

アンモニア性窒素の分析方法について

水質部河川水質科
水質部工場排水科

1 まえがき

アンモニア性窒素の分析法として、簡便かつ迅速性に優れ、検水の濁りや着色をしていても直接測定できるという利点を持つイオン電極法がある。そこで、イオン電極法の信頼性を確かめるために、ネスラー法とインドフェノール法、またその前処理として、凝集沈殿法、水蒸気蒸留法とを合わせて、河川水に適用し比較検討してみた。

2 実験方法

2.1 試料

一般河川水を試料とする。採水後実験室に持ち帰り、ただちに分析を行った。

2.2 試料の前処理

- (1) 凝集沈殿法、JIS K 0102 17・1・1・1(3)の a
- (2) 水蒸気蒸留法、神奈川県公害策事務局発行(公害関係の分析と解説 16・(2))

2.3 イオン電極法 2.2(2)と同じ 1.6

2.4 ネスラー法 JIS K 0102 17・1・2

2.5 インドフェノール法

衛生試験法注解(飲料水の C・11・b)

3 結果

3.1 直接イオン電極法と凝集沈殿-ネスラー法の相関

両法による分析値を、Fig. 1に示す。相関係数 $r = 0.991$ であり、また回帰直線をとってみると、 $y = 0.09 + 0.72x$ となる。

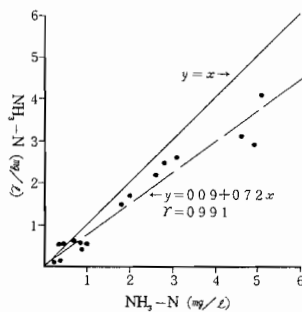


Fig. 1 y : 直接イオン電極法 } の相関
 x : 凝集沈殿-ネスラー法

3.2 直接イオン電極法と直接インドフェノール法の相関

両法による分析値を、Fig. 2に示す。相関係数 $r = 0.984$ であり、また回帰直線で表わすと、 $y = 0.03 + 0.86x$ となる。

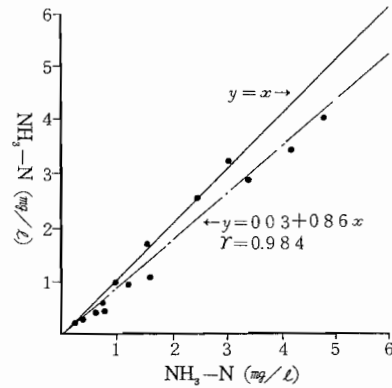


Fig. 2 y : 直接イオン電極法 } の相関
 x : 直接インドフェノール法

3.3 水蒸気蒸留イオン電極法と水蒸気蒸留-ネスラー法の相関

両法による分析値を、Fig. 3に示す。相関係数 $r = 0.990$ であり、また回帰直線で表わすと、 $y = 0.12 + 0.89x$ となる。

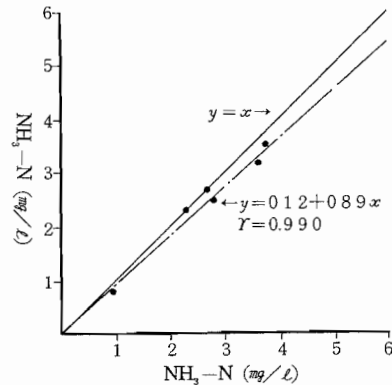


Fig. 3 y : 水蒸気蒸留イオン電極法 } の相関
 x : 水蒸気蒸留-ネスラー法

3.4 水蒸気蒸留-イオン電極法と水蒸気蒸留-インドフェノール法との相関

両法による分析値を、Fig. 4に示す。相関係数 $r = 0.997$ であり、また回帰直線で表わすと、 $y = 0.04 + 0.89x$ となる。

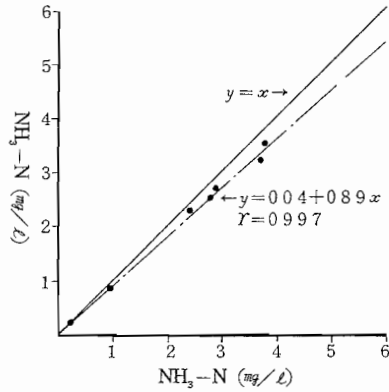


Fig. 4 y : 水蒸気蒸留-イオン電極法、 x : 水蒸気蒸留-インドフェノール法の相関

3.5 水蒸気蒸留による回収率

試料をイオン電極法によって測定し、妨害物質の影響はないとした場合の回収率を、Table I に示す。

Table I 水蒸気蒸留による回収率

試料 No.	蒸留前 NH ₃ -N (mg/L)	蒸留フラスコへの供試 料量 (ml)	留出理論量 NH ₃ -N (mg)	留出量 NH ₃ -N (mg)	回収率 (%)
1	0.27	200	5.4	4.2	78
2	1.0	200	20.0	17.2	86
3	2.5	100	25.0	25.0	100
4	3.2	100	32.0	32.0	100
5	3.6	100	36.0	35.0	97
6	2.5	200	50.0	46.0	92
7	3.2	200	64.0	54.0	84

※留出速度 6ml/分、留出液 180ml → 200ml (水洗)

3.6 イオン電極法へのMg²⁺の影響

Mg²⁺の各濃度におけるイオン電極の電位差を、Fig. 5に示した。これから、Mg²⁺50 ppm以降電位の低下が見られたが、これは水酸化マグネシウムの生成の影響と考えられる。

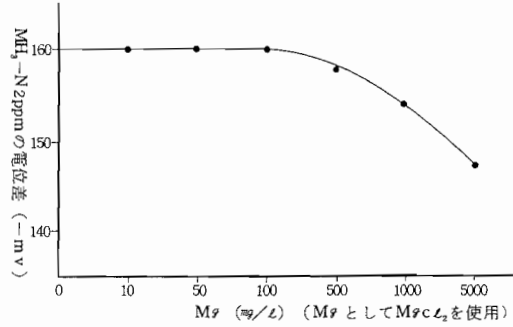


Fig. 5 イオン電極法へのMg²⁺の影響

4 考 察

蒸留した留出液に対して、イオン電極法、ネスラー法、インドフェノール法の3法を適用した結果、3法とも近似した数値を示した。またイオン電極法は、直接測定しようと水蒸気蒸留したのち測定しても、その数値は近似し、その差も蒸留操作による損失がほとんどであると考えられる。従って、少なくとも河川水中のアンモニア性窒素を、直接イオン電極法で測定した場合の、数値の信頼性は高いと考えられる。

また凝集沈殿-ネスラー法は、アルカリ濃度の統一操作が、煩雑であり、検量線の再現性も悪い。インドフェノール法は、検量線の再現性が良く、比較的きれいな試料には、直接比色定量しても、問題ないと思われる。