

# 全窒素測定法

、総量規制の工場排水試験法（JIS K 0102）には下記の4通りの測定法が明記されているが濃度測定には総和法、紫外線吸光光度法が取り入れられている。

- ・総和法……亜硝酸イオンと硝酸イオンに相当する窒素と、アンモニウムイオンと有機窒素に相当する窒素とを求めて合計する。
- ・紫外線吸光光度法……試料をアルカリ性ペルオキシ二硫酸カリウムで、約 120°C 30 分間加熱して窒素化合物を硝酸イオンに変える。硝酸イオンによる波長 220nm の吸光度測定して定量する。
- ・硫酸ヒドラジニウム還元法……試料をアルカリ性ペルオキシ二硫酸カリウムで、約 120°C 30 分間加熱して窒素化合物を硝酸イオンに変える。この硝酸イオンを銅を触媒として硫酸ヒドラジニウムによって還元して亜硝酸イオンとし、ナフチルエチレンジアミン吸光光度法によって定量する。低濃度の場合適用。
- ・銅・カドミウムカラム還元法……試料をアルカリ性ペルオキシ二硫酸カリウムで、約 120°C 30 分間加熱して窒素化合物を硝酸イオンに変える。この硝酸イオンを銅・カドミウムカラムによって還元して亜硝酸イオンとし、ナフチルエチレンジアミン吸光光度法によって定量する。低濃度の場合適用。

## 全窒素の測定方法の分類

### 総和法（JIS K 0102 45.1）

- ①同一試料を2つに分ける
- ②一方の試料に水酸化ナトリウムを加えて蒸留
- ③デバルタ合金を加えて蒸留
- ④インドフェノール青吸光光度計による測定
- ⑤別の試料に硫酸等を加えて加熱した後蒸留
- ⑥④の操作と同じ
- ⑦④と⑥で求めた窒素量を合計する

排水基準の測定

### 環境庁告示法

- ①試料に水酸化ナトリウム・ペルオキシ二硫酸カリウム溶液添加
- ②約 120°C 30 分間加熱分解

紫外線吸光光度法

〔波長 220nm の吸光度を測定〕

硫酸ヒドラジニウム還元法

〔①硫酸ヒドラジニウム溶液添加〕

銅・カドミウム還元法

〔①塩化アンモニウム・アンモニア溶液添加  
銅カドミウムカラムの上部から流下〕

②ナフチルエチレンジアミン吸光光度法

環境基準の測定

## 総和法の測定方法

### 使用器具

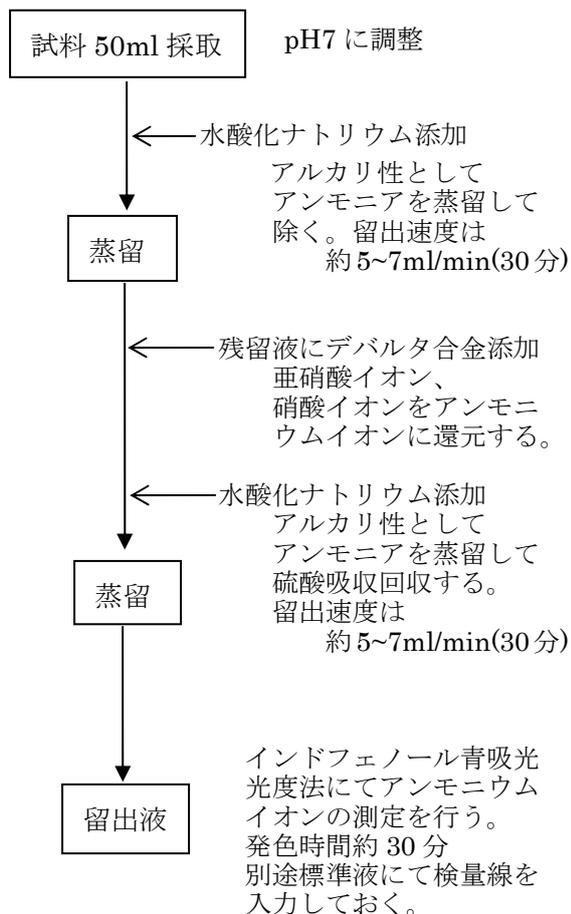
蒸留装置      ケルダールフラスコ      分光光度計

### 使用試薬

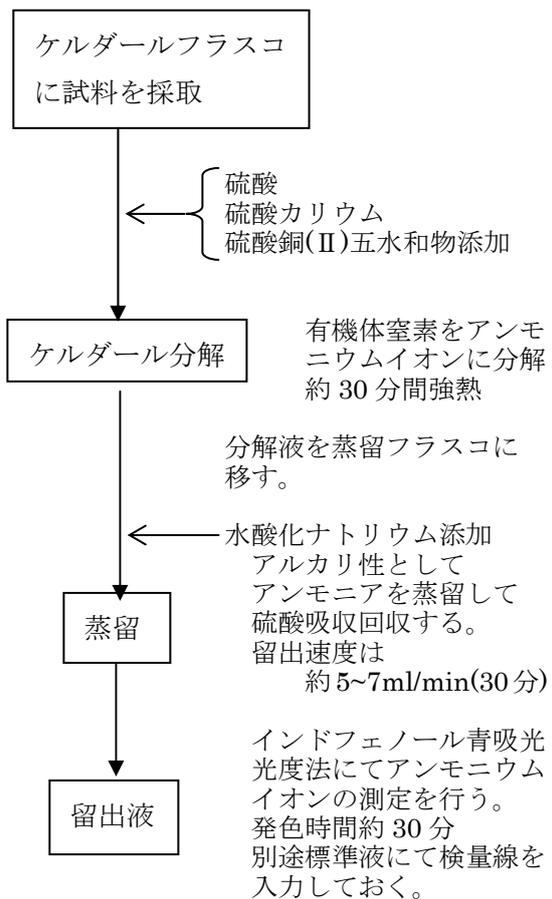
硫酸 (25mmol/L) (1+35)	酸化マグネシウム
水酸化ナトリウム(40g/L) (300g/L)	フェノールフタレン溶液(5g/L)
デバルタ合金	次亜塩素酸ナトリウム溶液
硫酸カリウム	アンモニウムイオン標準液(1mg/ml)
硫酸銅(II)五水和物	アンモニウムイオン標準液(10 μg/ml)
ナトリウムフェノキシド溶液	

### 操作手順

#### 亜硝酸イオンと硝酸イオンの測定



#### アンモニウムイオンと有機体窒素の測定



亜硝酸イオン + アンモニウムイオン = 全窒素  
硝酸イオン      有機体窒素

# 全りん測定方法

全りんとは、水中のりん化合物の総量を、そのりん（P）の量で表したものである。  
工場排水試験法（JIS K 0102）には下記の通りの測定法が明記されている。

- ・ペルオキシ二硫酸カリウムによる分解法

この方法は、高圧蒸気滅菌器を用いて、加圧下でペルオキシ二硫酸カリウムによる分解を行い、生成したりん酸イオン態りんをモリブデン青（アスコルビン酸還元）吸光光度法により測定し、試料中の全りん（P）を定量する方法である。この方法は、分解されやすい有機物を含む試料に適用する。

- ・硝酸と硫酸による分解法

この方法は、硝酸と硫酸を加えて乾固近くまで加熱蒸発して分解を行い、生成したりん酸イオン態りんをモリブデン青（アスコルビン酸還元）吸光光度法により測定し、試料中の全りん（P）を定量する方法である。この方法は、多量の有機物を含む試料、又は分解されにくい物質を含む試料に適用する。

- ・硝酸と過塩素酸による分解法

この方法は、硝酸及び過塩素酸を加えて加熱、濃縮して分解を行い、生成したりん酸イオン態りんをモリブデン青（アスコルビン酸還元）吸光光度法により測定し、試料中の全りん（P）を定量する方法である。この方法は、多量の有機物を含む試料、又は分解されにくい物質を含む試料に適用する。

## 全りん測定法の分類

排水基準、環境基準の測定法

