

総ケルダール窒素(s-TKN™)

方法 10242
TNTplus™ 880

s-TKN™ 法
0~16 mg/L TKN

用途: 飲料水、廃水、ボイラ水



測定の準備

測定上の注意

DR2800、3900: 本試験を行う前に、セルコンパートメントにライトシールドを取り付けてください。

パッケージに記載の安全上の注意および使用期限をご確認ください。

サンプルおよび試薬の推奨温度は、15~25℃です。推奨温度で測定しなかった場合、測定結果が、**不正確**となることがあります。

推奨温度で測定を行わなかった場合、誤った結果となる可能性があります。

サンプルは、「**サンプルの採取および保存**」の項に準じて保存してください。測定する前に中和して室温に
戻してください。加えた容量に応じて試験結果を補正してください。

試薬 A、B、C を添加後、速やかに試薬ビンのキャップを締めてください。

加熱・反応に使用するバイアルは、13 回以上は使用しないでください。使用後には、ブラシと水にて十分に洗浄し、さらに精製水でよく洗浄してから乾燥してください。

わずかな濁度は妨害ませんが、MicroCap C を加えた後に高い濁度が生じた場合には、沈殿するのを待つか、またはろ過を行ってください。

亜硝酸塩濃度は、サンプルを採取して保存せずに測定する場合は、TNTplus 839 あるいは TNTplus840 亜硝酸塩濃度を求め、s-TKN 法による測定結果から減算します。

サンプルの全窒素濃度が、1~16 mg/L N でない場合は、必要に応じて、サンプルを希釈してください。

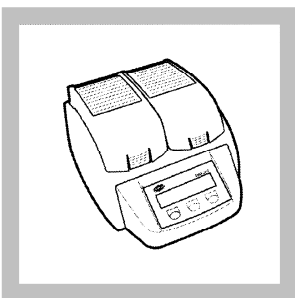
硝酸塩と亜硝酸塩とを合わせた総合濃度が、0.23~13.5 mg/L N でない場合は、必要に応じて、サンプルを希釈してください。

TNTplus™ 法は、メインメニューが表示された状態でサンプルバイアルがサンプルセルホルダーに挿入すると、自動的に測定できます。

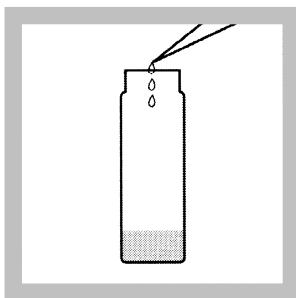
使用する器具・試薬

項 目	数 量
総ケルダール窒素 s-TKN™ TNTplus™880 試薬セット	1
ライトシールド	1
1.3 mL サンプル用ピペット	1
1.0 mL サンプル用ピペット	1
0.5 mL サンプル用ピペット	1
0.2 mL サンプル用ピペット	1
ピペットチップ	適宜
DRB200 リアクター、20 mm ホール	1

備考: 消耗品・交換品の注文については 5 ページを参照してください。

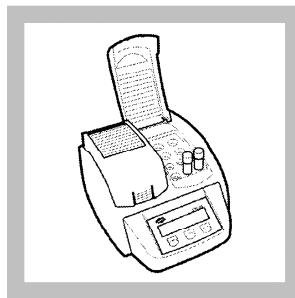


1. DRB200 リアクターの電源を入れます。100℃まで加熱します。

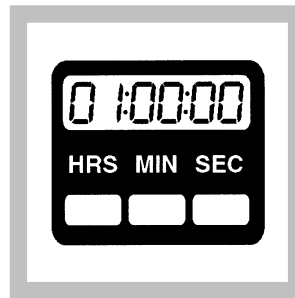


2. 乾燥した 20mm 反応チューブに、サンプルを 2.0mL、試薬 A を 1.3mL、試薬 B を 1 錠、連続して素早く入れます。

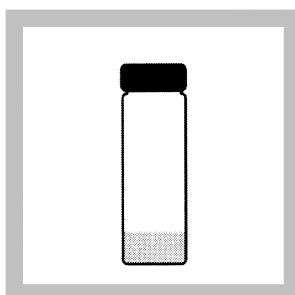
直ちに反応チューブのキャップを締めます。反応チューブを反転しないでください。



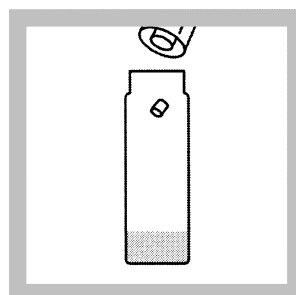
3. 反応チューブをリアクターに挿入し、リアクターのフタを閉じます。



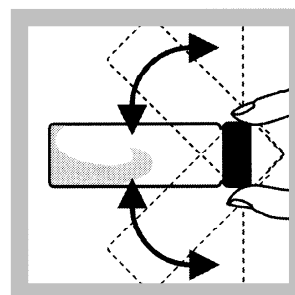
4. 1 時間加熱します。



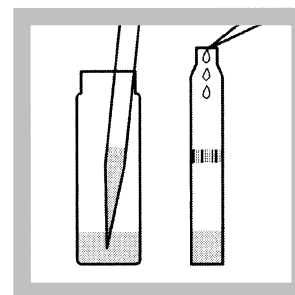
5. リアクターから反応チューブを取り出して、室温まで冷却します。(15~20℃)



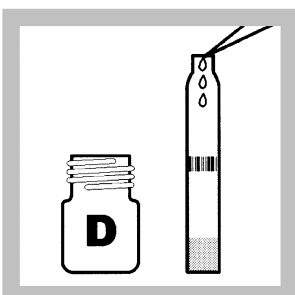
6. 反応チューブが冷えたら、キャップを外して、マイクロキャップ C を 1 つ、加えます。



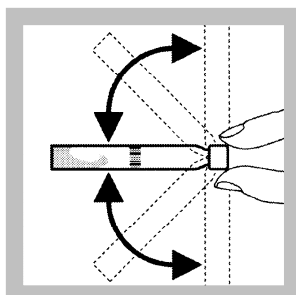
7. キャップを締めて、2~3 回ほど、均一になるまで反応チューブを反転し、混合します。



8. ピペットで、反応チューブから、分解済みサンプル 0.5mL(500 μL)を取り出し、試験バイアル 1 (赤ラベル)に入れます。

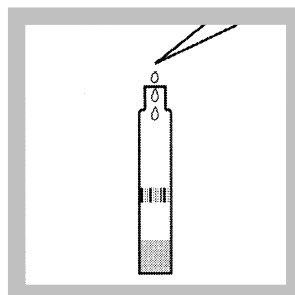


9. ピペットで、試薬 D 0.2mL(200 μL)を試験バイアル 1へ加えます。

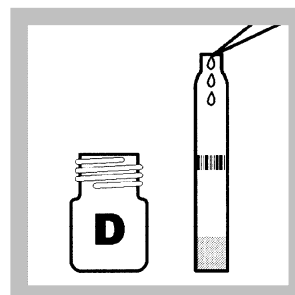


10. 素早く、キャップを締めて、試験バイアルを揺すり、均一になるまで、2~3 回ほど試験バイアルを反転します。

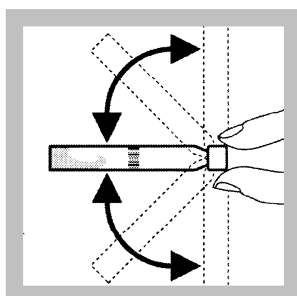
直ちに、ステップ 11.へ進みます。



11. ピペットで、分解を行っていないサンプル 1.0mL (1000 μL)を試験バイアル 2(緑ラベル)に移します。



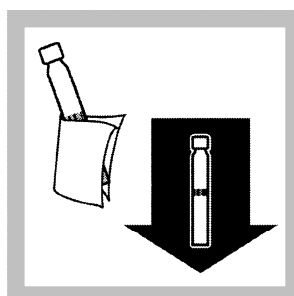
12. ピペットで、試薬 D 0.2mL(200 μL)を試験バイアル 2へ加えます。



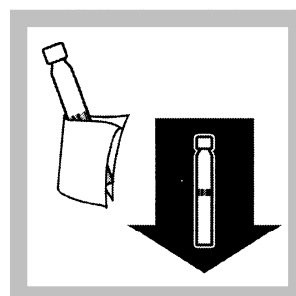
13. 素早く、キャップを締め、試験バイアルを揺すり、均一になるまで、2~3回ほど試験バイアルを反転します。



14. 15分待ちます。
装置のセルコンパートメントにライトシールドを取り付けます。



15. タイマーが切れたら、試験バイアル 1 (赤ラベル) の外側を拭いて、セルホルダーに挿入します。
装置は、自動的にバーコードを読み取り、E1 を表示します。
直ちに、ステップ 16.へ進みます。



16. 試験バイアル 2 (緑ラベル) の外側を拭いて、セルホルダーに挿入します。
装置は、自動的にバーコードを読み取ります。
測定結果は、mg/L TN、mg/L NO₃-N + NO₂-N、および mg/L TKN で表示されます。

妨害物質

高濃度の被酸化性有機物質 (COD) は、試薬の色に影響を及ぼし、測定結果は高値になります。この測定法は、廃水の COD が 500 mg/L COD 未満の場合にのみ、適用できます。

表 1 で一覧になっているイオンは、それぞれの濃度までは妨害しないことを確認しています。その他のイオンの影響は、確認していません。

表 1 妨害物質と妨害レベル

妨 害 物 質	妨害レベル
Cadmium, Cd ²⁺	50 mg/L
Cadmium, Ca ²⁺	50 mg/L
Chloride, Cl ⁻	500 mg/L
Chromium, Cr ⁶⁺	5 mg/L
Cobalt, Co ²⁺	10 mg/L
Copper, Cu ²⁺	50 mg/L
Iron, Fe ²⁺	10 mg/L
Iron, Fe ³⁺	50 mg/L
Lead, Pb ²⁺	50 mg/L
Nickel, Ni ²⁺	50 mg/L
Nitrite, NO ₂ ⁻	2 mg/L
Potassium, K ⁺	500 mg/L
Silver, Ag ⁺	100 mg/L
Sodium, Na ⁺	500 mg/L
Tin, Sn ²⁺	50 mg/L
Zinc, Zn ²⁺	50 mg/L

サンプルの採取および保存

- サンプルは、酸で洗った(清浄な)プラスチック製またはガラス製の容器に採取します。
- サンプルのpH が 2 以下になるように濃硫酸(サンプル1L に対して、少なくとも濃硫酸 2 mL)を加え、温度 4℃で冷蔵したサンプルは、28 日間保存できます。
サンプルを保存するには、濃硫酸(サンプル 1L に対して濃硫酸(約 2mL)を加え pH2 以下に調整します。保存サンプルは 4℃冷蔵で約 28 日間保管できます。
- 測定前に、5N 水酸化ナトリウム溶液を使って中和し、室温まで戻してください。(15~25℃) 添加量した量に応じて測定値を補正してください。

精度チェック

標準液法

精度をチェックするために、下記のものがが必要です。

- 排水(流出)混合標準液

1. 手順 2~16 に記載どおりに、s-TKN™ 法に従い、サンプルの代わりに排水(流出)混合標準液を使って、s-TKN™ 測定手順を行います。
2. 次の測定結果となります。
 - 7.56 mg/L Total N
 - 4 mg/L NO₃-N + NO₂-N
 - 3.56 mg/L TKN

備考:排水(流出)混合標準液は、Total N および TKN 値が +1.56 mg/L N 高値となる成分を含んでいます。この数値が、ラベルに示された 2mg/L NH₃-N および 4 mg/L NO₃-N に加算されて Total N および TKN 値となります。

排水(流出)混合標準液は、アンモニア性窒素や硝酸性窒素やリン酸などを混合した溶液です。それぞれの濃度は、ボトルのラベルに記載してあります。

測定法の概要

総ケルダール窒素(TKN)は、有機性窒素およびアンモニアの合計として定義されます。

s-TKN™ 法において、無機および有機窒素は、ペルオキシ二硫酸による分解で硝酸塩となり、硝酸塩イオンは、硫酸およびリン酸溶液の中で 2,6-ジメチルフェノールと反応してニトロフェノールを生成します。

サンプル中に存在していた窒素の酸化物(亜硝酸塩+硝酸塩)は、2 番目のバイアル(緑ラベル)で測定され、減算して TKN を得ることができます。

なお、サンプリング後直ちに測定する場合は、あらかじめ亜硝酸塩濃度を測定し、2 番目のバイアルで測定する硝酸塩濃度と共に減算して、TKN を求めます。

消耗品および交換品

必要な試薬

項 目	測定に必要な量	単位	Cat. No.
総ケルダール窒素 (s-TKN™) TNT880 試薬セット	1	25/pkg	TNT880
硫酸、ACS	2 mL	500 mL	97949
水酸化ナトリウム溶液、5 N	適宜	1 L	245053

必要な器具

項 目	測定に必要な量	単位	Cat. No.
ビン、サンプル用キャップ付き、低密度ポリ、500 mL	1	12/pkg	2087079
DRB200 リアクター ¹ 115V、 (16-mm バイアルウェルx9、20-mm バイアルウェルx2)	1	1	LTV082.53.30001
ライトシールド (DR2800)	1	1	LZV646
(DR3900)	1	1	LZV849
可変容量ピペット、1~5 mL	1	1	BBP065
ピペットチップ、BBP065 ピペット用	適宜	75/pkg	BBP068
可変容量ピペット、0.2~1.0 mL	1	1	BBP078
ピペットチップ、BBP078 ピペット用	適宜	100/pkg	BBP079

¹ その他の構成については、Web Site またはカタログをご参照ください。DRB200 は、20-mm バイアルを使用する際に必要です。

推奨標準液

項 目	単位	Cat. No.
排水 (流出) 混合標準液	500 mL	2833249
メンブレンフィルター、0.45 μ m、25 mm ϕ	100/pkg	2514101
フィルターホルダー、25 mm、ルアー型シリンジ用	1	246800
シリンジ、ルアーロックチップ、10 cc	1	2202400

オプションの試薬および器具

項 目	単位	Cat. No.
亜硝酸塩、低レンジ TNT839 試薬セット	25/pkg	TNT839
亜硝酸塩、高レンジ TNT840 試薬セット	25/pkg	TNT840

