4.3.3 水溶性加里

4.3.3.c テトラフェニルほう酸ナトリウム容量法

(1) 概要

この試験法はカリウム塩類を含み有機物を含まない肥料に適用する。この試験法の分類は Type E であり、その記号は 4.3.3.c-2017 又は W-K.c-1 とする。

分析試料に水を加えて抽出し、共存するアンモニウムその他塩類をホルムアルデヒドでマスキングし、カリウムイオンとテトラフェニルほう酸とを反応させる。沈殿滴定によって消費されなかったテトラフェニルほう酸を測定し、分析試料中の水溶性加里(W-K_2O)を求める。

(2) 試薬 試薬は、次による。

a) ホルムアルデヒド液: JIS K 8872 に規定する特級又は同等の品質の試薬。

b) 水酸化ナトリウム溶液(120 g/L)(1): JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウム 30 g を水に溶かして 250 mL とする。

c) テトラフェニルほう酸塩溶液(1): JIS K 9521 に規定するテトラフェニルほう酸ナトリウム 12.2 g を 1000 mL 全量フラスコにとり、水約 800 mL を加えて溶かし、ろ液の全量に水酸化ナトリウム溶液(120 g/L)約 3 mL を加え、更に標線まで水を加える。使用時にろ紙 3 種でろ過する。

d) 塩化ベンザルコニウム溶液(3.3 g/500 mL)(1): 塩化ベンザルコニウム 3.3 g を水 500 mL に溶かす。

e) メチルレッド溶液(0.1 g/100 mL): JIS K 8896 に規定するメチルレッド 0.10 g を JIS K 8102 に規定するエタノール(95)100 mL に溶かす。

f) チタンエロー溶液(0.04 g/100 mL): 使用時にチタンエロー0.04 g を水 100 mL に溶かす。

g) カリウム標準液(K_2O 2 mg/mL)(1): JIS K 8121 に規定する塩化カリウムを 110 °C±2 °C で約 2 時間加熱し、デシケーター中で放冷した後、3.166 g をひょう量皿にはかりとる。少量の水で溶かし、1000 mL 全量フラスコに移し入れ、標線まで水を加える。

注(1) 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

備考 1. 塩化ベンザルコニウムに代えて塩化ベンジルジメチルテトラデシルアンモニウム・二水和物を用いてもよい。塩化ベンジルジメチルテトラデシルアンモニウム・二水和物はベンジルジメチルテトラデシルアンモニウムクロリド・二水和物、ゼフィラミン等の名称で市販されている。

(3) 装置 装置は、次のとおりとする。

a) 上下転倒式回転振り混ぜ機: 250 mL～500 mL 全量フラスコを毎分 30 回転～40 回転で上下転倒して回転できるもの。

b) ホットプレート: ホットプレートは表面温度 250 °C まで調節できるもの。

(4) 試験操作

(4.1) 抽出 抽出は、次のとおり行う。

(4.1.1) カリウム塩類及び硫酸加里苦土を含む肥料

a) 分析試料 2.5 g を 1 mg の桁まではかりとり、300 mL トールビーカーに入れる。

b) 水約 200 mL を加え、時計皿で覆い、ホットプレート上で加熱して約 15 分間煮沸する。

c） 速やかに水浴中等で冷却した後、水で 250 mL 全量フラスコに移し入れる。

d） 標線まで水を加える。

e） ろ紙 3 種でろ過し、抽出液とする。

備考 2. **a**）の操作で 300 mL トールビーカーに代えて 250 mL 全量フラスコを用いることができる。ただし、使用する全量フラスコは、抽出用フラスコとして区別し、他の用途に用いないようにする。なお、**b**）の操作の「時計皿で覆い」を「漏斗をのせ」に変え、また、**c**）の操作の「水で 250 mL 全量フラスコに移し入れる」を実施しない。

備考 3. （**4.1.1**）の操作で得た試料溶液は、附属書 B に示した成分にも適用できる。

（**4.1.2**） **硫酸加里苦土を含まない肥料**

a） 分析試料 5 g を 1 mg の桁まではかりとり、500 mL 全量フラスコに入れる。

b） 水約 400 mL を加え、毎分 30 回転～40 回転で約 30 分間振り混ぜる。

c） 標線まで水を加える。

d） ろ紙 3 種でろ過し、抽出液とする。

備考 4. **a**）の操作で、分析試料 2.5 g を 1 mg の桁まではかりとり、250 mL 全量フラスコに入れてもよい。その場合は b)の操作で水約 200 mL を加える。

備考 5. （**4.1.2**）の操作で得た試料溶液は、附属書 B に示した成分にも適用できる。

（**4.2**） **沈殿生成** 沈殿生成は、次のとおり行う。

a） 抽出液 5 mL～15 mL（K_2O として 30 mg 相当量以下）を 100 mL 全量フラスコにとる。

b） 水を加えて液量を約 30 mL とする。

c） ホルムアルデヒド液約 5 mL を加え、水酸化ナトリウム溶液（120 g/L）5 mL を加える。

d） テトラフェニルほう酸塩溶液 25 mL を毎秒 1 滴～2 滴ずつ振り混ぜながら加える。

e） 標線まで水を加えた後、約 10 分間放置する。

f） ろ紙 3 種でろ過して試料溶液とする。

（**4.3**） **測定** 測定は、次のとおり行う。

a） **検量線の作成**

1） カリウム標準液（K_2O 2 mg/mL）1 mL～15 mL を段階的に 100 mL 全量フラスコにとる。

2） （**4.2**）**b**）～**f**）と同様の操作を行って K_2O 2 mg/100 mL～30 mg/100 mL の検量線用カリウム標準液とする。

3） 別の 100 mL 全量フラスコについて、**2**）と同様の操作を行って検量線用空試験液とする。

4） 検量線用カリウム標準液及び検量線用空試験液 40 mL をそれぞれ 100 mL 三角フラスコにとる。

5） チタンエロー溶液数滴を加える。

6） 塩化ベンザルコニウム溶液（3.3 g/500 mL）で薄い紅色となるまで滴定する(2)。

7） 検量線用カリウム標準液及び検量線用空試験液のカリウム濃度と滴定に要した塩化ベンザルコニウム溶液（3.3 g/500 mL）の容量との検量線を作成する。

b） **試料の測定**

1） (**4.2**)**f**)の試料溶液 40 mL を 100 mL 三角フラスコにとる。

2） **a**)**5**)～**6**)と同様に操作を行って滴定に要した塩化ベンザルコニウム溶液(3.3 g/500 mL)の容量を求める。

3） 検量線からカリウム量を求め、分析試料中の水溶性加里(W-K_2O)を算出する。

注(**2**） 液温が 20 °C 以下では反応が進まないことがあるので、溶液を 30 °C 程度に加温するとよい。

参考文献

1） 越野正義: 第二改訂詳解肥料分析法, p.128~132, 養賢堂, 東京 (1988)

(**5**） **水溶性加里試験法フローシート** 肥料中の水溶性加里試験法のフローシートを次に示す。

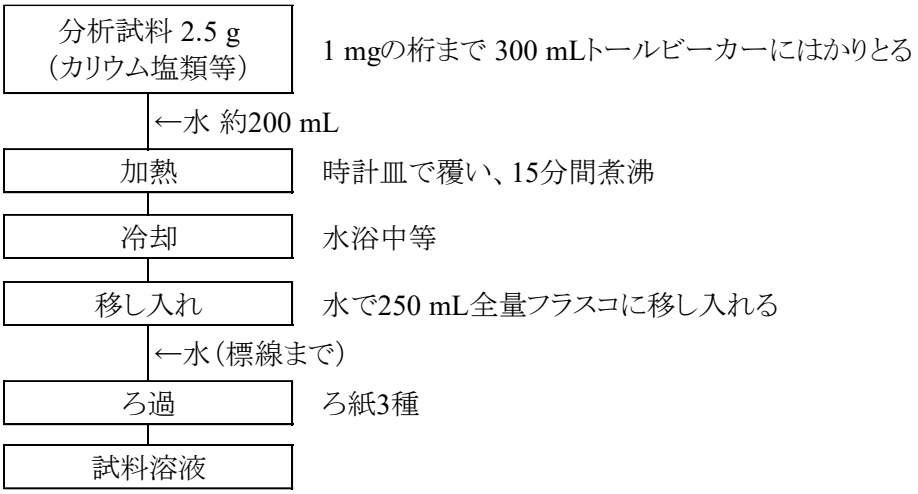


図1-1　肥料中の水溶性加里試験法フローシート (抽出操作(4.1.1))

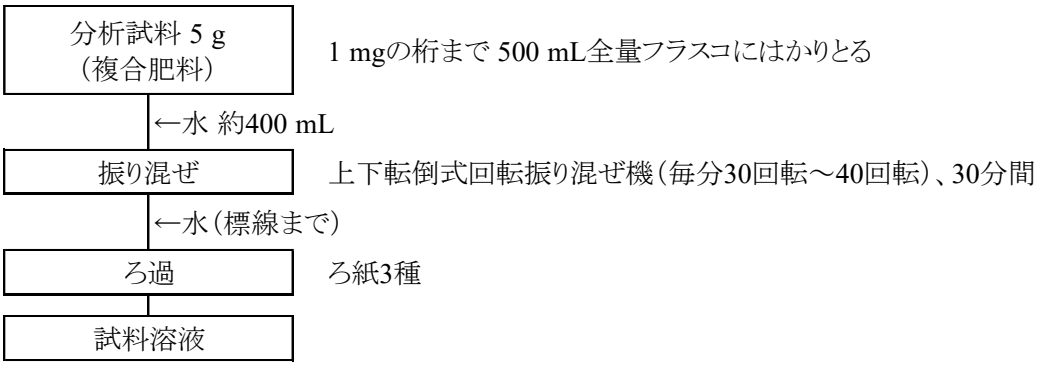


図1-2　肥料中の水溶性加里試験法フローシート (抽出操作(4.1.2))

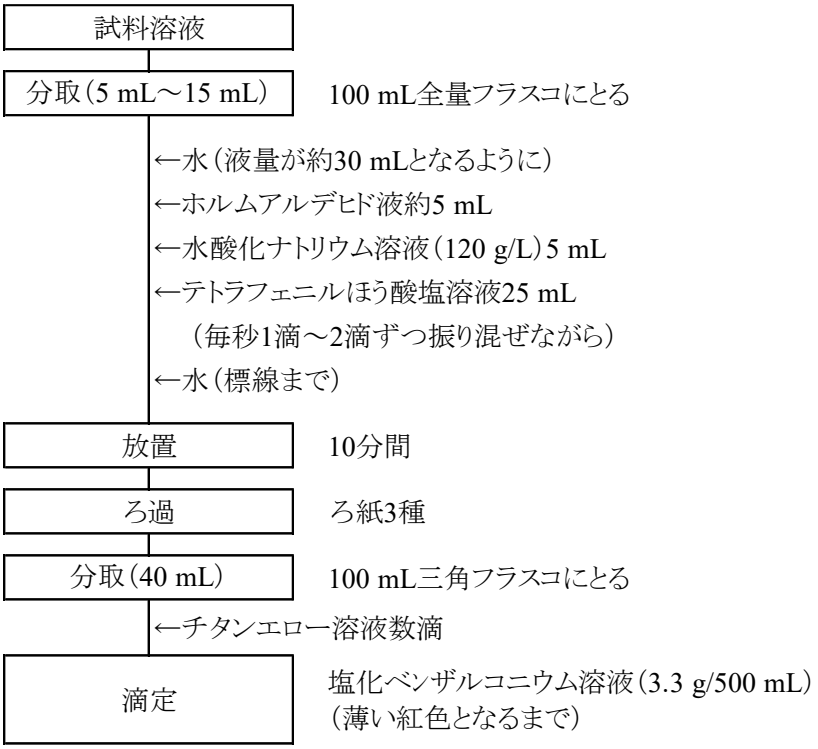


図2　肥料中の水溶性加里試験法フローシート（沈殿生成及び測定操作）