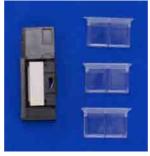
(6) カリウムの測定

必要な試薬・器具

- ・RQ フレックスプラス
- ・溶液測定用セル
- ・リフレクトクアントプラス カリウムテスト (1.0-25.0mg/l)

[医薬用外劇物] http://j-shiyaku.ehost.jp/msds/115/1-117945.pdf







カリウム用のリフレクトクアントには試験紙タイプもあるが、塩素により測定が妨害されるため、塩酸抽出した試料では測定できない。そのため、RQ フレックスプラスで液の濁度からカリウムの濃度を測定するリフレクトクアントプラス カリウムテスト (1.0 - 25.0mg/l) を使用する。

・蓋付き小型容器(5~10mL)



・ピペッター(0.1~1.0mL) (代用可駒込ピペット等)

試薬を混合した後に、試料をセルに移 すのに使う



場合によっては必要な器具

・ストップウォッチ

連続測定を行う場合に使う。



手順

RQ フレックスプラスで試薬を反応させるために用いる液量は 5.0± 0.1mL(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・豚ぷん堆肥・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、ペット ボトルではラベルを確認し、水道水では測定して、カリウム濃度が 測定上限値(25mg/I)の 10%未満の場合のみ使用する。また、測 定後に試料の測定値から水の測定値を差し引く。

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
0	0	Δ	Δ

通常測定

濁度での測定では、対照(ブランク)として水の入ったセルを使う。 希釈にカリウムを含む水を使った場合、これとは別に希釈に使った 水を 5.0±0.1mL(q) 小型容器に取り、希釈試料同様に測定する。

試験紙用のアダプターを取り出し、セル用のアダプターを付ける 本体の ON/OFF ボタンを押し電源を入れる ・数値が表示されたら、 付属のバーコードを入れる すぐにバーコードを抜 3桁の数値が表示される き取って良い START ボタンを押し、測定スタンバイにする 300sec と表示される 希釈試料に試薬 K-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 K-2 を正確に 6 滴入れる 蓋をして振り混ぜる 希釈試料に試薬 K-3 を正確にスプーン一杯入れる 希釈試料に蓋をして振り混ぜると同時に START ボタンを押す 測定待ち時間が減り始める セルの両方の区画にブランク用の水を 1mL 程度ずつ入れる アダプターにブランクのセルを入れ、蓋を閉じる セルの両方の区画に、試薬を加えた希釈試料を 1mL 程度ずつ入れる ・ここでブランクのセ 表示が Osec になった後、アラームの後に表示 ルを入れて蓋を閉じて が 5sec に変わる。カウントダウンはしない もよい

START ボタンを押すと、アラームとともにカウントダウンが始まる

表示が Osec になると、アラームの後に 入力待ち表示になる



ブランクのセルを取り出して置く

試料のセルを入れて蓋を閉じ、START ボタンを押す

アラームの後に測定値が表示されるので、書き取る

試料のセルを取り出す

ブランクのセルを入れ、蓋を閉じる

TEST、START の順にボタンを押して測定スタンバイにする

次の希釈試料に試薬を加え、 この要領で順次測定を行う

・2 回月以降はブラン クのセルは使い回す

測定が終わったら ON/OFF ボタンで電源を切る アダプターの取り換え、バーコードの抜き取りは忘れないこと

- ・測定値が HI の場合、希釈倍率を上げて再度測定する。
- ・稀ではあるが、濃すぎて沈澱ができてしまい、HIになるはずなの に測定できてしまう試料がある。沈澱ができていないか注意する。



一番右が沈澱ができた試料。左 から2番目でも HI になる。

- ・測定値が LO の場合、200 倍希釈でカリ 2kg/t 未満である。それ より少量でも把握しておきたい場合は希釈倍率を下げて再度測定す る。
- ・廃液はアルカリ性で、メタノールとクロロホルムが含まれる。可 能なら含有機溶媒廃液として処分する。できない場合は塩素系又は 酸素系の漂白剤を加え、一晩放置後に中和して下水に流す。塩素系 漂白剤で分解した場合、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。

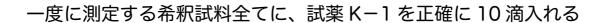
この分析では、カリウムは低濃度で値が高く出る傾向があるため、 測定結果が1~3ppmの場合は、測定値から1を引く。

測定値の堆肥現物中のカリ量 (kg/t) への換算は 3-(9) を参照。

連続測定

測定待ち時間は300秒(5分間)である。試験紙での発色法ような 反応時間が厳密な手法ではないので、多点数の場合まとめて反応さ せ、まとめて測定できる。ただし、濁度が安定性するまで 5 分間か かるので、試薬 K-3 を加えてから 5 分以上経ってから最初の試料を 測定するように、時間を調節する。

試験紙用のアダプターを取り出し、セル用のアダプターを付ける



蓋をして振り混ぜる

一度に測定する希釈試料全てに、試薬 K-2 を正確に 6 滴入れる

蓋をして振り混ぜる

↓

一度に測定する希釈試料全てに 試薬 K-3 を正確にスプーン一杯入れる



蓋をして振り混ぜる



セルの両方の区画にブランク用の水を 1mL 程度ずつ入れる



アダプターにブランクのセルを入れて蓋を閉じる



一度に測定する希釈試料の数だけセルを準備する

・混乱しないように順番に並べる。

セルの両方の区画に、試薬を加えた試料を 1mL 程度ずつ順番に入れて行く

・沈澱している場合があるの で、再度振り混ぜてから入れる

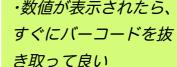
全てのセルに試料を入れ終わる5分くらい前になったら本体のON/OFFボタンを押し電源を入れる



付属のバーコードを入れる 3 桁の数値が表示される



START ボタンを押し測定スタンバイにする 300sec と表示される



START ボタンを押す 測定待ち時間が減り始める



表示が Osec になった後、アラームの後に表示が 5sec に変わる。 カウントダウンはしない

・*ここでブランクのセルを入れて蓋を閉じて* もよい

START ボタンを押すと、アラームとともにカウントダウンが始まる

表示が Osec になるとアラームが鳴り、 入力待ち表示になる



ブランクのセルを取り出して置く

・ブランクのセルと試料のセルを間 違えないように置き方を工夫する

最初の試料のセルを入れて蓋を閉じ、 START ボタンを押す

アラームの後に測定値が表示されるので、書き取る

試料のセルを取り出す

ブランクのセルを入れて蓋を閉じ START ボタンを押す

·ブランクのセルを入れる のを忘れない

アラームが鳴り、入力待ち表示になる

ブランクのセルを取り出して置く

次の試料のセルを入れて蓋を閉じ START ボタンを押す

・セル中で沈澱していた場合は、 セルに入れるところからやり直す

アラームの後に測定値が表示されるので、書き取る

試料のセルを取り出す

ブランクのセルを入れて蓋を閉じ、START ボタンを押す

・この、ブランクと試料のセルを交互に入れ、START ボタンを 押すという操作を最後の試料まで行う