加えたうえで学会基準となるものです。

つきましては、これらの試験法案の内容に関するご意見を昭和43年10月末日までに書面をもってお申出でくださるようお願いいたします。(土質工学会調査部)

土の化学的性質の試験法案について

本学会の調査部に設置されている土の化学的性質委員会では土質工学的立場から、土の化学的性質に関する標準試験法の必要性を痛感して、まず次のような9種の委員会案を作成した。

- (1) 土の強熱減量試験
- (2) 土の pH 試験
- (3) 土の有機物含有量試験(強熱減量法)
- (4) 土の有機物含有量試験(重クロム酸法)
- (5) 土の水溶性成分試験のための試料液調製法

- (6) 土の水溶性成分含量試験
- (7) 土の塩化物含有量試験
- (8) 土の硫酸塩含有量試験(重量法)
- (9) 土の硫酸塩含有量試験(EDTA法)

これらの試験は比較的簡単で、しかも土の工学的性質や安定処理あるいは地盤の特性にかなりの関連があると思われるものである。この関連性をさらに明らかにして実際の設計、施工面に役立つようにするには、数多くのデータの集積が必要である。このためには試験の標準方法を定めることが先決になる。このような主旨から作成したものが上記の試験法案である。この案は昭和40年度から42年度までの3カ年間に審議を重ね、さらに11名の委員による一斉試験を行なって細部にわたり検討したものであり、本号および次号の2回にわたって前記9種の委員会案の全文を掲載し、会員各位のご批判を仰ぐものである。

なお、本委員会としては今後さらに有意義と思われる数種の化学的性質の試験法の標準化をとり上げる予定である。(土の化学的性質委員会 委員長 森 麟)

(1) 土の強熱減量試験方法(案)

1. 適用

1.1 この規格は土の強熱減量を決定する試験に適用する。

1.2 土の強熱減量は110°C乾燥土を強熱した場合の減少重量を乾燥土に対する百分率で示したものである注1)。

2. 試験用具

2.1 ハカリ 感量0.001gの化学天びん。

注1) 減少重量の内容の主なもの、有機物および結晶水であるが、その他、炭酸塩の熱分解によって失われるCO₂または高温における揮発性物質なども含まれる。

* 前文にもありますとおり、これらの試験法の内容に関するご意見がありましたら、昭和43年10月末日までに、書面をもって土質工学会調査部までお申し出ください。

2.2 蒸発皿 内容100ml程度のもの。

2.3 ルツボ 磁製で内容25ml程度のもの。フタ付き。

2.4 乳パチおよび乳棒 磁製またはメノウ製のもの。

2.5 フルイ 420μフルイ。

2.6 白金線 カクハン用柄つき白金線。

2.7 ルツボバサミ

2.8 デシケーター 塩化カルシウムまたはシリカゲルなどの乾燥剤を入れたもの。

2.9 恒温乾燥炉 温度を110°Cに保ちうるもの。

2.10 加熱装置

2.10.1 ガスバーナーを用いる場合：ガスバーナー、マッフル、架台、三角架。

2.10.2 電気マッフル炉を用いる場合：電気マッフル炉、トランス、熱電対温度計。

3. 試験方法

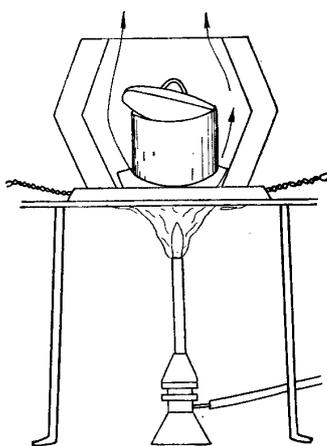
3.1 試料土を室内で十分に空気乾燥して乳バチでかたまりをときほぐし、420 μ フルイでふるい分け、粗粒子を取除く。ただし繊維分の多い泥炭のような有機質土の場合には粗大な無機質粒子(2mm以上)があれば取除く。この土を恒温乾燥炉中にて110°Cで10時間以上乾燥し、デシケーター中で放冷したものを試料とする。

3.2 試験順序

3.2.1 上記の試料約2gをとり、恒量化したルツボ(W_1 g)注2)に入れて試料とルツボとの重量(W_2 g)をはかる。

3.2.2 強熱方法 強熱法には次の二つの方法があり、どの方法を用いてもよい。

(1) バーナーで行なう場合：図に示すようにルツボをマッフル中に置き、はじめ5分位は徐々に加熱し、その後温度を上昇させて700~800°Cに至らしめる。加熱を開始してから1時間後、一度強熱を中止し、炎の弱い状態



注2) ルツボを800~1000°Cの高温で加熱した後、デシケーター中で放冷したときの重量で、しかも、この操作を繰返しても同一重量を示すものでなければならない。

のもとに、注意深く白金線で内容物が飛散しないようにゆるくカクハンする。

黒色を認めない場合は加熱を止める。黒色を認めた場合は、さらに上記の操作を繰返し、黒色がなくなることを確認して加熱を止める。加熱停止数分後、ルツボをルツボサミを用いて乾燥剤を入れたデシケーター中に移し、室温まで冷却した後、強熱した試料とルツボとの重量 W_3 gをはかる。

(2) 電気マッフル炉で行なう場合：ルツボを炉内に静置し、フタを斜めにかぶせる。熱電対温度計をみながら炉の温度を400~500°Cまで徐々に上げ、次に700~800°Cに至らしめる。この後の操作はバーナーの場合に準ずる。

3.2.3 強熱時間。強熱時間は試料が恒量になるまでの時間である。必要とする強熱時間は試料によって異なるが、ほぼ次のような時間を目安とする。

砂質土	約1時間
粘土質土	約2時間
有機質土(泥炭以外のもの)	約3時間
泥炭	約4時間

4. 計算

強熱減量は次式により算出する。

$$\text{強熱減量} = \frac{W_2 - W_3}{W_2 - W_1} \times 100 (\%)$$

ここに W_1 : ルツボの重量

W_2 : 試料とルツボの重量

W_3 : 強熱後の試料とルツボの重量

(2) 土の pH 試験方法(案)

1. 適用

この規格は土の pH を決定する試験に適用する。

土の pH とは土と平衡状態になっている土中の水溶液中に含まれる水素イオン濃度(mol/1000 ml)の逆数を対数で表わしたものである。

2. 器具および試薬

2.1 pH 計 ガラス電極式(目盛0.2以内)

2.2 ハカリ 感量0.1gの上皿天ピン。

2.3 ビーカー 100ml 硬質ガラス製。

2.4 ポリスマン 黒色ゴム付き 硬質ガラス棒。

2.5 ガラス棒 硬質ガラス製で長さ約15~20cm、径3~5mmのもの。

2.6 洗浄ビン 500ml、ポリエチレン製。

2.7 温度計 棒状(目盛1°C)。

2.8 pH 標準液

2.9 1N 塩化カリウム 特級塩化カリウム75gを蒸留水1lに溶かす。(pH 7±0.3のもの)注1)

3. 試験方法

3.1 試料土

試料土はできるだけ原位置状態のものを用いる。ただし土の乱れはさしつかえない。試料土中にある2mm以上の粒子はできるだけ取除く。固結していて容易にときほぐれない試料はナイフなどで砕いておく。

3.2 試料の調製

注1) pHが7±0.3以外の場合は約1/1000N程度のカ性カリウム溶液および塩酸溶液で1N塩化カリウム溶液を7±0.3以内に調整する。

資料-114

試料として次の(1),(2) 2種類のを各々2個ずつ作る。

(1) 試料土を蒸留水に懸濁させたもの。

(2) 試料土を 1N KCl 溶液に懸濁させたもの。注2) 清浄な 100 ml ビーカーに試料土約 30 g と蒸留水あるいは 1N KCl 溶液約 50 ml を入れる。ただし試料土の乾燥重量と液(試料土中の水分を含む)の比が 1:2 ないし 1:3 の間に入らねばならない。1:3 の場合でも液状を示さなければ液状になるまで水量を増加する。次に清浄なポリスマンで土をときほぐし、懸濁液の状態にしてから 30 分以上 3 時間以内放置したものを pH 測定用試料とする。

3.3 pH 計の調整

pH 計は測定に先だち、試料の温度と同温度の pH 標準液で調整する。調整方法は次のとおりである。(図は末尾に示す)

3.3.1 電極部(ガラス電極、カロメル電極とからなる)は調整前に 10 分間以上蒸留水中につけておく。

3.3.2 電極部を蒸留水で繰返し 3 回以上洗い、口紙または脱脂綿で水滴を吸い取る。

3.3.3 電極部の汚れは、測定に誤差を生じる。したがって電極部は常に清浄にしておく。汚れのとれない時には 0.1N 塩酸、クロム酸混液、セッケン水、有機溶剤等のいずれかを使って洗う。次に十分水洗する。

3.3.4 pH 計を標準液で調整する。その際、標準液と試薬との温度差は $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 以内とする。

3.3.5 温度補正用ダイヤルのあるものは、そのダイヤルを標準液の温度と一致させ、電極部をリン酸塩標準液に入れて約 1 分経過後、pH 計の指示を標準液の液温における pH 値(表-1)に調整する。

3.3.6 試料の pH が 7 以下の場合には電極部をフタル酸標準液に浸し、pH 計の指示値が標準液の pH 値(表-1)に ± 0.1 以内で一致するかどうかを調べる。もし一致しない場合には、温度補正用または感度調整用ダイヤルを動かして一致するように調整する。ダイヤルを動

かした場合は、必ず再びリン酸塩標準液に電極部を入れて、指示値が標準液の値(表-1)と ± 0.1 以内で一致するかどうかを確かめる。

3.3.7 試料の pH が 7 以上の場合には、電極部をホウ酸塩標準液に浸し、そののちの操作は 3.3.6 と同様に行なう。

3.4 試験順序

3.4.1 試料をガラス棒で軽くかきまぜ、pH 計の電極部が試料の液中に没するようにソウ入する。

3.4.2 電極ソウ入後 30 秒以上経過してから測定用スイッチを入れ、指示計が静止注3)してから pH 指示値を小数点以下 1 位まで読み、記録する。測定中液温は $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 以上の変動があってはならない。

3.4.3 蒸留水を用いた試料の pH は $\text{pH}(\text{H}_2\text{O})$ で表わし、KCl 溶液を用いたものは $\text{pH}(\text{KCl})$ で表わす。

測定は各々 2 個の試料について行ない、同種の 2 個の試料の pH の差が 0.2 以内の場合には、両者の平均値を試料土の $\text{pH}(\text{H}_2\text{O})$ および $\text{pH}(\text{KCl})$ 値とする。差が 0.3 以上の場合には、改めて試料を調製し再試験を行なう。

4. 報告

4.1 土の $\text{pH}(\text{H}_2\text{O})$ 値、土の $\text{pH}(\text{KCl})$ 値

4.2 試験時の試料の温度

4.3 試料土および試料の含水量

4.4 試料土採取後の日数

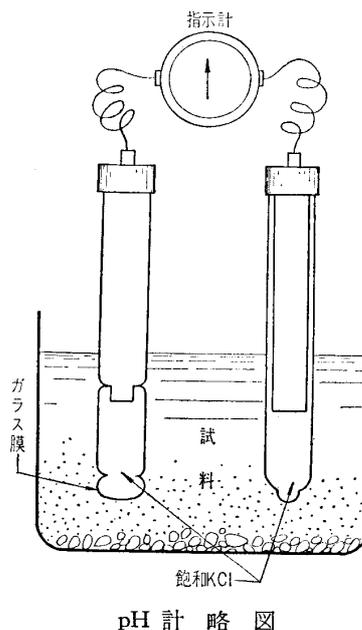
4.5 試料土の保存方法

4.6 pH 計の名称

表-1

温度 °C	標準液		
	フタル酸塩	リン酸塩	ホウ酸塩
0	4.01	6.98	9.46
5	4.01	6.95	9.34
10	4.00	6.92	9.33
15	4.00	6.90	9.27
20	4.00	6.88	9.22
25	4.01	6.86	9.18
30	4.01	6.85	9.14
35	4.02	6.84	9.10
40	4.03	6.84	9.07

注 2) 蒸留水で測定できない土粒子表面の水素イオン濃度を合わせ測定するためである。



pH 計略図

注 3) pH メーターによっては静止するのに 5 分以上を要することがある。

(3) 土の有機物含有量試験方法 (案)

(強熱減量法)

1. 適用

この規格は泥炭あるいは有機物含有量 50% 以上の土の有機物含有量を決定する試験に適用する。

2. 試験用具

土の強熱減量試験方法に準ずる。

3. 試験方法

3.1 試料 土を室内で十分に空気乾燥して乳バチでかたまりをときほぐす。この時粗大な無機質粒子(2 mm 以上)があれば取除く。次に乾燥炉中で 110°C に 10 時間以上乾燥し、デシケーター中で放冷したものを試料とする。

3.2 試験順序

3.2.1 まずルツボを恒量化し、その重量 (W_1 g) を求め、次に試料約 2 g を上記ルツボに入れて試料とルツボとの重量 (W_2 g) を正確にはかる。

3.2.2 次に試料の入ったルツボを強熱する。強熱方法は土の強熱減量試験方法に従う。強熱したあとの試料とルツボの重量を (W_3 g) とする。

4. 計算

3.2.3 有機物含有量は次式により算出する

$$\text{有機物含有量} = \frac{W_2 - W_3}{W_2 - W_1} \times 100 (\%)$$

ここに W_1 : 恒量化したルツボの重量 (g)

W_2 : 試料とルツボの重量 (g)

W_3 : 強熱した後の試料とルツボの重量 (g)

(4) 土の有機物含有量試験方法 (案)

(重クロム酸法)

1. 適用

この規格は、有機物含有量 50% 以下の土の有機物含有量を決定する試験に適用する。ただし、泥炭の場合は有機物含有量 50% 以下でも適用しない。

2. 試験用具

- 2.1** ハカリ 感量 0.001 g の化学天びんおよび感量 0.1 g の上皿天びん。
- 2.2** ビーカー 200 ml, 300 ml, 1 l
- 2.3** 三角フラスコ 200 ml, 500 ml
- 2.4** メスフラスコ 500 ml, 1 l
- 2.5** メスシリンダー 100 ml, 1 l
- 2.6** ピペット 20 ml
- 2.7** 駒込ピペット 2 ml, 10 ml
- 2.8** ビューレット 50 ml
- 2.9** ロート 直径約 6 cm のもの
- 2.10** 試薬ビン 200 ml (褐色), 1 l
- 2.11** 乳バチおよび乳棒 磁製
- 2.12** フルイ 標準網フルイ 420 μ
- 2.13** デシケーター 塩化カルシウムまたはシリカ

ゲルなどの乾燥剤を入れたもの。

2.14 恒温乾燥炉 温度を 110°C に保ちうるもの。

3. 試薬

3.1 1 N 重クロム酸カリウム溶液

特級重クロム酸カリウム ($K_2Cr_2O_7$) 49.04 g を正確にはかり、蒸留水約 800 ml に溶解し、1 l メスフラスコに入れ、蒸留水で全量を 1 l とする。

3.2 0.5 N 硫酸第 1 鉄アンモニウム溶液

蒸留水約 800 ml をビーカーに入れ、1 級濃硫酸 (H_2SO_4) 30 ml を徐々に加える。これに特級硫酸第 1 鉄アンモニウム [$FeSO_4(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$] 196 g を溶解し、これを 1 l メスシリンダーに移し、蒸留水で 1 l とする。

3.3 ジフェニルアミン溶液

特級ジフェニルアミン [$(C_6H_5)_2NH$] 0.5 g を蒸留水 20 ml に入れ、濃硫酸 100 ml を徐々に加えて溶解する。褐色試薬ビンに保存する。

3.4 1 級リン酸 (H_3PO_4)3.5 1 級濃硫酸 (H_2SO_4) (95% 以上)

3.6 1 級フッ化ナトリウム (NaF)

資料-114

4. 試料の調製

4.1 土を室内で十分に空気乾燥する。大きなかたまりがある場合は、あらかじめ指でこまかくし、粗大有機物（植物の根、小動物など）がある場合はそれらを取除く。

4.2 次に気乾土を標準網フルイ 420 μ でふるい分ける。

4.3 420 μ フルイを通過した土を磁製の乳鉢でよく粉砕し、110°C で 10 時間以上乾燥し、デシケーター中で放冷したものを試料とする。

5. 試験方法

本法は、試料に一定量の重クロム酸カリウムを加え、濃硫酸の希釈熱を利用して有機物を酸化分解し、未反応の重クロム酸カリウムを第 1 鉄塩で逆滴定して、有機物の酸化に消費された重クロム酸カリウム量を求め、その消費量から土の有機物含有量を算出する。

5.1 硫酸第 1 鉄アンモニウム溶液の濃度の決定

5.1.1 1 N 重クロム酸カリウム溶液 40 ml を、ピペットでとり 500 ml 三角フラスコに入れる。これに濃硫酸 80 ml をメスシリンダーで徐々に加え、手で三角フラスコを静かに約 1 分間振とうし、30 分間放置する注 1)。

5.1.2 次に蒸留水約 300 ml を加えて振とうし、その液温が室温になるまで水で冷却する。冷却後、ロートを用いて 500 ml メスフラスコに移す。この三角フラスコ内を蒸留水でよく洗浄し、その洗液を合して全量を 500 ml としてよく振とうする。

5.1.3 本液約 250 ml をビーカーに移し、この中から 100 ml メスシリンダーを用いて正確に 100 ml をとり、それを 200 ml 三角フラスコに移す。これにリン酸約 8 ml を駒込ピペットで加え、フッ化ナトリウム約 0.2 g を加えてカクハンする注 2)。さらにジフェニルアミン溶液約 1.5 ml を駒込ピペットで加える。

5.1.4 0.5 N 硫酸第 1 鉄アンモニウム溶液をビュレットにとり、上記三角フラスコを手で軽く振とうしながら硫酸第 1 鉄アンモニウム溶液を滴下する注 3)。三角フラスコ内の溶液が青紫色から灰緑色に変わった時を終

注 1) 濃硫酸を加えると約 120°C に発熱する。この発熱は 5.2 および 5.3 の操作の中で有機物の分解に利用している。水（または溶液）中に多量の濃硫酸を一度に加えると、急激な沸騰を起こして危険であるから、フラスコの壁を利用して注意深く、徐々に加えなければならない。また、濃硫酸は危険であるから、手や衣類につけないように十分注意しなければならない。

注 2) リン酸の添加は滴定終点を見やすくするためである。また、フッ化ナトリウムの添加は、土中にある二酸化マンガンなどが有機物含有量に与える誤差をのぞくためである。

注 3) 滴下速度は毎秒 0.5 ml 以内にする。滴定の終点に近づくとつれて滴下速度を遅くする。

点として、滴定に要した硫酸第 1 鉄アンモニウム溶液の量 S ml を求める注 4)。

硫酸第 1 鉄アンモニウム溶液の濃度は $8/S$ 規定となる。

5.2 試料採取量の決定

まず、試料約 1.0 g をとり、500 ml の三角フラスコに入れ、5.1.1 と同様に 1 N 重クロム酸カリウム溶液 40 ml を加え、さらに濃硫酸 80 ml を徐々に加える。1 分間振とう後、約 5 分間放置し、その時の溶液の色を観察する。溶液の色が黄色または黄緑色であれば試料採取量を 1.0 g とする。溶液の色が緑色であれば、重クロム酸カリウム量の不足を示しているから、試料採取量を 0.5 g 以下にする注 5)。

5.3 重クロム酸カリウム消費量の測定

5.2 の操作で決定した試料量 (W_s) を化学天びんで正確にはかり、これを 500 ml の三角フラスコに入れる。そして 5.1.1 から 5.1.4 までの操作を行なう。溶液が青紫色から灰緑色に変わったときを終点とし、滴定に要した硫酸第 1 鉄アンモニウム溶液の量 T ml を求める。

有機物による重クロム酸カリウム消費量は $(S-T)$ ml である。

6. 計算

試料中の有機物含有量は、本法による有機物の分解度を 77% として次式により算出する。

$$\begin{aligned} \text{有機物含有量} &= \frac{8}{S} \times 5(S-T) \times \frac{12}{4000} \times 1.72 \\ &\quad \times \frac{1}{0.77} \times \frac{100}{W_s} (\%) \\ &= \frac{(S-T) \times 26.8}{S \times W_s} (\%) \end{aligned}$$

ここに S : 硫酸第 1 鉄アンモニウムの濃度決定において、滴定に要した硫酸第 1 鉄アンモニウムの量 (ml)

T : 重クロム酸カリウム消費量測定の際に要した硫酸第 1 鉄アンモニウムの量 (ml)

W_s : 試料量 (g)

1.72 : 炭素から有機物への換算係数注 6)

$\frac{1}{0.77}$: 本法による分解有機物量から全有機物量への換算係数

注 4) 測定は 2 回繰返し、滴定値の差が 0.2 ml 以内であれば、その平均値を S ml とする。滴定値の差が 0.2 ml 以上のときは 5.1.3 からやりなおす。

注 5) 試料採取量は有機物含有量に応じて定めるとよい。その標準は大体次のとおりである。

有機物含有量	試料採取量
15%以下	1.0 g
30%以下	0.5 g
50%以下	0.3 g

注 6) この係数は土中の有機物の平均炭素率を 58% として求めたものである。