

全窒素の分析

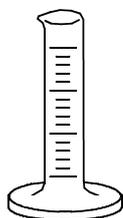
全窒素は無機体窒素と有機体窒素の総量で表される。無機体窒素にはアンモニア体窒素、亜硝酸体窒素及び硝酸体窒素がある。有機体窒素とはタンパク質などの有機化合物の窒素のことである。河川や湖沼などの水中のなかにも含まれている。水中の窒素が増加するのは、し尿や肥料などに多量に含まれているため、生活排水、工場排水、農業排水などの流入による場合が多い。水中のリンや窒素などの栄養塩が多くなると、富栄養化の状態となり、藻類の異常繁殖により赤潮などの原因となる。

水中に存在する窒素の形態はさまざまであるが、工場等の排水基準や湖沼・海域の環境基準に用いられる公定法には、亜硝酸体窒素と硝酸体窒素に相当する窒素を求め、更にアンモニア体窒素と有機体窒素に相当する窒素とを求めて合計する総和法、アルカリ性ペルオキシ二硫酸カリウムにより加熱分解を行い、全窒素化合物を硝酸イオンに変え、紫外吸光光度法、硫酸ヒドラジニウム還元法及び銅・カドミウムカラム還元法によって測定する方法などがある。実習室では、比較的容易に行えるアルカリ性ペルオキシ二硫酸カリウム分解により全窒素を求める。この方法は試料にアルカリ性ペルオキシ二硫酸カリウム溶液を加え、高圧蒸気滅菌器中で加熱して有機物などを分解し、この溶液の pH を 2 ~ 3 とした後、硝酸イオンを測定して全窒素濃度を求めるものである（工場排水試験法 JIS K 0102 45.2）。

【用意する器具・薬品】



100mLテフロンジャー



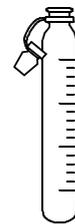
メスシリンダー



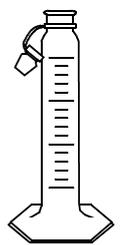
メスピペット



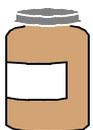
ホールピペット



30mL共栓試験管



共栓メスシリンダー



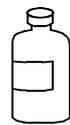
ペルオキシ二硫酸カリウム
(窒素・リン測定用)



水酸化ナトリウム
(窒素測定用)



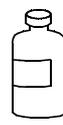
劇物



塩酸(1+16)



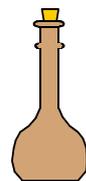
酸性



塩酸(1+500)



酸性



硝酸性窒素標準原液
(0.1mgN/mL)

【全窒素分析操作フローチャート】 （試薬の調製）

A 水酸化ナトリウム・ペルオキシ 二硫酸カリウム溶液 （使用時に調製）



劇物

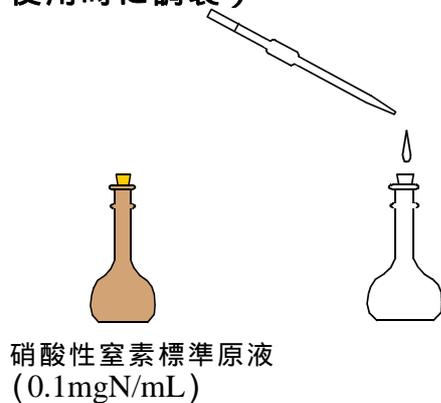
水酸化ナトリウム（窒素測定用）4g を共
栓メスシリンダーに入れ、蒸留水を加え
て 100ml にする

振り混ぜて溶かす

この中にペルオキシ二硫酸カリウム
（窒素・リン測定用）3g を入れる

振り混ぜて溶かす

B 窒素標準液 (0.005mgN/mL) （使用時に調製）

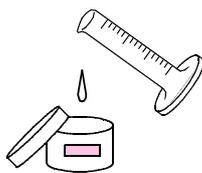


硝酸性窒素標準原液 (0.1mgN/mL) 5mL を
全量フラスコ 100mL にとり、蒸留水を
加えて 100mL にする

混合する

（分析操作手順）

1 試料とブランクの採取



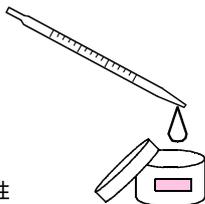
テフロンジャーに試料を 50mL 採取する

ブランクは蒸留水を 50mL 採取する

2 水酸化ナトリウム・ペルオキシ二硫酸カリウム溶液を入れる



アルカリ性



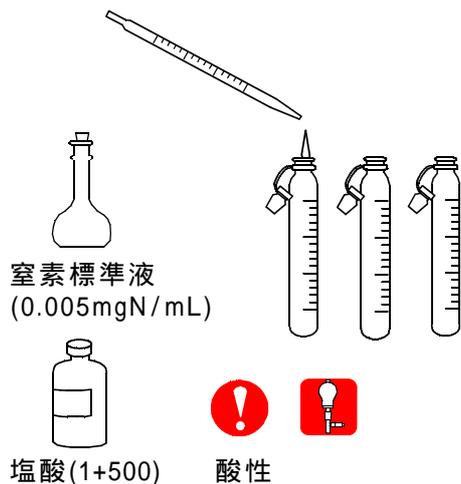
水酸化ナトリウム・ペルオキシ二硫酸カリウム溶
液を 10mL 入れる

ふたをして混合する

3 加熱分解

オートクレーブに入れ、120 で 30 分間加熱分解をする

4 標準液の採取と塩酸(1+500)を入れる(加熱分解をしている間に行う)



窒素標準液(0.005mgN/mL)1~10mLを30mL共栓試験管に採取する

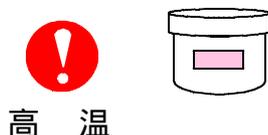
蒸留水を加えて25mLにする

標準液のブランクとして、蒸留水を25mL採取する

塩酸(1+500)5mLをいれる

混合する

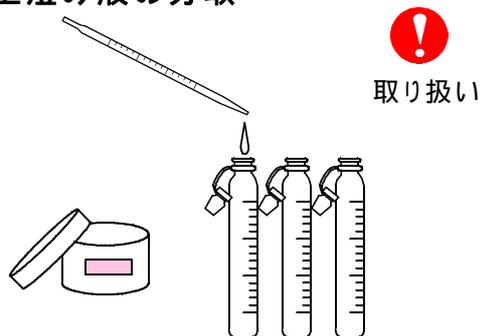
5 放冷



オートクレーブから取り出し放冷する

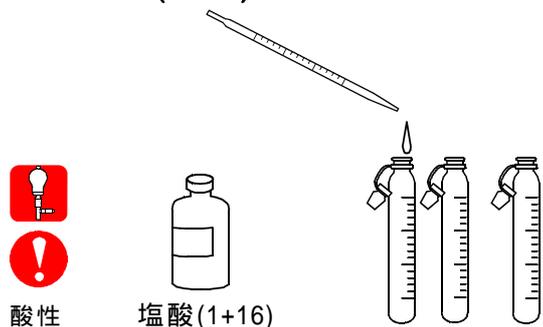
オートクレーブの圧力が下がっていることを確認してから取り出す

6 上澄み液の分取



上澄み液25mLを30mL共栓試験管に分取する

7 塩酸(1+16)を入れる



試料の入った共栓試験管に塩酸(1+16)を5mL入れる

栓をして混合する

8 吸光度の測定

分光光度計で波長220nmの吸光度を測定する

9 計算

検量線から求めた分取試料中の全窒素量a(ブランクの値で補正)から、次の式で全窒素濃度を求める

$$N(\text{mgN/L}) = a \times 60/25 \times 1000/50$$

定量下限値 0.24mg/L

1 全窒素分析操作における注意事項

水酸化ナトリウム：劇物に指定されているので、取り扱いには十分注意する。皮膚にかかったら、直ちに多量の水で洗う。

塩酸(1+16)、塩酸(1+500)：この濃度の塩酸は劇物ではないが、濃度が薄くても取り扱いには安全ピペッターを使用し、皮膚にかかったら、直ちに多量の水で洗う。

ペルオキソ二硫酸カリウムは、必ず窒素・りん測定用を用いる。

水酸化ナトリウムは、必ず窒素測定用を用いる。

オートクレーブによる加熱分解は、高温になるのでその取り扱いには十分注意する。

オートクレーブからの取り出しは、圧力が下がっていることを確認してから行う。

紫外吸光度法は、臭化物イオンが妨害するので、臭化物イオンの多い海水には使用しない。

2 全窒素の環境基準など

全窒素の環境基準は、全りんと同様に湖沼及び海域に設定されている（詳しくは、資料集を参照）。水域類型の指定は、植物プランクトンの著しい増殖を生ずるおそれのある湖沼（海域）について行うものとしている。ただし、湖沼の場合は全窒素の基準値は、全窒素が植物プランクトンの増殖の要因となる湖沼について適用するとされている。これは、全窒素、全りんの水域類型を指定しても、全窒素の基準値は、植物プランクトンの増殖が全窒素に要因（原因）がある場合に限り適用できることになっている。全窒素の環境基準は、湖沼では0.1mg/L以下から1mg/L以下、海域では0.2mg/L以下から1mg/L以下となっている。県内での水域類型は、海域の東京湾が指定されているが、湖沼では指定されていない。ただし、相模湖及び津久井湖には、全窒素の排水基準がある。

3 無機性窒素について

全窒素に含まれる無機性窒素の中には、アンモニア性窒素、亜硝酸性窒素及び硝酸性窒素があるが、このうち、亜硝酸性窒素及び硝酸性窒素は、水質汚濁に係る環境基準の中の「人の健康の保護に関する環境基準」に入っている。カドミウムや水銀などの有害物質と同様に、水域に関わらず全国一律で、10mg/L以下の基準が適用される。

亜硝酸性窒素及び硝酸性窒素による人への健康影響は、メトヘモグロビン血症がある。飲料水などに硝酸性窒素が多く含まれていると、その一部は消化器系内の微生物により還元されて亜硝酸塩となって吸収される。これが血中のヘモグロビンと結合してメトヘモグロビンとなる。このメトヘモグロビンは、酸素の運搬能がない。血中のメトヘモグロビン濃度が10%以上になると、酸素供給が不十分となり、チアノーゼ症状を呈するメトヘモグロビン血症となる。メトヘモグロビン血症になりやすいのは、主に乳児で、諸外国では死亡例も報告されているが、わが国では今のところ報告例はない。