

オートアナライザーによるアンモニア性窒素の分析について

(公財) 鳥取県保健事業団 ○多々納 麻里
大原 明子

1. はじめに

アンモニア性窒素は富栄養化の原因物質の一つであり、水質汚濁の指標として重要な測定項目である。当事業団でも環境水、排水、土壌など多様なサンプルについて分析を行っている。

2013年9月に流れ分析法がJIS K 0102に採用され、2014年4月から各告示法にも採用されたため、当事業団では、2014年10月よりアンモニア性窒素等の分析に対してオートアナライザーを導入している。導入前は、蒸留処理を行った試料をインドフェノール青吸光光度法で分析していた。導入したオートアナライザーは試料を直接発色し測定する機器であり、JIS K 0102 (2013)によると”インドフェノール青発色流れ分析法では、妨害物質を含まない試料の場合は蒸留処理を省略できる”とある。そこで、オートアナライザーで分析する際の蒸留処理について、その必要性を確認する為、比較検証を行ったので結果を報告する。また、土壌分析についても応用が可能であるか検証を行った。

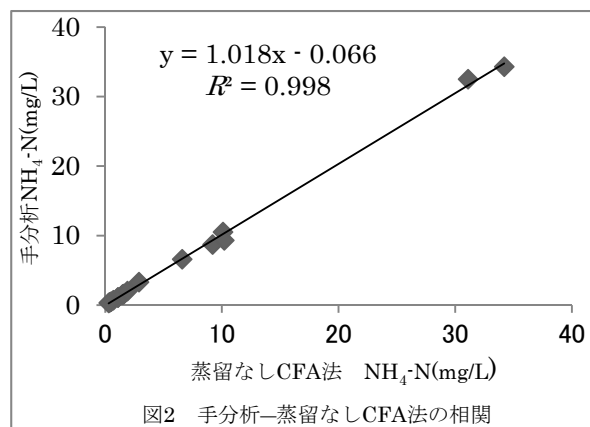
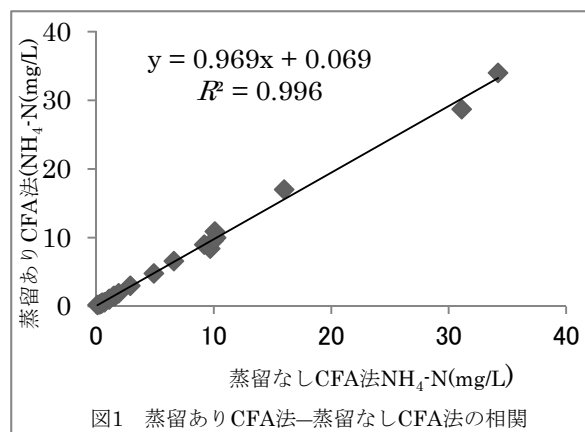
2. 検証方法

水試料は、比較的アンモニア性窒素を多く含む排水を試料とし、前処理しないものと蒸留処理 (JIS K 0102 42.1) したものをインドフェノール青発色CFA法 (JIS K 0170-1 6.5) で分析し比較検証した。また、従来行っていた手分析による還元蒸留-インドフェノール青吸光光度法 (JIS K 0102 42.1,42.2) との併行試験も行った。

土壌試料は、湿試料 10g に 2mol/L の塩化カリウム溶液 100ml を加えて1時間振とうし、静置した後の上澄み液を試料液とし、孔径 0.45 μ m メンブランフィルターを通したものと蒸留操作をしたものをオートアナライザーで分析し比較検証した。水試料同様に試料液を蒸留し滴定する手分析 (土壌標準分析・測定法) との併行試験も行った。測定に使用した装置は、BLTEC 製 AutoAnalyzer である。

3. 検証結果

排水についての分析結果を図1、図2に示す。



蒸留あり CFA 法-蒸留なし CFA 法の回帰直線は $y=0.969x+0.069$ 、決定係数 $R^2=0.996$ であり、手分析-蒸留なし CFA 法の回帰直線は $y=1.018x-0.066$ 、決定係数 $R^2=0.998$ であった。

分析値は、蒸留あり CFA 法、蒸留なし CFA 法、手分析とも近似した値となり、高い相関を示した。

次に、土壌についての分析結果を図3、図4に示す。

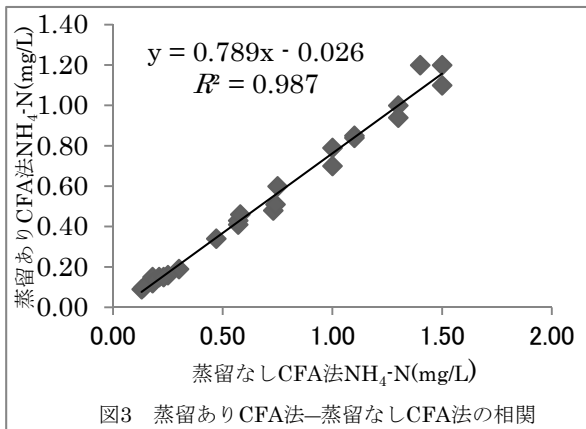


図3 蒸留ありCFA法-蒸留なしCFA法の相関

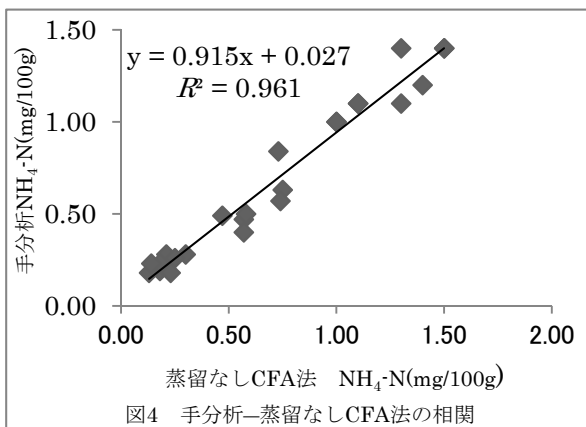


図4 手分析-蒸留なしCFA法の相関

蒸留あり CFA 法-蒸留なし CFA 法の回帰直線は $y=0.789x-0.026$ 、決定係数 $R^2=0.987$ であり、手分析-蒸留なしCFA法の回帰直線は $y=0.915x+0.027$ 、決定係数 $R^2=0.961$ であった。

分析値は、それぞれ相関を示したが、蒸留あり CFA 法がやや低くなる傾向がみられた。そこで、アンモニア性窒素が蒸留によって留出しきれていない可能性を考え、留出量による違いを検証した。また、ろ過操作による汚染についても検証を行った。

表 1 に留出量とろ過操作についての検証結果を示す。

蒸留の留出量については、わずかに 200ml 留出の方が高い傾向を示した。

ろ過操作については、近似した値を示しているが、ややろ過した方が高い傾向がみられた。Blank は純水をメンブランフィルターに通したものであるが、アンモニア性窒素は検出されなかった。

表 1 ろ過操作の有無と蒸留の留出量による分析結果

	ろ過		蒸留	
	なし	あり	50ml 留出	200ml 留出
blank	0	0	-	-
土壌 1	0.83	0.87	0.72	0.86
土壌 2	1.10	1.15	0.99	1.07
土壌 3	1.13	1.16	0.99	1.07
土壌 4	5.37	5.25	4.69	4.98
土壌 5	0.28	0.36	0.26	0.28
土壌 6	0.09	0.13	0.08	0.17
土壌 7	2.60	2.66	2.27	2.17
土壌 8	1.13	1.23	1.04	1.14
土壌 9	2.08	2.03	1.71	1.80

NH₄-N(mg/100g)

4. 考察

今回の検証では、排水については、蒸留処理の有無で分析値に違いは見られず、蒸留処理なしで直接試料をオートアナライザーで分析しても問題ないと考えられる。

土壌については、蒸留操作を行うと分析値が低くなる傾向がみられたが、留出の不完全やろ過操作による汚染については、有意な差はみられなかった。蒸留による分析値の低下の原因は、確認出来なかったが、分析値は公定法と近似した値を示しており、おおよその濃度範囲を知る上では有効な方法であると考えられる。さらに、公定法での分析の際に、蒸留時の試料液分取量の決定や滴定試薬の濃度、滴定量の判断の目安として活用できると考えられる。

5. 今後の課題

今回の検証では、試料数も少なく排水に特化して検証を行った為、蒸留処理なしの CFA 法に不適な試料はなかった。しかし、オートアナライザーの試薬に含まれる CyDTA のマスクング効果を上回る金属類を含む試料やその他、蒸留処理なしの CFA 法に不適な試料には希釈操作や蒸留処理が必要になると考えられる。今後は、CFA 法に不適な試料を解明すると共に前処理の方法についての検討も進めていきたい。