

インドフェノール法*

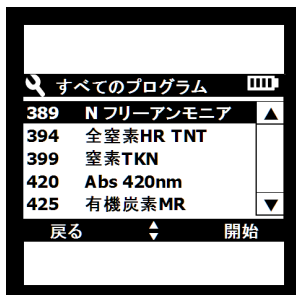
注: 正確なクロロミン測定結果を得るために、新しいロットの試薬を使用する際には、サンプルの代わりに精製水にて試薬のブランク試験を行ってください。



1. 遊離アンモニアを測定するプログラムを呼び出します。

オプションキーを押し、オプションメニューを開きます。

すべてのプログラムを選択します。

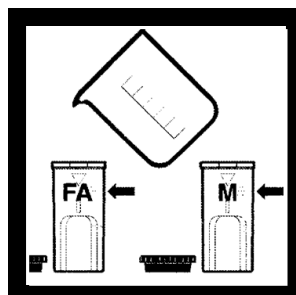


2. “389 Nフリーアンモニア”を選択します。

開始キーを押し、プログラムを起動します。

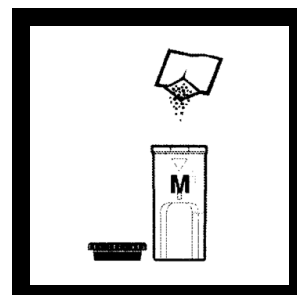
プログラムが起動すると、次のメッセージが表示されます。

NH3-N



3. 2つのサンプルセルに 10mL のサンプルを入れます。

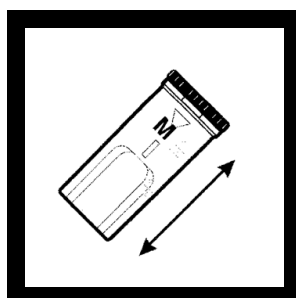
1つのサンプルセルには、「遊離アンモニア」、別のサンプルセルには、「モノクロミン」とラベルを付けます。



4. セルに Monochlor-F パウダーピロー 1 包を加えます。

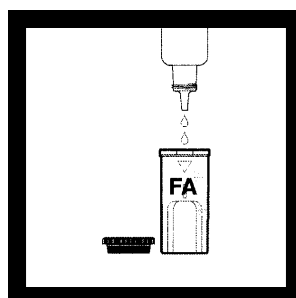
*これが、ゼロ測定用となります。

注: 化学式の変換は、オプション⇒詳細オプション⇒化学形態から行えます (NH_3CL_2)。

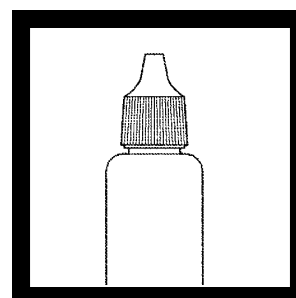


5. セルにキャップをして、パウダーを溶かすために、セルを約 20 秒間、振ります。

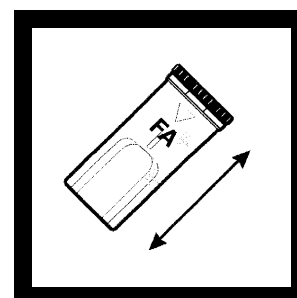
モノクロミンが存在すると、緑色に発色します。



6. 別の「遊離アンモニア」セルに、遊離アンモニア試薬溶液を 1 滴、加えます。



7. 試薬の性能および安定性を維持するために、試薬溶液ビンには、しっかりとキャップをします。



8. セルにキャップをして、セルを振って混合します。

注: 反応時間が終わる前に、サンプルに濁りが生じる場合は、サンプルを前処理してから、再度、測定してください。詳しくは、後述の「妨害物質」を参照してください。



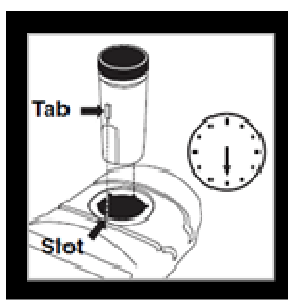
9. オプションメニューを開きます。

タイマーの開始を選択します。

タイマー1 を選択します。

5 分にセットされた反応時間がカウントダウンされます。

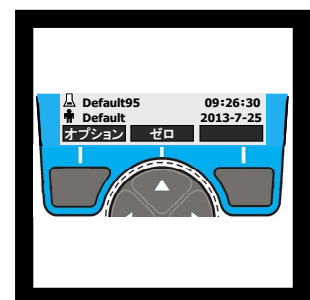
注: サンプルが発色するまでの時間は、サンプルの温度によります。温度と発色するまでの時間については、後述の「【表-1】サンプル温度と発色するまでの時間」を参照してください。正確な測定結果を得るために、十分な反応時間を見込んでください。



10. タイマーが鳴ったら、「モノクロラミン」セルをセルホルダーにセットします。このとき、図のように、セルのタブを時計の 6 時の針の位置に合わせて、セットしてください。セルのタブがセルホルダーの溝にちょうど収まるように、セルを挿入してください。



11. セルに装置のキャップをして、完全に覆います。



12. 「モノクロラミン」セルをセルホルダーにセットしたままの状態で、

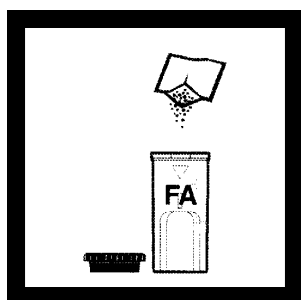
ゼロ測定:

ゼロキーを押し、ゼロ測定を行います。

画面には、ゼロ測定の完了を表すメッセージが表示されます。

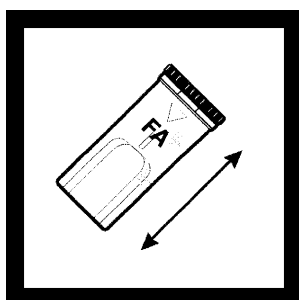
0.00 mg/L NH₃-N

セルを測定器のセルホルダーから取り外します。



13. 「遊離アンモニア」セルに Monochlor-F パウダーピロー1包を加えます。

注:手順 9.にて示す反応時間が完了してから、Monochlor-F パウダーピロー1包を加えてください。



14. セルにキャップをして、パウダーを溶かすために、セルを約 20 秒間、振ります。

アンモニアまたはモノクロアミンが存在すると、緑色に発色します。

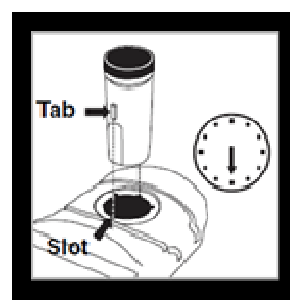


15. オプションメニューを開きます。

タイマーの開始を選択します。

タイマー2 を選択します。

5 分にセットされた反応時間がカウントダウンされます。



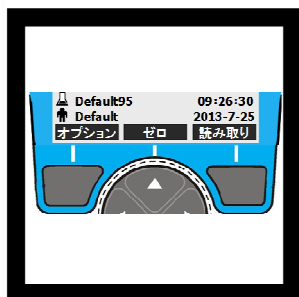
16. 「遊離アンモニア」セルをセルホルダーにセットします。

このとき、図のように、セルのタブを時計の 6 時の針の位置に合わせて、セットしてください。セルのタブがセルホルダーの溝にちょうど収まるように、セルを挿入してください。

注: サンプルが発色するまでの時間は、サンプルの温度によります。温度と発色するまでの時間については、後述の「【表-1】サンプル温度と発色するまでの時間」を参照してください。



17. セルに装置のキャップをして、完全に覆います。



18. サンプル測定:

読み取りキーを押し、測定を行います。

遊離アンモニア性窒素の濃度が mg/L $\text{NH}_3\text{-N}$ または他の選択した単位で表示されます。

サンプルの採取と保管

サンプルは、清浄なガラス容器で採取してください。また、信頼性の高い測定結果を得るために、サンプルを採取後はできるだけ早く測定してください。

サンプルの発色時間について

測定結果は、サンプルの温度に大きく影響されます。手順の中での反応時間も、同様にサンプルの温度の影響を受けます。手順の中では、サンプルの温度が 18～20℃の場合の反応時間を示します。次の【表-1】を参照してください。

【表-1】サンプル温度と反応時間

サンプル温度（℃）	反応時間（分）
5	10
7	9
9	8
10	8
12	7
14	7
16	6
18	4
20	3
23	2.5
25	2
>25	2

妨害物質

本測定法は、クロラミン処理を済ませた飲料水に残留する結合（全）塩素殺菌剤を測定します。塩素殺菌剤が残留しないサンプル、および塩素要求を示すサンプルは、低いアンモニア測定結果を示します。殺菌剤の残留しないブランクおよびアンモニア標準溶液は、高品質の試薬グレードの水を使って調製する必要があります。

次の表の左欄の物質は、右欄に示す濃度以下の場合、遊離アンモニア濃度の測定に影響しません。

物 質	測定を妨害しない濃度の試験結果
アルミニウム	0.2 mg/L Al
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
硝酸塩	10 mg/L NO ₃ -N
亜硝酸塩	1 mg/L NO ₂ -N
リン酸塩	2 mg/L PO ₄
シリカ	100 mg/L SiO ₂
硫酸塩	1600 ppm（CaCO ₃ ）
亜鉛	5 ppm Zn

注: モノクロラミン測定のためのサンプルについては、右の前処理は不要です。

全硬度およびアルカリ性の高いサンプルは、遊離アンモニア試薬溶液を加えると濁りを生じることがあります。遊離アンモニア濃度を測定しようとするサンプルが、第一反応時間の終了する前に濁りを生じる場合は、次のような前処理が必要です。

1. 10mL のサンプルを遊離アンモニア測定セルに入れます。
2. 硬度処理試薬パウダーピロー (Cat. No. 28823-46) 1 包を上記のセルに加えます。
3. セルにキャップをして閉じて、パウダーが溶けるまでセルを繰り返し反転して、混合します。
4. セルのキャップを外します。

以上の前処理の後、手順 3. における「遊離アンモニア」セルとして、以降の操作を手順に沿って続けてください。

正確さのチェック

サンプルの希釈や、標準溶液の調製を行う場合には、精製水が必要となりますが、この精製水は、アンモニアや塩素を含まず、塩素要求量も無いことが重要です。このような精製水としては、炭素ろ過装置を含む再循環式精製装置により導電率が $18\text{M}\Omega\text{-cm}$ の精製水があります。

標準添加法

- a) 3 つの 50mL 混合用メスシリンダーのそれぞれに、50mL のサンプルを入れます。
- b) TenSette®ピペットで、アンモニア性窒素標準溶液、10mg/L ($\text{NH}_3\text{-N}$) を 0.3mL、0.6mL、1.0mL 採取して、3 つの 50mL 混合用メスシリンダーのそれぞれに加え、栓をして、十分に混合します。
- c) モノクロラミンおよび遊離アンモニア性窒素のすべての測定手順に沿って、3 つの添加サンプルについて測定します。遊離アンモニア性窒素の濃度は、添加した標準溶液が 0.1mL ずつ増える毎に、0.02mg/L ずつ増えます。

標準溶液法

10mg/L アンモニア性窒素標準溶液 2.00mL を精製水で 100mL に希釈して、0.20mg/L アンモニア性窒素標準溶液を調製します。

または、50mg/L ($\text{NH}_3\text{-N}$) アンモニア性窒素標準溶液 Voluette®アンプルから TenSette®ピペットで 0.4mL を採取し、これを精製水で 100mL に希釈して、0.20mg/L アンモニア性窒素標準溶液を調製します。

この調製した標準溶液を、モノクロラミンおよび遊離アンモニア性窒素のすべての測定手順に沿って測定します。

測定法の性能

精 度

1.80mg/L Cl_2 および 0.20mg/L $\text{NH}_3\text{-N}$ アンモニア性窒素を含む溶液および代表的な二種類の製造ロットの試薬を使って本装置で測定した結果、一人のオペレータの得た標準偏差は、7 回の測定において、 $\pm 0.01\text{mg/L N}$ でした。

推定検出限界

本プログラムの推定検出限界は 0.02mg/L N です。

測定法の要約

「モノクロアミン (NH_2Cl)」および「遊離アンモニア (NH_3 および NH_4^+)」は、同じサンプル水中に存在します。添加された次亜塩素酸塩は、遊離アンモニアと結合してモノクロアミンを生成します。サンプル中のモノクロアミンは、シアン化鉄触媒が存在すると、置換フェノールと反応してモノイミン中間体を生成し、この中間体は過剰な置換フェノールと結合して、サンプル中に存在するモノクロアミンの量に比例する緑色のインドフェノールを生成します。遊離アンモニアの濃度は、次亜塩素酸塩の添加前後の色の強度を比較することにより求めることができます。

安 全

安全を確保するための適切な注意の習慣付けおよび実験室における適正な分析技術により、測定手順の全体を通して、安全を確保してください。

使用する試薬についての特有の情報については製品安全データシート (SDS) を参照してください。

遊離アンモニア性窒素（続）

必要な試薬	測定毎の必要量	数 量	Cat. No.
遊離アンモニア試薬セット(測定 50 回分) ただし、(1)28022-99、(1)28774-36 を含む。	—	50 回分	28792-00
遊離アンモニア試薬溶液	1 滴	4mL SCDB	28774-36
Monochlor F 試薬ピロー	2 包	100/pkg	28022-99

必要な器具	測定毎の必要量	数 量	Cat. No.
サンプルセル、1cm/10mL、キャップ付き	2	2/pkg	48643-02

オプションの試薬	数 量	Cat. No.
緩衝用粉末試薬、pH8.3、パウダーピロー	25/pkg	898-68
塩素溶液、Voluette [®] アンプル	16/pkg	14268-10
硬度処理試薬ピロー (1 包/測定)	50/pkg	28823-46
アンモニア性窒素標準溶液、10mg/L (NH ₃ -N)	500mL	153-49
アンモニア性窒素標準溶液、100mg/L (NH ₃ -N)	500mL	24065-49
アンモニア性窒素標準アンプル、50mg/L (NH ₃ -N)、10mL	16/pkg	14791-10

オプションの器具	数 量	Cat. No.
Voluette [®] アンプル用開封器	1	21968-00
ビーカー、ポリプロピレン製、100mL	1	1080-42
ビーカー、ガラス製、100mL	1	500-42H
シリンダー、混合用、50mL	1	20886-41
メスフラスコ、100mL	1	14574-42
安全ピペッター	1	14651-00
TenSette [®] ピペット、0.1～1.0mL	1	19700-01
ピペットチップ、19700-01 TenSette [®] ピペット用	50/pkg	21856-96
モールピペット、ガラス製、10mL	1	20934-38
ホールピペット、2.0mL	1	14515-36
ホールピペット、50.00mL	1	14515-41
攪拌子、8角形	1	20953-51
スターラー、磁気式	1	28812-00
温度計、-10～110℃	1	1877-01