

モノクロラミン; アンモニア性窒素

方法10200

インドフェノール法¹

パウダーピロー

0.01~0.50 mg/L NH₃-N; 0.04~4.50 mg/L Cl₂

用途: クロラミンを含む飲料水中の遊離アンモニアとモノクロラミンの同時測定

¹ 米国特許6,315,950



測定の準備

測定上の注意

より精度の高い測定値を得るため、新しい試薬ロットを使用する場合は、そのつど試薬ブランク値を測定してください。サンプルの代わりに精製水を用いて、同じ手順で測定します。測定結果から試薬ブランク値を差し引くか、試薬ブランクの補正操作を行ってください。

使用する器具・試薬

量

遊離アンモニア試薬溶液

1 滴

モノクロルF試薬ピロー

2

サンプルセル、10 mL、1 cm

2

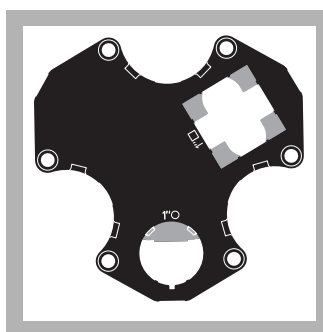
注: 消耗品・交換品の注文については、8 ページを参照してください。

丸形1 cmパス長

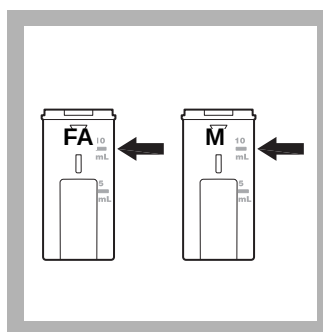
方法10200



1. モノクロラミン測定法を選択します。



2. 1 インチ丸形セルホルダーが正面に来るようにマルチセルアダプターを挿入します。

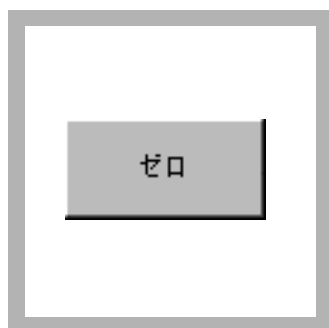


3. 2個の1 cmセルの10 mL 標線までサンプルを入れます。

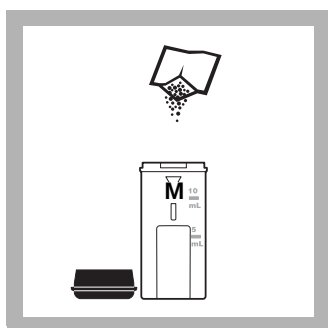
一方のセルに「遊離アンモニア」、もう一方に「モノクロラミン」とラベルを貼ります。



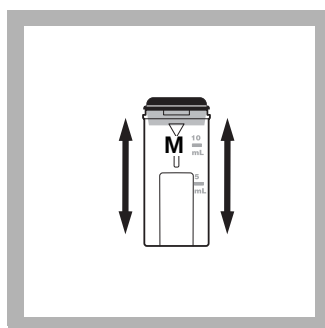
4. モノクロラミンセルの外側を拭き、向きを示す印が正面に来るようにセルホルダーに挿入します。印はセルホルダーの正面の溝にフィットします。



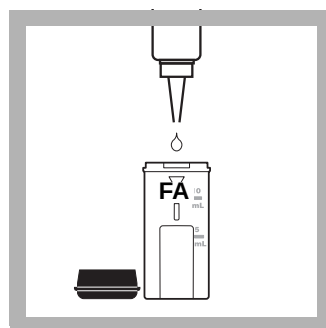
5. ゼロを押します。
以下のように表示されます。
0.00 mg/L Cl₂



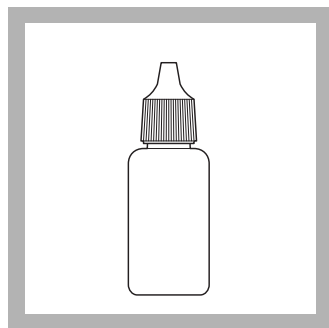
6. セルを取り出し、モノクロロF試薬ピロー1包をモノクロラミン測定用のサンプルに加えます。



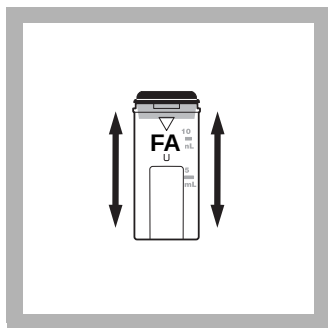
7. セルにふたをし、20秒間振とうして溶かします。モノクロラミンが存在すれば、緑色を呈します。



8. 遊離アンモニア測定用セルに、遊離アンモニア試薬溶液を1滴加えます。



9. 試薬ボトルにふたをして、試薬の性能と安定性を維持します。



10. 遊離アンモニアセルにふたをし、反転させて混ぜます。

反応時間が終わるまでにサンプルの色が濁ったら、サンプルを前処理してもう一度測定します。4ページの妨害物質を参照してください。



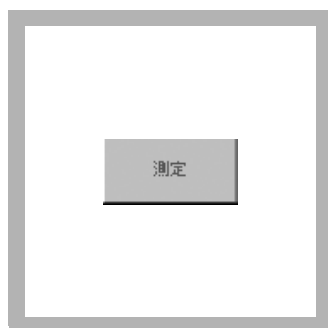
11. タイマーを押し、次にOKを押します。

5分間の反応時間が始まります。

発色時間はサンプルの温度によって異なります。精度の高い測定値を得るには、十分な反応時間をとってください。4ページの表1を参照してください。



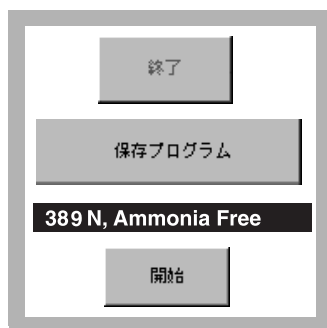
12. タイマーが鳴ったら、モノクロラミンセルの外側を拭き、向きを示す印が正面に来るようにセルホルダーに挿入します。



13. 測定を押します。

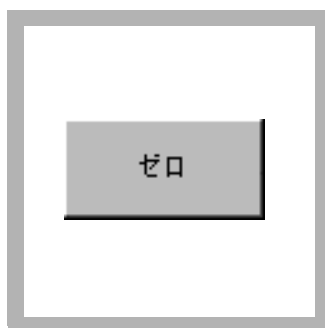
測定結果は、mg/L モノクロラミン (Cl₂) で表示されます。

セルを測定器の中に残しておきます。



14. 遊離アンモニア測定法を選択します。

ディスプレイロックがオンになっていれば、ディスプレイに「データを保存するか?」と表示されます。はいまたはいいえを押します。



15. モノクロラミンサンプルをセルホルダーに残したまま、ゼロを押します。

以下のように表示されます。

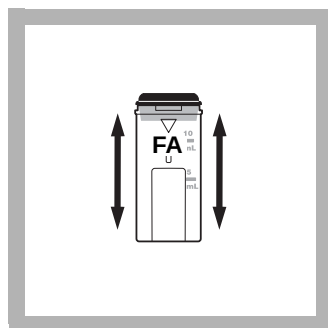
0.00 mg/L NH₃-N f

モノクロラミンセルを取り出します。



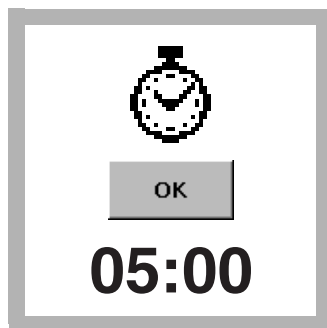
16. 遊離アンモニア測定用セルにモノクロルF試薬ピロー1包を加えます。

遊離アンモニア測定用セルにモノクロルF試薬ピローを加える前に、手順11の反応時間が終わっていないなければなりません。



17. セルにふたをし、20秒間振とうして試薬を溶かします。

モノクロラミンまたはアンモニアが存在すれば、緑色を呈します。



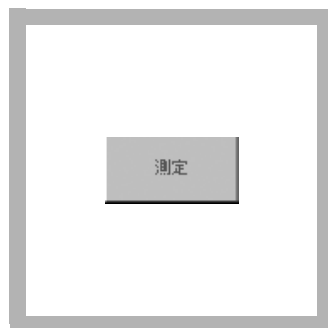
18. タイマーを押し、次にOKを押します。

5分間の反応時間が始まります。

サンプルが18℃以下の場合、もう少し反応時間が必要です。表 2, 4ページを参照してください。



19. タイマーが鳴ったら、バイアルを向きを示す印が正面に来るようにセルホルダーに挿入します。



20. 測定を押します。

結果は、mg/L NH₃-N fで表示されます。

妨害物質

この測定法は、測定可能な全塩素消毒剤を含む、クロラミンを含有する飲料水サンプルの測定用です。残留消毒剤を含まないサンプルおよび塩素要求を示すサンプルは、アンモニア測定値が低くなるかもしれません。残留消毒剤なしで測定するブランクやアンモニア標準液は、塩素要求のない精製水を使って調製しなければなりません。

以下の表示した濃度以下であれば妨害しません：

表 1 妨害しない物質

妨害物質	妨害しない最大濃度
アルミニウム	0.2 mg/L
塩化物	1200 mg/L Cl
銅	1 mg/L Cu
鉄	0.3 mg/L Fe
マンガン	0.05 mg/L Mn
硝酸性窒素	10 mg/L NO ₃ -N
亜硝酸性窒素	1 mg/L NO ₂ -N
リン酸	2 mg/L o-PO ₄
シリカ	100 mg/L SiO ₂
硫酸塩	1600 ppm CaCO ₃
亜鉛	5 ppm Zn

全硬度およびアルカリ度の両方が高いサンプルは、遊離アンモニア試薬溶液を添加後、濁りが生じるかもしれません。最初の反応時間が終わるまでにサンプルが濁った場合は、遊離アンモニア測定用のサンプルを下記の手順で前処理してください。

注：モノクロラミン測定用サンプルには、この前処理は必要ありません。

1. サンプル10 mLを遊離アンモニア測定用セルに入れます。
2. 硬度処理試薬パウダーピロー 1包をサンプルに加えます。
3. セルにふたをし、試薬が溶けるまで反転させます。
4. ふたを取ります。
5. 前処理したサンプルを遊離アンモニアセルとして使い、手順3から測定を続けます。

発色時間

測定結果は、サンプルの温度に大きく影響を受けます。測定手順中の2つの反応時間は同じ長さであり、その時間はサンプルの温度によって決まります。測定手順で指示されている反応時間は、サンプル温度が18-20℃の場合です。双方の反応時間は表 2に従って調整してください。

表 2 温度と発色時間の関係

サンプル温度		発色時間 (分)
℃	°F	
5	41	10
7	45	9
9	47	8
10	50	8
12	54	7
14	57	7
16	61	6
18	64	5

表 2 温度と発色時間の関係 (続く)

サンプル温度		発色時間 (分)
℃	°F	
20	68	5
23	73	2.5
25	77	2
25以上	77以上	2

サンプルの採取および保存

サンプルは、清浄なガラス製容器に採取します。最も信頼度の高い測定値を得るには、採取後速やかにサンプルを測定してください。

精度チェック (モノクロラミン、プログラム66)

標準液法

測定の精度を確認するため、下記の4.5 mg/L (Cl₂)モノクロラミン標準液を使用前に速やかに調製してください。

1. 清浄な 100 mL メスフラスコに入れた有機物を含まない精製水約 50 mL に緩衝剤パウダー ピロー (pH 8.3) 1 包を加えます。振とうして粉末を溶かします。
2. ピペットで、アンモニア性窒素標準液 (100 mg/L NH₃-N) 2.00 mL をメスフラスコに加えます。
3. 有機物を含まない精製水を標線まで入れて希釈し、ふたをして完全に混合します。これが 2.00 mg/L 緩衝済アンモニア性窒素標準液となります。
4. 緩衝済アンモニア性窒素標準液 50.00 mL をピペットで清浄な 100 mL ビーカーに移します。攪拌棒で混ぜます。
5. 最新の塩素標準液アンプル (50~70 mg/L) を用意し、このアンプル中の実際の遊離塩素濃度を記録しておきます。
6. 下記の計算式によりアンモニア性窒素標準液に加える塩素標準液の量を計算します。

$$\text{mL 必要な塩素標準液} = \frac{455}{\text{遊離塩素濃度}}$$

7. アンプルを開封し、ガラス製 Mohr ピペットを用いて、計算した量の塩素標準液を、攪拌子の上で中速度で攪拌しながらゆっくりとアンモニア性窒素標準液に加えます。
8. 塩素標準液を加え終えてから 1 分間、モノクロラミン溶液を混ぜつけます。
9. このモノクロラミン溶液を清浄な 100 mL メスフラスコに移します。標線まで有機物を含まない精製水を加えて希釈し、ふたをして完全に混合します。これが名目 4.5 mg/L (Cl₂) モノクロラミン標準液となります。
10. この標準液は調製後 1 時間以内に使用してください。上記の低濃度モノクロラミン測定手順に従って測定します。
11. 0.5 mg/L 標準液測定値を採用して検量線を調整する場合は、現在表示されているプログラムメニュー上で **オプション** を押し、**詳細** を押します。**標準調整** を押してください。

12. オンを押します。調整するを押して表示された濃度を受け入れます。(測定値は選択した単位により異なります)。別の濃度を使う場合、ボックス内の数字を押して、実際の濃度を入力します。続いてOKを押します。続いて調整するを押します。

精度チェック (遊離アンモニア、プログラム389)

希釈したサンプルや調製している標準液を測定する場合は、希釈水が必要です。希釈用の精製水は、アンモニアや塩化物を含まず、塩素の要求量がゼロでなければなりません。最も便利な水源は、18メガオーム-cmの水を生成する、炭素ろ過付再循環脱イオンシステムです。

標準液添加法

1. 測定結果を読み取った後、サンプルセル (非添加サンプル) を測定器の中に残しておきます。表示単位を確認してください。
2. オプションを押し、次に詳細を押します。標準液添加法を押します。標準液添加法手順が表示されます。
3. 標準液濃度、サンプル量、添加量が、初期値と一致していることを確かめて、OK を押します。これらの値を変更する場合は編集を押します。これらの値が登録されると、非添加サンプル測定値が最上段に表示されます。詳細は取扱説明書を参照してください。
4. 添加サンプルを3本調製します。サンプル50 mLを3本の50 mL混合メスシリンダーに入れます。
5. TenSette ピペットを用いて、3つのサンプルそれぞれに、10 mg/L NH₃-N アンモニア性窒素標準液を0.3 mL、0.6 mL、1.0 mLずつ添加します。よく混ぜます。
6. 0.3 mL添加サンプルから始めて、各添加サンプルを測定します。それぞれの標準液添加サンプルの測定値を、測定を押して受け入れます。各標準液添加サンプルの測定値はほぼ100%の回収率を示します。方法10200のすべての手順を行います。
7. 一連の手順を完了したら、グラフを押します。複合妨害も考慮に入れて、標準液添加サンプルデータのプロットを通る近似ラインが表示されます。理想ラインを押して、添加サンプルと100%の回収率を示す理想ラインの関係を表示します。

標準液法

1. 100 mL の希釈水に、アンモニア性窒素標準液 (10 mg/L) 2.00 mL を入れて希釈し、0.20 mg/L アンモニア性窒素標準液を調製します。あるいは TenSette ピペットを使って、100 mLの希釈水にアンモニア性窒素標準液 (50 mg/L NH₃-N) 0.4 mLを入れて希釈し、0.20 mg/L アンモニア性窒素標準液を調製します。方法10200のすべての手順を行って、この標準液を測定します。
2. 標準液で得られた測定値を使って検量線を調整するのに、現在のプログラムメニュー上でオプションを押し、次に詳細を押します。続いて、標準調整を押します。
3. オンを押します。調整するを押して、表示された濃度を受け入れます。別の濃度を使う場合、ボックス内の数字を押して、実際の濃度を入力します。続いてOKを押します。調整するを押します。

測定法の性能

精度

標準液 : 2.60 mg/L Cl₂

プログラム	95%信頼限界
66	2.58~2.62 mg/L Cl ₂

標準液 : 0.20 mg/L NH₃-N

プログラム	95%信頼限界
389	0.19~0.21 mg/L NH ₃ -N

測定法の概要

モノクロラミン (NH₂Cl) と遊離アンモニア (NH₃およびNH₄⁺) は、同じサンプル中に存在します。次亜塩素酸を加えると、遊離アンモニアと結合し、多くのモノクロラミンが生成されます。フェリシアン化触媒が存在すると、サンプル中のモノクロラミンは代替フェノールと反応し、中間生成物のモノイミン化合物を生成します。この中間生成物は、余った代替フェノールと結合し、緑色のインドフェノールを生成します。その量は、サンプル中のモノクロラミンの量に比例します。遊離アンモニアの量は、次亜塩素酸を加えた場合と加えない場合の発色の違いを比較して測定されます。測定は655 nmの波長を用いて行います。

消耗品および交換品

必要な試薬

品名	必要な量	単位	Cat. No.
遊離アンモニア試薬セット (50回分)、内容 : (1) 28022-99, (1) 28774-36	—	—	28792-00
遊離アンモニア試薬溶液	1 滴	4 mL SCDB	28774-36
モノクロルフ試薬ピロー	2	100包入	28022-99

必要な器具

品名	必要な量	単位	Cat. No.
サンプルセル、10 mL、1 cm	1	2個入	48643-02

推奨標準液および試薬

品名	単位	Cat. No.
緩衝剤pH 8.3/パウダーピロー	25本入	898-68
塩素溶液Voluette® アンプルアンプル	16本入	14268-10
硬度処理試薬ピロー (測定1回につき1包)	50包入	28823-46
アンモニア性窒素標準液、10 mg/L NH ₃ -N	500 mL	153-49
アンモニア性窒素標準液アンプル、50 mg/L NH ₃ -N、10 mL	16本入	14791-10
アンモニア性窒素標準液、100 mg/L NH ₃ -N	500 mL	24065-49
精製水、有機物を含まない水	500 mL	26415-49

推奨器具

品名	単位	Cat. No.
アンプルビレーカーキット	各	21968-00
ビーカー、100 mL、ポリプロピレン製	各	1080-42
ビーカー、100 mL、ガラス製	各	500-42H
混合メスシリンダー、50 mL	各	20886-41
メスフラスコ、100 mL	各	14574-42
安全ピペット	各	14651-00
ピペット、TenSette®, 0.1~1.0 mL	各	19700-01
ピペットチップ、TenSetteピペット(19700-01)用	50個入	21856-96
Mohrピペット、ガラス製、10 mL	各	20934-38
ホールピペット、2.0 mL	各	14515-36
ホールピペット、50.00 mL	各	14515-41
クリッパー	各	28831-00
攪拌子、八角	各	20953-52
攪拌子	各	28812-00
温度計、-10~110°C	各	1877-01
ティッシュ、使い捨て、Kimwipes®, 30 x 30 cm、280枚/箱	1箱	20970-00



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
 In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
 Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
 On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
 WORLD HEADQUARTERS
 Telephone: (970) 669-3050
 FAX: (970) 669-2932