

土壌の炉乾燥とサンプリングにおける誤差要因

桜 井 雄 二*

The Factors of Errors Accompanying Oven Drying and Sampling of Soils

Yuji SAKURAI

Faculty of Agriculture, Ehime University

Abstract The preliminary problems which have usually been paid little or no attention for analyzing investigated data are considered; volume of samplers, diameter of sampling instruments, personal errors, temperature distribution in the drying oven and drying time of soil. The results obtained are summarized as follows:

- 1) Differences between volumes of each sampler are not recognized.
- 2) The sampling instrument because of its reduced edge diameter makes the volume of samples smaller than that of sampler itself(100cm³). Consequently, there is significant difference on the dry density of sample between the cases of using it and not.
- 3) Personal errors which is caused by sampling procedure are little.
- 4) In the non-blast oven, temperature distribution in it is very large, especially with moist samples. Therefore, it must be prevented to put moist samples into the oven with somewhat dried samples.
- 5) In the blast oven, temperature differences at any points are at most 4°C and smaller than that of the non-blast oven. Still it is large enough to the indicated values of catalogue. Then the thermometer attached to the oven shows 5~6°C below minimum temperature of the thermoelectric couples setted in the oven.
- 6) The drying time is required at least 8 or 12 days in the case of volcanic ash soil or clayey soil. This is extremely long in comparison with popularly used time.

1 はじめに

すでに規格化された試験方法及びその手順，そして標準化されたもしくは市販されている器材を使用する時，比較的無批判にそれらを受け入れている場合が多い。

例えば，農地土壌のサンプリング—特に密度測定—では，直径5.0cm，高さ5.1cmの100cm³サンブラを用いることが多い。そして専用の採土器が市販されている。このサンプリングに際して，サンブラサイズやサンプリング個数については，すでに一連の研究がなされ¹⁾ その後も多くの究明がなされている。しかし，さらにさかのぼって，そこで用いられた器材なり手法あるいは人的構成その他，データを解析する以前の問題が考察されない場合が多いと考えられる。

また一般に土壌の炉乾燥状態は，含水比その他我々が用いる物理量の基準としても用いられる。その炉乾燥状態は“110°Cの恒温乾燥炉で一定重量になるまで”

乾燥したもの(JISA1203)²⁾である。その一定重量になるまでの時間として，“少なくとも12時間(JISA1203)³⁾”，“一般には15~16時間(JISA1203解説)⁴⁾”，粘質土で試料の多量な場合には，“なるべく24時間以上(JISA1203問題点)⁵⁾”と定義されている。また農業土木標準用語事典では，“105°C定温で15時間以上炉乾燥した土壌⁶⁾”とされている。供試土の種類，例えば火山灰土，有機質土等によって問題点は指摘されているが⁵⁾，炉乾温度及び時間については上記のような記述がみられるのみである。さらに，乾燥炉内部の温度分布並びにそれによる影響・注意点といった，より基本的な点については定性的記述⁵⁾，あるいは研究者個々で問題のあることに気づく場合もあるが，それに対するデータの発表は現在ほとんどない。そして購入した乾燥炉に対し，炉内温度分布及び付属している温度計が示す目盛と，実際の炉内温度との一致などに対してはほとんど顧みることなく，もしくはカタログのデータを信用して使用されているのが実情と考えられる。

筆者は以上述べた現状に対して，データ取得以前の問

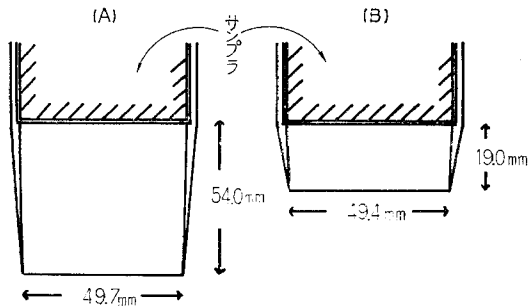
* 愛媛大学農学部

題点として、使用しているサンブラ、採土器の個体差、採土者の個人差及び採土方法、また乾燥炉内温度分布、炉乾時間などを究明した。そして興味あるデータを得たのでここに報告すると共に、その注意点を指摘する。

2 使用器材並びに試験方法

(1) 使用器材

採土には直径5.0cm高さ5.1cmの100cm³サンブラを用いた。採土器はD社製の既製品組2組で、押し込み先端エッジ部口径(内径)がそれぞれ4.97cm、4.94cmと少し絞ってある。これらを採土器(A)、(B)とし、略図を図一に示す。



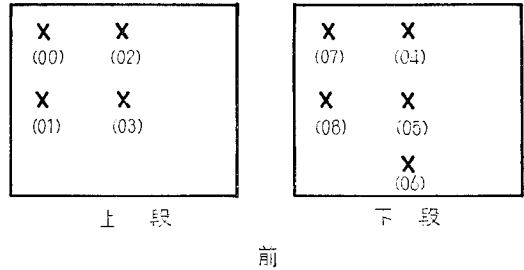
図一 採土器

この採土器先端口径で計算すると、高さ5.1cmの試料は、体積が採土器(A)の場合98.94cm³、(B)で97.75cm³となる。

用いた乾燥炉は無送風式・アクメ型定温器(昭和42年製)、並びに送風式・ホットスタートオープン(昭和51年製)である。炉内寸法は前者が $W \times D \times H = 45 \times 40 \times 40$ cm、後者は $45 \times 40 \times 45$ cmである。無送風式炉のヒータ容量はベースヒータ500W、コントロールヒータ600Wであるが、ベースヒータは常にオフにして使用した。送風式炉はベース、コントロールヒータ共に三段切り換えであるが、ベースヒータL(170W)とコントロールヒータH(300W)、またはM(150W)の2種類の組み合わせを用いた。従って送風式のヒータ容量は470Wと320Wの2種である。温度調節は無送風式がバイメタル型、送風式が液体膨脹型である。

炉内温度分布は図一2の炉内位置に熱電対をとりつけ、サーモダックで自記タ録させた。熱電対は網棚から約5cmの高さに設置した。試料の炉乾時における状態は、サンブラの上フタを除いて上面一方からの乾燥と、アルミ箔に抜き出し、より乾燥面を大きくしたもの2つである。

なお無送風式の場合、乾燥器に付属している温度計の



図一2 熱電対の設置位置

位置は、図一2上段の中央を軸として(01)点のほぼ対称点にある。調節器の感熱部は中央上部である。送風式炉の温度計は、図一2の(01)と(03)の中央点上部壁面に顔を出している。温度調節器の感熱部は中央を軸として、下段(08)点の対称点付近の側壁面にとりつけられている。

(2) 試験方法

サンブラの個体差については、5人の採土者が同じ20個のサンブラをそれぞれノギスで直径、高さを計測して、サンブラ容積を算出した。

供試土は愛媛県カルスト台地大野ヶ原の表層土である火山性クロボク、その下層の粘質土(石灰岩の風化残積土)、そして愛媛大学農学部ホ場の畑土壌(砂質土)である。

採土者の整形などにおける個人差については、サンブラリングに習熟した5人が先述の20個のサンブラのうち、農学部ホ場で10個、大野ヶ原表層土に対して15個を用いてそれぞれ採土を実施した。採土方法は全て同じで、各自が採土から整形まで一貫して行なった。

採土方法の考察は前記2組の採土器を用いるほか、サンブラを直接土中に押し込む方法の3種類について行なった。採土は各方法10個づつ農学部ホ場で1回、大野ヶ原の表層土は3回、下層土は2回実施した。なお大野ヶ原においては、2種の採土器を区別せずに用いた。

乾燥炉内温度分布については、炉内が空及び湿潤試料、あるいは相当乾いた状態の試料がはいっている場合を10秒間隔で自記タ録させた。

また大野ヶ原土壌を用いて、無送風式炉で38日間、炉乾時間の実験を行なった。設定温度は炉の付属温度計で105℃である。

3 結果及び考察

(1) サンプリング器材、個人差並びに採土法

5人が測定したサンブラの個体差は標準偏差が0.40~0.67cm³と小さく、サンブラ容積を100cm³としても、得

たデータからは有意水準 5% で棄却することができなかった。従ってサンブラ容積に個体差はなく、その値を 100cm^3 としてもよいものと考えられる。なお先に述べた採土器の口径とサンブラ高さ (5.1cm) から計算した体積 98.94cm^3 , 97.75cm^3 の値は、このサンブラ容積データに基づく母数推定区間からはずれている。

次に 2 種の採土器と土中にサンブラを直接押し込む方法 (“押し込み” と呼ぶ) の比較は、砂質土において乾燥密度で採土器(A) が $1.35\text{g}/\text{cm}^3$, (B) $1.33\text{g}/\text{cm}^3$ として押し込みが $1.40\text{g}/\text{cm}^3$ であった。この時の各 10 個のデータのバラツキは標準偏差 $0.03, 0.04, 0.03\text{g}/\text{cm}^3$ で、その平均値に対する割合は 2~3% である。これらを統計的に有意差検定を行なったところ、採土器(A), (B) 間では差はないが、押し込みと他 2 者とは有意であることがわかった。しかし上記の値は採土器使用の場合、一般に行なわれているように試料体積 100cm^3 とした結果である。ところが実際には採土器の先端を絞ってあるため、上記考察で明らかになったように 100cm^3 とはいない。そこで採土器(A) を使用した場合の試料体積を 98.94cm^3 に、(B) の場合を 97.75cm^3 として乾燥密度を修正すると、(A), (B) 共に $1.36\text{g}/\text{cm}^3$ となった。これより、採土器同志はもとより押し込みとの有意差検定においても、危険率 1% では有意差がなく 5% とゆるめると差が出るという結果を得、両方法間の差が縮まることがわかった。すなわち砂質土では採土器の差異による密度への影響はないといえる。さらに押し込みと採土器間では、その差が採土した土のバラツキよりも大きく出た有意差が認められるが、採土器による試料の体積を前述のように修正すると、供試土個体のバラツキ程度に近くなる。

クロボク及び粘質土は、体積の修正前で両者とも有意差のある場合とない場合が生じた。有意差のある場合、採土器使用と押し込みの差は $0.03\sim 0.05\text{g}/\text{cm}^3$ で、これは 5~10% の誤差を与えることになり、供試体の個体差より大きかった。しかし砂質土で示したように、体積の修正によってこの誤差はより小さくなると考えられる。

含水比はクロボク、粘質土共に採土法による差異が認められなかった。砂質土では先端が短い採土器(B) と押し込み法で差異がなかったが、先端の長い採土器(A) と他 2 者間に、危険率 5% で有意差があるという結果を得た。しかし採土器(A) が含水比 30.6%, 他が 29.5%, 29.4% と、その差が 1% ほどであ

ることから、実質的には差異なしとしてよいと考えられる。すなわち、砂質土では採土が容易でかつより均質であったのか、試料の個体差が非常に小さいため統計的には有意差が生じたかの結果をえたが、実質的にはこれらの差は無視できる程小さかった。

採土者の個人差について分散分析結果から、砂質土で乾燥密度に有意差がなく、含水比で有意差があるとの結果を得た。しかし各人の値 (15 試料の平均値) で、最大と最小の差が 1.4% であることから、実質的には差異なしとしてよいと考えられる。同様にクロボクにおいても乾燥密度で有意差がなく、含水比は危険率 5% で有意差が出た。しかし各人の値は、最高 9.3% の差でこれは約 6% の誤差であるが、試料の個体差 (変動係数 4~7%) 等との比較から影響は小さいと考えられる。

(2) 土壌の乾燥特性

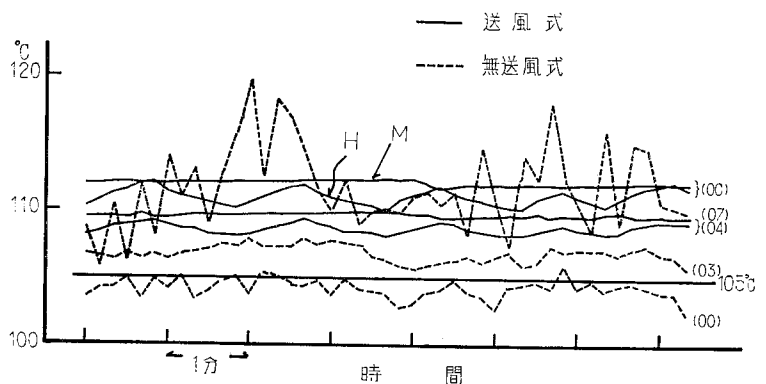
1 炉内温度分布

a) 試料が無い場合 試料が無い場合の炉内温度分布特性を図一 3 に示す。ここでヒータの断続は山部の頂上で断となり、谷部の最低位で続となる。

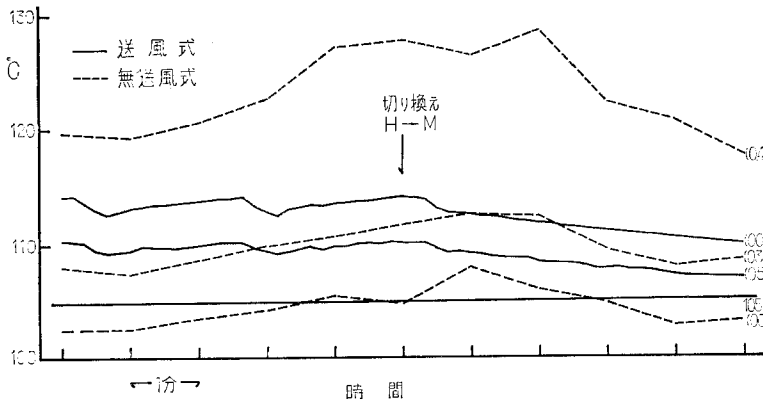
無送風式の場合、温度上昇期の方が減少期より若干長い、ほぼきれいな sin カーブを示す。炉内場所による温度差は sin カーブの山側で $14\sim 16^\circ\text{C}$ 、谷側で $6\sim 8^\circ\text{C}$ である。ところが、(04), (07) と下段奥の場所、特に奥すみの(07)は図一 3 に示すように、他点より大きく離れて高い値を示す特異点である。この 2 点を除くと場所による温度差は $3\sim 4^\circ\text{C}$ である。

また、コントロールヒータ断続による炉内場所々々における温度変化、すなわちカーブの振幅は(04), $5\sim 6^\circ\text{C}$ 、(07), $8\sim 10^\circ\text{C}$ の例外を除くと、ほぼ $1\sim 2^\circ\text{C}$ である。この実験中、炉の温度計は 103°C を示していたが、熱電対は全て 103°C 以上を示し、常に炉に付属している温度計が最低の値を示した。

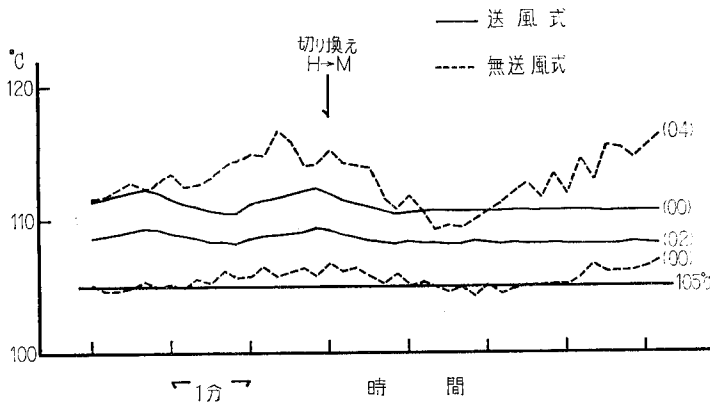
送風式炉は場所による温度差は $2\sim 3^\circ\text{C}$ で、最高の値



図一 3 炉内温度分布 (試料がない場合)



図一4 炉内温度分布(湿潤試料がある場合)



図一5 炉内温度分布(乾燥試料がある場合)

は上段奥すみの(00)点, 最低は下段中央奥の(07)が示し, 他はその間にちらばっている。

コントロールヒータHの場合は無送風式と同様 sinカーブを描き, 各点の振幅は1~2°Cである。コントロールヒータMでは, 5~6分ヒータが作動し20秒消えるという状態で, sinカーブは示さず振幅も1°C以下と小さい。この時炉の温度計は105°Cを示しており, 熱電対はそれより約5°C高い値を示した。

b) 試料(湿潤状態)が有る場合 湿潤試料を入れた場合の炉内温度特性を図一4に示す。

無送風式の場合, 試料が無い場合と同様に, 2点を除くと場所による温度差が5~8°Cあり, 特異な2点((04)(07))は他点より10~15°C高い値を示す。この時炉の温度計は105~108°Cを示し, 特異点を除く熱電対の値の間にある。コントロールヒータ断続による振幅, すなわち各点における時間的溫度変化は約5°Cである。これらは湿潤土を入れて, 炉の温度計が105°Cに達してから1時間位の現象で, それ以後4~5時間たつと場所による温度差は収束し, その差が2つの特異点も含め6~9°Cとなる。しかし105°Cに達するまでは場所による温

度差が大きく, 先の特異点(下段奥の2点)は他より20°C位高い値を示す場合が生じた。そして温度設定つまみによる調節を人為的にしないと, コントロールヒータの断続(バイメタル式)が相当高温になるまで働かない例が認められた。その理由としては, 高い湿度ないし水滴の付着が考えられる。

送風式の場合は場所による温度差が, 約4°Cと無送風式と比較して小さい。また105°Cに達するまでの温度上昇時でも, 場所による差が4~5°Cと大きくはならない。そしてコントロールヒータHの場合, 振幅は(00)を除き, 1°C以内である。炉の温度計との差は約6°Cである。しかし試料が無い場合と異なり, きれいなsinカーブは描かない。またコントロールヒータをMにすると, 炉内温度が維持できず下降していく。これは炉乾時間の増大をまねく。

c) 試料(乾燥状態)が有る場合 炉乾を始めて1~2日経た, 試料が相当乾燥してきた状態での

炉内場所による温度差及びコントロールヒータの断続による各点の時間的溫度変化を図一5に示す。

無送風式は場所による温度差がsinカーブの山側で10~11°C, 谷側で約5°Cと湿潤試料を入れた場合より小さい。そして場所による特異点はみられず, 前記の温度差内でバラついていた。sinカーブの振幅は最高の温度を示す(04)点の6~7°Cから, 最低の温度を示す(00)点で2~3°Cの範囲である。そしてこの(00)点と炉の温度計の読みがほぼ一致する。

送風式の場合, 場所による温度差は2~3°Cで, 最高の(00)点から最低の(02)点までほぼ均等にちらばっている。コントロールヒータHではきれいなsinカーブを描き, その振幅は1~2°Cである。コントロールヒータMでは, 湿潤試料の時のように温度低下はしないが, ほぼ一定の値を表わし, コントロールヒータはほとんどきっぱなしである。

2 炉乾時間 含水比一炉乾時間の関係を大野ヶ原のクロボク(表層土)と粘質土(表層土直下の中層土及び地表面下50cmの深層土)について, 1例を図一6, 7, 8に示す。

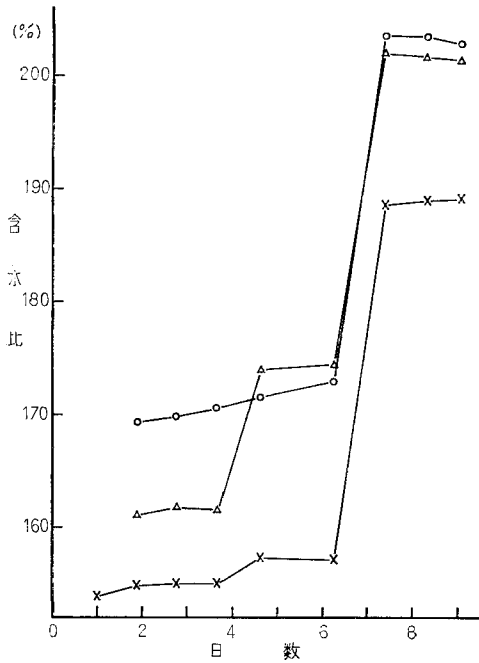
表層土は炉乾4日目に最大約25%，7日目に最大26～32%含水比が上昇した試料があるが、8日目以後は一部例外を除き最後まで、約1%の含水比増大にすぎない。このように一定重量までの炉乾には約8日かかり、24時間後～8日の間に約30%も含水比の変化が生じる。さらに、ある時点で急激に脱水される形態を示す。

また、この24時間後～8日の間に乾燥密度は0.04～0.06 g/cm³の減少を示した。なお参考のため、乾燥密度～炉乾時間の1例を図一9に示す。このデータは図一6～8に示した△印の試料である。

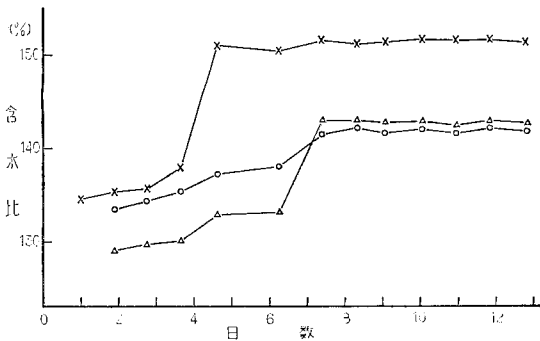
中層土は炉乾4日目に最大13%，7日目に最大10%位含水比が急上昇する試料、また時間の経過と共に徐々に含水比が増大する試料の2例が認められる。前者の形

態の場合、最終含水比との差が1%以内になるのは5日、ないし8日目であるが、後者の例では12日かかる。そして1～2日目の含水比に対する最終含水比との差も、前者の場合が大きく10～18%，後者で5～9%であった。

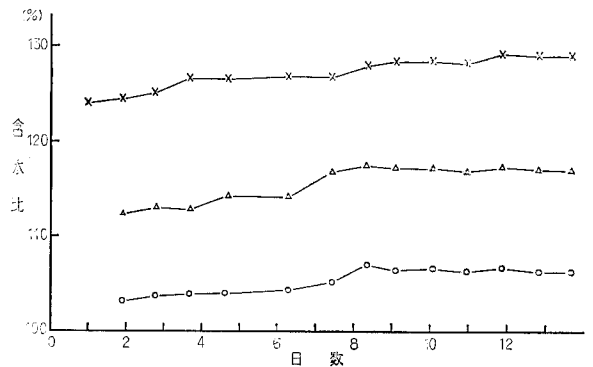
深層土は7日目で3%程含水比が上昇する試料もあるが、全て時間の経過と共に徐々に脱水が進行する。最終含水比との差が1%以内となるには8日目、12日目が半々であるが、2%とすると1例を除き全て8日目に達する。中には2日目以後の変化量が2%以内となる試料も



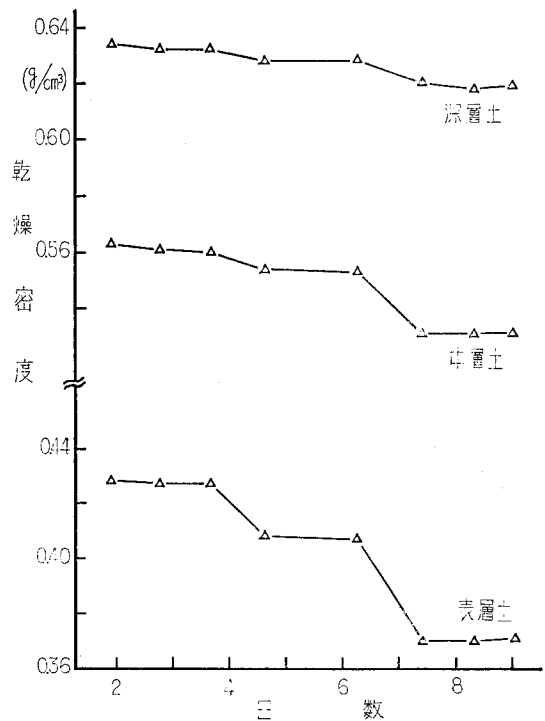
図一6 含水比～炉乾時間 (表層土・クロボク)



図一7 含水比～炉乾時間 (中層土・粘質土)



図一8 含水比～炉乾時間 (深層土・粘質土)



図一9 乾燥密度～炉乾時間

ある。この試料を除くと、1～2日の含水比と最終含水比との差が、5～8%と表、中層土より小さい。

次に試料の乾燥方法、すなわちすわちサンブラに入れたまま上面からだけの乾燥と、サンブラから押し出してアルミ箔に乗せて、より多くの面から蒸発させるやり方では、炉乾時間は前者が12日間、後者が8日間必要であった。

以上クロボク及び粘質土に対しての結果であるが、従来の慣行に比しても相当長時間の炉乾が必要なことがわかった。またアルミ箔でつつんだ試料において、ある時点で急激に脱水が進行し、最終的に同一場所での試料にもかかわらず、サンブラ試料より8%程含水比が高くなるという結果もあらわれた。この急激に脱水する現象は、炉内場所が変化したため先に明らかにした炉内温度差の影響をうけたかと考えられるが、この実験では試料の置いた場所を確認しておらず不明確である。送風式炉を用いて場所を変えずに行なっている実験では、時間の経過と共に徐々に脱水する形態を示している。

4 摘 要

データを取得する以前の問題について、基本的な観点から洗い直して考察した。その結果、通常我々が顧みることなく通過している調査、実験上の問題点が明らかにされたので以下にまとめる。

1) 市販されている直径5.0cm高さ5.1cmのサンブラには個体差がなく、その容積は100cm³と考えてよい。

2) 市販されている採土器を用いる場合と、土中にサンブラを直接押し込む場合、前者で後者より小さい乾燥密度の値を得た。これは採土器の先端エッジ部が絞ってあるため、試料体積が100cm³より小さくなるからと考えられる。

3) 採土者による個人差はほぼないものと考えられる。しかし、今回の結果はサンプリングに習熟したものが実施したこと、かつ比較試験ということでより注意深く行なったであろうことを考えると、一般的には考慮すべき項目かもしれない。

4) 乾燥炉内場所の温度差は、試料がない場合無送風式で特異点を除くと3～4℃、送風式で2～3℃とカタログ等の記載データより大きい値を示す。特に無送風式は炉内場所による温度差並びに変化特性差(コントロールヒータ断続による各場所の時間的溫度変化)が著しい。

5) 無送風式炉では、炉内場所による温度差が湿潤試料を入れた場合特に高く、20℃以上ないし相当乾燥した試料の場合でも10℃位の差が生じた。そして湿潤土を入れた直後、炉内湿度が高くなると、バイメタル型温度調

節器が作動しない例が生じ、炉の付属温度計が示す値は炉内最低の値とほぼ等しい。

6) 試料がはいっている送風式炉は、無送風式炉ほど場所による温度差及び変化特性差は著しくないが、例えば温度差は4℃と、カタログ等での説明よりは空の場合と同様に大きな値を示す。そして炉の付属温度計の読みは熱電対の最低値より5～6℃低い。

7) クロボクのような有機質火山灰土壌並びに微粒径分に富む粘質土では、炉乾がほぼ終了(最終含水比との差1%以内)するのに8ないし12日間かかった。

8) 100cm³位の試料塊の場合、サンブラに入れたままと、アルミ箔に抜き出して炉乾面を大きくした場合とで、前者の方が炉乾時間が12日間と長くなった。

以上の結果から、データを取得し解析する前の注意点を以下述べる。

1) 要求される精度によって、市販されている採土器を用いて採土し乾燥密度等を算出する場合、得た試料体積を100cm³とせず修正する必要がある。

2) 一般に、炉内に空間があれば新しい湿潤試料を入れる。このような場合、無送風式炉では炉内の場所による温度差が大きくなり、先にはいっている試料に悪影響を及ぼす可能性がある。特にクロボクや粘質土のような火山性並びに微粒径分に富む土壌においては顕著であると考えられる。このため先に入れていた土壌を出さずに、新たに湿潤土を入れることはさけた方がよい。

3) 炉内温度と炉に付属している温度計の読みを比較検討しておく。

4) 炉乾時間は通常いわれている日数(1～2日)より、土壌によって長時間(8～12日)かかる場合がある。また100cm³位の土塊では、秤量ビンに採った少量の土塊を炉乾する場合と同じようには扱えない土壌がある。

今回の実験研究を実施まとめるにあたって、懇切なる指導をたまわった佐藤兎一博士に厚く謝意を表します。また当研究室職員並びに専攻生諸君にはサンプリング等において協力を得た。ここに記して謝意を表する次第である。

引 用 文 献

- 1) 例えば、農地土壌のサンプリングに関する基礎研究(I)～(XII)農土論集, 36, 1971
- 2) 土質工学会編, 土質試験法, p.44 (1969)
- 3) 同上 p.24
- 4) 同上 p.45
- 5) 同上 p.46
- 6) 農業土木学会編, 改訂農業土木標準用語事典, p.160 (1974)