

(3) アンモニアの測定

必要な試薬・器具

- ・ RQ フレックス（プラスで無くても良い）
- ・ リフレクトクアント アンモニウムテスト（0.2－7.0mg/l）
※要冷蔵



- ・ アンモニア性窒素標準液（ $\text{NH}_4\text{-N}$ または NH_4 で 1000ppm）
（**代用可**硫酸アンモニウム、塩化アンモニウム等の特級試薬+100mL メスフラスコ・ビーカー等）



アンモニウムテスト（0.2－7.0mg/l）の測定値結果は温度の影響を受けるため、できるだけ温度変化の少ない部屋で測定を行う。季節により室温が違うので、標準液を同時に測定し、測定結果を補正する。なお、室温が30℃くらいになると、下記の NH_4 で5mg/L程度の標準液でもHI（7mg/L以上）と表示されることがある（日光の影響もあるので、常にHIになる訳ではない）。その場合濃度を下げる。

$\text{NH}_4\text{-N}$ で 1000ppm の標準液の場合、250 倍に希釈して $\text{NH}_4\text{-N}$ 4mg/L（ NH_4 5.15mg/L）にする。 NH_4 で 1000ppm の場合は 200 倍に希釈して NH_4 5mg/L にする。

市販品のアンモニア性窒素標準液が無い場合は、100mL メスフラス

コに乾燥した硫酸アンモニウム 0.472g（あるいは塩化アンモニウム 0.382g）を入れ、希釈用の水を標線まで加えて溶かし、 $\text{NH}_4\text{-N}$ 1000ppm の標準液とする。これを 250 倍する。

メスフラスコが無い場合、ビーカ等の容器に希釈用の水を $100 \pm 0.05\text{g}$ 取り、そこに上記の量の試薬を加え、ガラス棒等で攪拌して溶かし、 $\text{NH}_4\text{-N}$ 1000ppm の標準液とする。これを 250 倍する。

- ・ 蓋付き小型容器（5～10mL）

希釈試料を入れる以外に、 $\text{NH}_4\text{-N}$ 溶液の調整に使う。



場合によっては必要な器具

- ・ 遮光用容器

アンモニウムテスト（0.2～7.0mg/l）は、試験紙の浸せき中に発色部位に光が当たると測定値結果が高くなる。そのため、作業に支障の無い範囲で暗めの部屋で行なう。日光が差し込むような部屋で測定を行う場合、測定待ち時間の間遮光する。夜間の蛍光灯の灯のみでは遮光の必要は無い。

遮光用の容器は、試験紙を入れた小型容器が隠れるサイズであれば良いので、コーヒーカップや湯飲みが良い。

適当な容器が無い場合は、紙コップをアルミホイルで包んで使う。連続測定する場合は、測定点数だけ容器が必要になる。



- ・ ストップウォッチ

連続測定を行う場合に使う。



手順

アンモニウムテスト（0.2–7.0mg/l）は冷蔵保存なので、測定前に冷蔵庫から出して室温に戻しておく。試料、標準液も同様に室温に戻しておく。

RQ フレックス での測定に用いる液量は 5.0 ± 0.1 mL (g) である。「3- (2) 塩酸抽出液の希釈」を参照し、希釈試料を準備しておく。なお、希釈倍率の目安は以下の通りである。

牛ふん堆肥： 50 倍

豚ふん堆肥・鶏ふん堆肥： 200 倍

希釈に使う水は、可能なら脱塩水あるいは蒸留水を使う。入手が困難な場合は、ドラッグストアのベビー用品コーナーにある調乳用の水（ミネラル分を除去した水）を使う。それも入手困難な場合は、市販品のミネラルウォーターや水道水を用いる。その場合、標準液の調整にも同じミネラルウォーター、水道水を使う。

脱塩水・蒸留水	市販品の調乳用の水	市販品のペットボトル入りミネラルウォーター	水道水
○	○	○	○

希釈に使った水、希釈した標準液は 5.0 ± 0.1 mL (g) 測定用容器に入れ（反復を取ることが望ましい）、希釈試料と同様に測定する。

試薬 NH_4-2 は粉末であり、常に同量を加えることが困難である。 NH_4-2 の量により測定結果がばらつくため、あらかじめ NH_4-2 を水に溶かし、水溶液として加える。

NH_4-2 溶液は NH_4-2 粉末 1.0g に対して水を 3.0 ± 0.1 mL (g) 加

えて作成する。容器は測定用の小型容器でよい。1 試料当りの添加量は $0.30 \pm 0.01 \text{ mL}$ (0.37 g : $0.36 \sim 0.38 \text{ g}$) である。溶液は長期保存できないので、測定当日に必要量だけ調整する。試料と標準液の数に加え、HI になった場合の再測定も考慮し少し多目に作っておく。

通常測定

本体の ON/OFF ボタンを押し電源を入れる



付属のバーコードを入れる
3桁の数値が表示される

・数値が表示されたら、
すぐにバーコードを抜き取って良い



START ボタンを押し測定スタンバイにする
480sec と表示される



希釈試料に試薬 NH_4-1 を正確に 10 滴入れる



蓋をして振り混ぜる



希釈試料に試薬 NH_4-2 溶液を $0.30 \pm 0.01 \text{ mL}$ 入れる



蓋をして振り混ぜる

・重量法の場合 $0.36 \sim 0.38 \text{ g}$ 入れる



試験紙容器から試験紙を1枚すばやく取り出し、容器の蓋を閉める



試験紙を希釈試料に浸すと同時に
START ボタンを押す

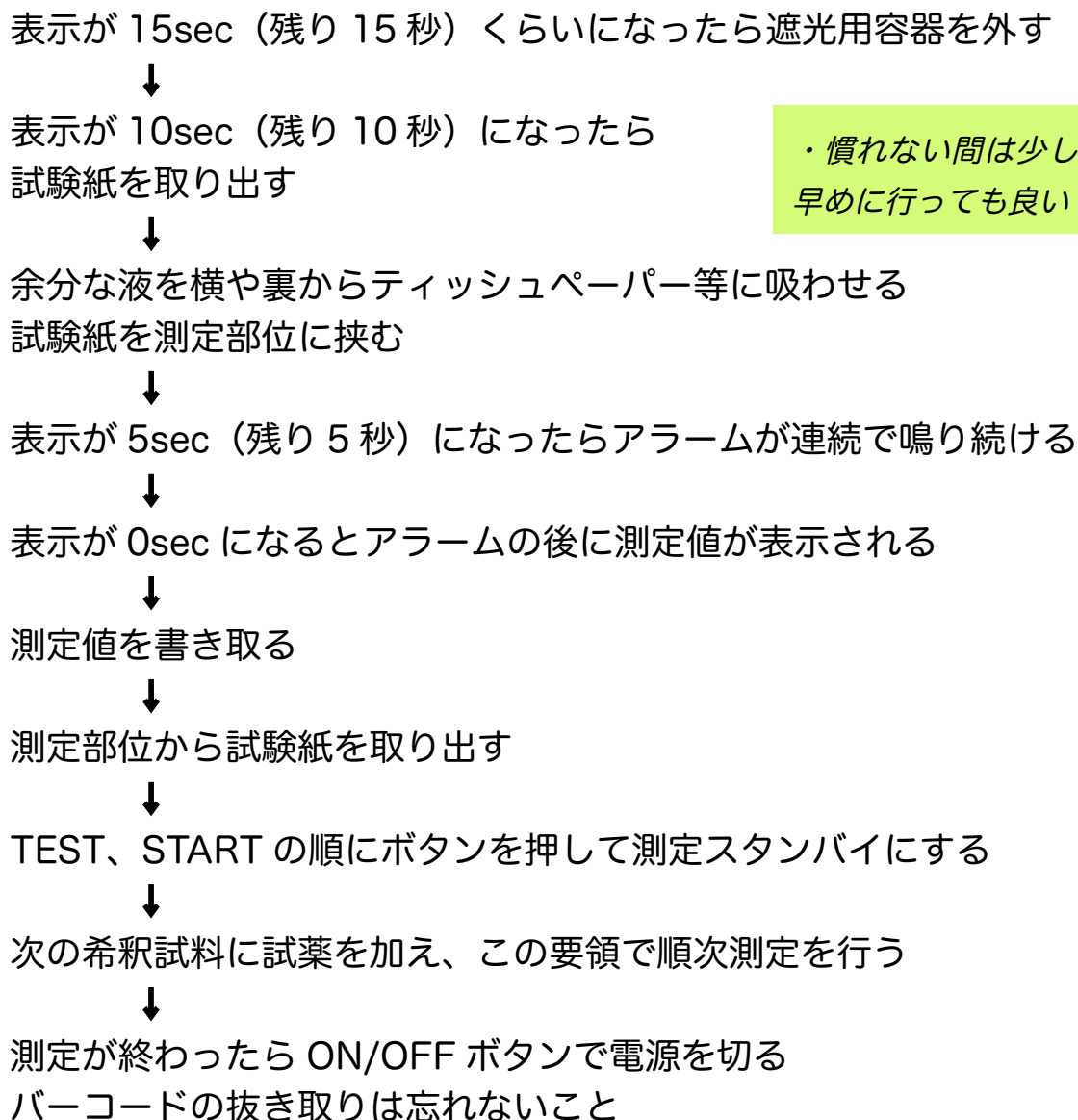
・ちゃんと測定待ち時間が表示されているか確認してから試験紙を浸す



遮光が必要な場合は遮光用容器をかぶせる

・試験紙を溶液に浸したままの状態待つか
・待ち時間の間に、一度、(遮光用容器を取り) 試験紙で溶液をかき混ぜる





・慣れない間は少し
早めに行っても良い

・測定値が HI の場合、希釈倍率を上げて再度測定する。牛ふん堆肥では 200 倍を、豚・鶏ふん堆肥では 500 倍を目安とする。

・測定値が LO の場合、牛ふん堆肥では再測定不要（アンモニア態窒素量 0.1kg/t 以下）、豚・鶏ふん堆肥でもアンモニア態窒素量 0.3kg/t 以下であるが、それより少量でも把握しておきたい場合は希釈倍率を 50 倍まで下げて再度測定する。

・アダプターは水又はエタノールで洗浄しておく。

- ・試験紙は地域のプラスチックごみの処理方法に準じて処分する。
- ・廃液はアルカリ性（pH11～11.5）なので、塩酸等で中和して処分する。ただし、酸性にすると有毒な塩素ガスが発生するので、pH試験紙等で確認しながら中和する。

測定値は、標準液の測定結果を元に補正する。

希釈に使った水の測定（平均）値: a

標準液の測定（平均）値: b

標準液の濃度（NH₄）: c（NH₄-N 1000ppm の 250 倍希釈: 5.15、NH₄ 1000ppm の 200 倍希釈: 5）

補正值 = (測定値 - a) × c ÷ (b - a)

堆肥現物中のアンモニア態窒素量 (kg/t) への換算は 3-(9) を参照。

連続測定

測定待ち時間は 480 秒（8 分間）なので、ストップウォッチを準備して連続的に測定を行うと効率的である。

NH₄-1 を加えて混合した後 30 分程度放置しても測定結果に影響は無いが、NH₄-2 溶液を加えた後は素早く混合し試験紙を入れないと測定結果に影響するため、一度に測定する希釈試料全てに NH₄-1 を加えて混合し、ストップウォッチ等の準備をした後に NH₄-2 溶液を加え、試験紙を入れる。

ピペッターを使う場合、NH₄-2 溶液を加え混合し試験紙を入れるまで 30 秒あれば十分なので、測定間隔は 30 秒にする。その場合、一人で一度に行える点数は最大 16 点になる。遮光用容器を使う場合、点数分の容器とそれを置く場所が必要になるので、注意する。

秤を使って重量を見ながら NH_4-2 溶液を加える場合、作業に 30 秒以上必要なので、測定間隔は 1 分を目安にする。その場合、一人で一度に行える点数は 8 点である。あらかじめ NH_4-2 溶液を何滴加えると 0.36~0.38g になるか確認しておくが良い。

一度に測定する希釈試料全てに試薬 NH_4-1 を正確に 10 滴入れる



蓋をして振り混ぜる



本体の ON/OFF ボタンを押し電源を入れる



付属のバーコードを入れる
3桁の数値が表示される

・数値が表示されたら、
すぐにバーコードを抜き
き取って良い



START ボタンを押し測定スタンバイにする
480sec と表示される



希釈試料に試薬 NH_4-2 溶液を $0.30 \pm 0.01 \text{ mL}$ 入れる



蓋をして振り混ぜる

・重量法の場合 $0.36 \sim 0.38 \text{ g}$ 入れる



試験紙容器から試験紙を 1 枚すばやく取り出し、容器の蓋を閉める



試験紙を希釈試料に浸すと同時に START ボタン、
ストップウォッチのボタンを押す



測定待ち時間が減り始める



遮光が必要な場合は遮光用容器をかぶせる

・試験紙を溶液に浸し
たままの状態待つ



次の希釈試料に NH_4-2 溶液を $0.30 \pm 0.01 \text{ mL}$ 入れる



・重量法の場合 $0.36 \sim 0.38 \text{ g}$ 入れる

蓋をして振り混ぜる



試験紙容器から試験紙を1枚すばやく取り出し、容器の蓋を閉める



ストップウォッチの表示が30秒になったら
試験紙を希釈試料に浸す

・重量法の場合は
1分になったら



遮光が必要な場合は遮光用容器をかぶせる



次の希釈試料に $\text{NH}_4\text{-2}$ 溶液を $0.30 \pm 0.01 \text{ mL}$ 入れる



蓋をして振り混ぜる

・重量法の場合 $0.36 \sim 0.38 \text{ g}$ 入れる



試験紙容器から試験紙を1枚すばやく取り出し、容器の蓋を閉める



ストップウォッチの表示が1分になっ
たら、試験紙を希釈試料に浸す

・重量法の場合は2分になったら

・30秒ごとのこの操作を最後の試料（最大16点・450秒=7分30秒）
まで行う

・重量法の場合は1分ごとで最大8点（420秒=7分）まで

・余裕が出来たら、一度、（遮光用容器を取り）試験紙で溶液をかき混ぜる



表示が15sec（残り15秒）くらいになったら遮光用容器を外す



表示が10sec（残り10秒）になったら
試験紙を取り出す

・慣れない間は少し
早めに行っても良い



余分な液を横や裏からティッシュペーパー等に吸わせる
試験紙を測定部位に挟む



表示が5sec（残り5秒）になったらアラームが連続で鳴り続ける

↓
表示が 0sec になるとアラームの後に測定値が表示される
この時、ストップウォッチの表示は 8 分

↓
測定値を書き取る

↓
測定部位から試験紙を取り出す

↓
遮光用容器を外して次の試験紙を取り出し、余分な液をティッシュペーパー等に吸わせてから測定部位に挟む

・8分15秒くらいまで待ってから行う(重量法の場合8分45秒くらい)

↓
ストップウォッチの表示が8分30秒になったら START ボタンを押す

・重量法の場合 9分
・間違えて TEST・ON/OFF ボタンを押さないように気を付ける

↓
測定値が表示されるので書き取る

↓
測定部位から試験紙を取り出す

↓
遮光用容器を外して次の試験紙を取り出し、余分な液をティッシュペーパー等に吸わせてから測定部位に挟む

・8分45秒くらいまで待ってから行う(重量法の場合9分45秒くらい)

↓
ストップウォッチの表示が9分になったら START ボタンを押す

・重量法の場合 10分

↓
測定値が表示されるので書き取る

↓
測定部位から試験紙を取り出す

・30秒ごとのこの操作を最後の試料（最大16点・450+480秒=15分30秒）まで行う
・重量法の場合は1分ごとで最大8点（420+480秒=15分）まで