

(5) AD 可溶性窒素の測定

AD 可溶性窒素は、0.2AD 液での抽出液に、ペルオキシ二硫酸カリウムを加えて加熱し、溶液に含まれる有機態窒素やアンモニア態窒素を硝酸態窒素に変えた後、RQ フレックスで測定し定量する。0.2AD 液自体にも窒素（臭化 n-ヘキサデシルトリメチルアンモニウム中の窒素）が含まれるので、0.2AD 液も同様に処理し、そこに含まれる窒素を差し引く必要がある。

必要な試薬・器具

ペルオキシ分解用溶液

- ・ ほう酸
- ・ 水酸化ナトリウム **[医薬用外薬物]**
(代用可 1mol/L 水酸化ナトリウム溶液)
- ・ ペルオキシ二硫酸カリウム (注)
- ・ 200mL ビーカ



(注) ペルオキシ二硫酸カリウムは特級品または窒素分析用を用いる。分解し易いので、開封後はしっかり蓋を締め、必ず冷蔵保存する。

ほう酸 3.0g、水酸化ナトリウム 1.5g を 100±1mL (g) の水に溶かした後、ペルオキシ二硫酸カリウム 5.0g を溶かす。1 試料に 5.0mL (g) 使う。溶液は保存できないので、試料の数、反復の有無、検量線試料の数を考え、必要な量を作成する。

分解用溶液の調整に使う水は、可能なら脱塩水あるいは蒸留水を使う。入手が困難な場合は、ドラッグストアのベビー用品コーナーにある調乳用の水（ミネラル分を除去した水）を使う。それも入手困

難な場合は、市販品のミネラルウォーターや水道水を用いる。その場合、事前に水に含まれる硝酸濃度を測定し、硝酸態窒素で 5ppm 未満の場合のみ使用する。また、同じ水で標準液を調整する。

脱塩水・蒸留水	市販品の調乳用の水	市販品のペットボトル入りミネラルウォーター	水道水
○	○	△	△

[医薬用外薬物]を使用したくない場合は、コストパフォーマンスは悪いが、1mol/L 水酸化ナトリウム溶液を使う。1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 37.5mL に水 62.5mL とホウ酸 3.0g を加えて溶かした後、ペルオキシ二硫酸カリウム 5.0g を溶かす。

・硝酸性窒素標準液（**代用可**硝酸カリウム、硝酸ナトリウム等の特級試薬 +100mL メスフラスコ、ビーカ等）



0.2AD 液や測定条件の影響で、測定値はずれてしまう。そのため、検量線を作成して値を求める。検量線作成のための硝酸性窒素標準液は、市販の標準液を希釈して $\text{NO}_3\text{-N}$ で 25ppm 及び 12.5ppm の標準液を作成する。 $\text{NO}_3\text{-N}$ で 1000ppm 標準液から作成する場合、標準液 2.50±0.01g (1.25±0.01g) に水を加えて 100±0.01g にすると $\text{NO}_3\text{-N}$ で 25ppm (12.5ppm) になる。 NO_3 で 1000ppm の標準液の場合、標準液 11.06±0.01g (5.53±0.01g) に水を加えて 100±0.01g にすると $\text{NO}_3\text{-N}$ で 25ppm (12.5ppm) になる。

市販品の硝酸性窒素が無い場合は、100mL メスフラスコに乾燥した硝酸カリウム 0.722g（あるいは硝酸ナトリウム 0.607g）を入れ、水を標線まで加えて溶かし、硝酸態窒素 1000ppm 標準液とする。

メスフラスコが無い場合、ビーカ等の容器に希釈用の水を 100±0.05g 取り、そこに上記の量の試薬を加え、ガラス棒等で攪拌して

溶かし、硝酸態窒素 1000ppm の標準液とする。

- ・ねじ蓋試験管（容量 10mL 程度）
- ・試験管立て
（**代用可** 20～50mL の栄養ドリンク瓶）
圧力鍋に入るサイズのものを購入する



- ・ピペッター（容量 200～1000 μ L、1000～5000 μ L）
（**代用可** 秤+スポイト等）



- ・ガスコンロ
- ・圧力鍋



- ・タイマー/ストップウォッチ
- ・蓋付き小型容器（5～10mL）



- ・RQ フレックス（プラスで無くても良い）
- ・リフレクトクアント 硝酸テスト（3～90mg/l）



手順

希釈

測定のために、0.2AD 液、抽出液を 25 倍に希釈する。希釈に使う水は、分解用溶液の調整に準ずる。

ピペッターがある場合は、0.2AD 液、抽出液 0.20mL、水 4.8mL を直接耐圧容器に入れる。無い場合は、秤を使って希釈する。

秤にビーカ、紙コップ等の希釈用容器を載せ、ゼロセットする



抽出液（0.2AD 液）を 2.05～2.06g 分取する



水を 50 ± 0.1 g になるまで加える



ガラス棒等でよく撹拌する

・水を加える前にゼロセットしない

ペルオキシ分解

測定結果がばらつくことが多いので、反復を取った方が良い。抽出液、検量線用標準液は 2 反復、0.2AD 液は 3 反復を目安とする。

希釈液、硝酸性窒素標準液 5.0 ± 0.05 mL (g) を蓋付き耐圧容器に取る



ペルオキシ分解用溶液 5.0 ± 0.05 mL (g) を加える



蓋をしっかりと締めて混合し、圧力鍋に入れる



容器の液面くらいまで注水し、強火で加熱する



・容器が振動で割れることがあるので、できるだけ動かないように固定する

蒸気が出始めたら、重りの動きが止まらない程度の弱火に落とし、
10分間加熱する



加熱終了後、10分程度放冷する

・室温になるまで放置しても構わない



容器を取り出し、常温になるまで放冷する

・試験管を横から見て液量を確認し、減っている場合は測定に用いない（注1）



（注1）ドリンク瓶の場合、加熱前に液面の高さを測っておき、加熱後に低くなっていないか確認する。蓋がゆるんだのではなく、傷んで密閉性が悪くなった可能性もあるので、蓋が傷んだ場合は処分する。



右が傷んだ蓋

測定

測定方法は、試験紙は異なるものの、2-(4) 硝酸の測定と手順は同じである。分解液は5mL程度を測定用の容器に移しておく。

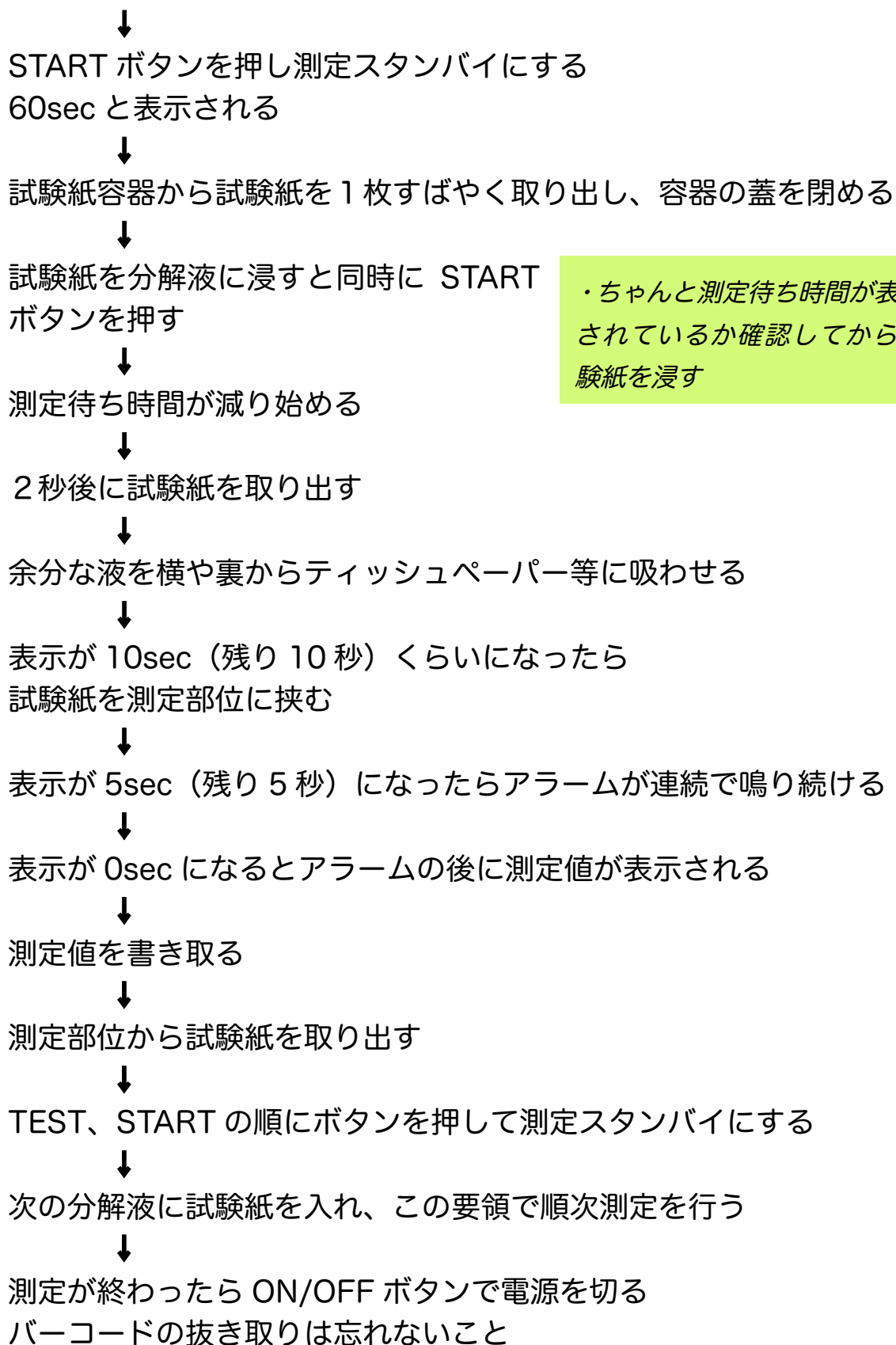
通常測定

本体のON/OFFボタンを押し電源を入れる



付属のバーコードを入れる
3桁の数値が表示される

・数値が表示されたら、すぐにバーコードを抜き取って良い



- ・アダプターは水又はエタノールで洗浄しておく。
- ・試験紙は地域のプラスチックごみの処理方法に準じて処分する。
- ・廃液はアルカリ性なので、可能なら中和してから下水に流す。

連続測定

測定待ち時間は 60 秒だが、試薬を入れて混合しないため、ストップウォッチを準備して連続的に測定することができる。一人で行う場合は 4 試料ずつの測定になるが、二人組で行えば途中で中断すること無く連続的に測定できる。以下の手順は一人の場合である。

本体の ON/OFF ボタンを押し電源を入れる



付属のバーコードを入れる
3桁の数値が表示される

・数値が表示されたら、
すぐにバーコードを抜き取って良い



START ボタンを押し測定スタンバイにする
60sec と表示される



試験紙容器から試験紙を 1 枚すばやく取り出し、容器の蓋を閉める



試験紙を分解液に浸すと同時に START ボタン、
ストップウォッチのボタンを押す



測定待ち時間が減り始める



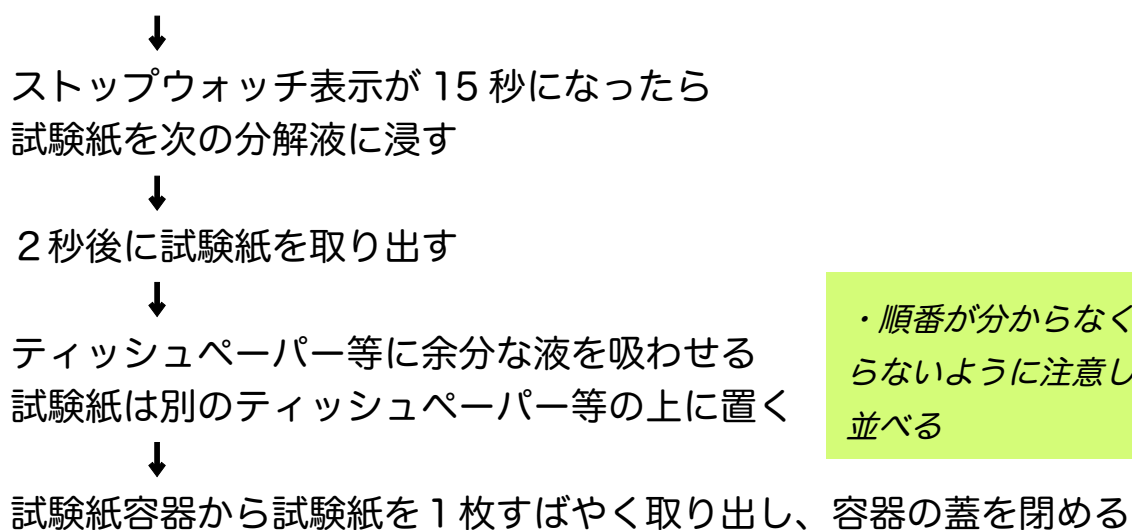
2 秒後に試験紙を取り出す



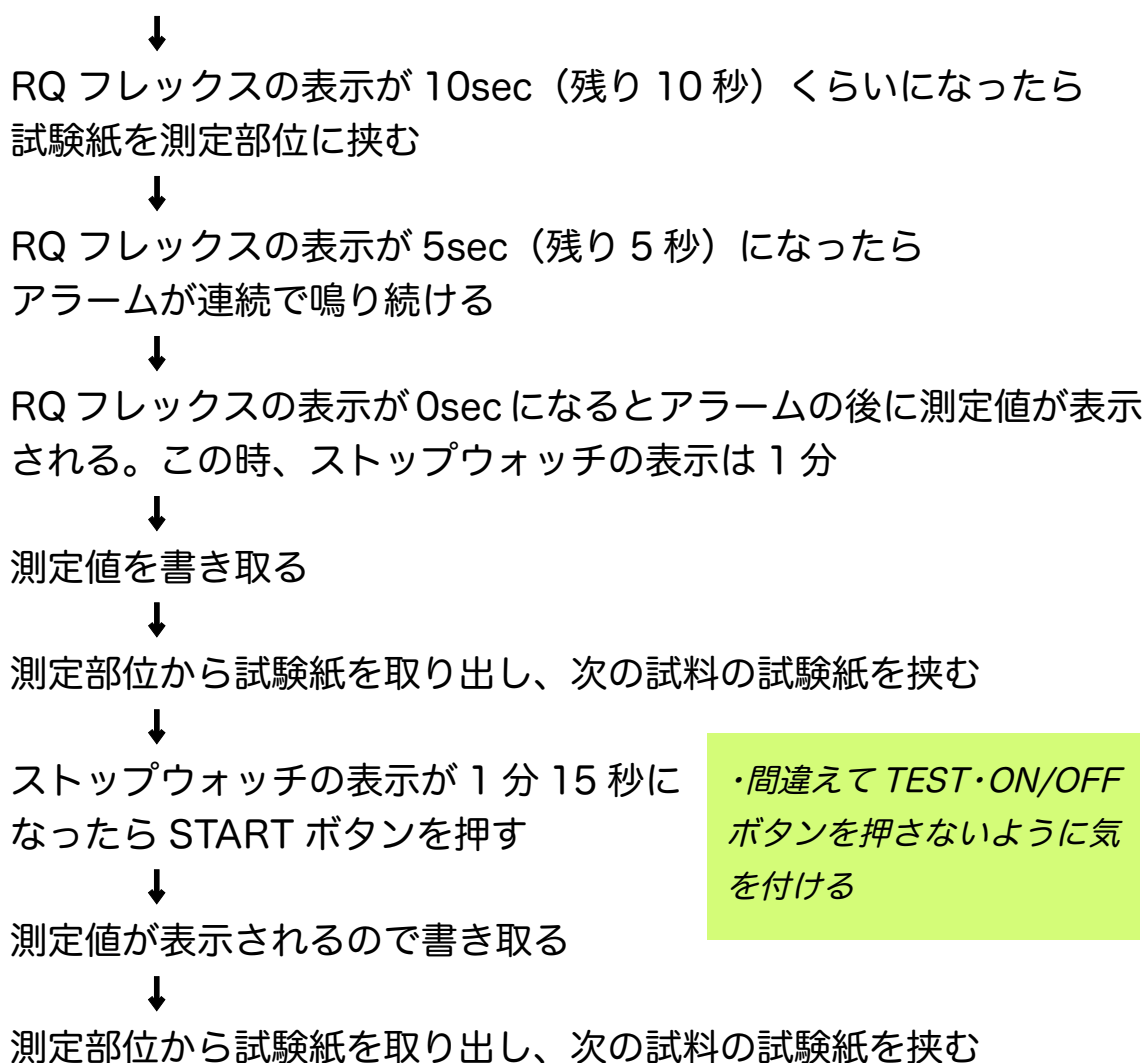
ティッシュペーパー等に余分な液を吸わせる
試験紙は別のティッシュペーパー等の上に置く



試験紙容器から試験紙を 1 枚すばやく取り出し、容器の蓋を閉める



・15 秒ごとのこの操作を最後の試料（最大 4 点・45 秒）まで行う



↓
ストップウォッチの表示が1分30秒になったら
START ボタンを押す
↓
測定値が表示されるので書き取る
↓
測定部位から試験紙を取り出し、次の試料の試験紙を挟む

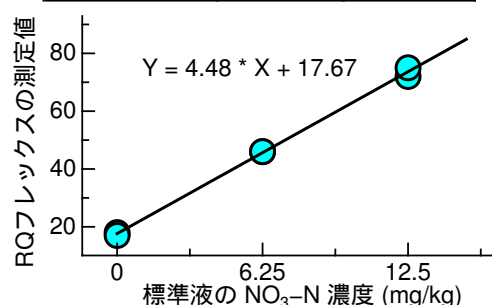
・15秒ごとのこの操作を最後の試料（最大4点・45+60秒=1分45秒）まで行う

換算

測定が終わったら、標準液の測定結果から検量線を作成し、抽出液、0.2AD液の反応液に含まれる硝酸態窒素量（NO₃-N ppm）を算出する。

検量線を作る際に、標準液の硝酸態窒素濃度が半分になっていることに注意する（同量の分解用溶液を加え希釈しているため）。図表の例では、希釈前の標準液はNO₃-Nで12.5ppm、25ppmである。（測定値 - 17.67）÷ 4.48で反応液（希釈後）の硝酸態窒素量（NO₃-N ppm）を算出できる。

検量線 (NO ₃ -N, ppm)	RQフレックス(NO ₃)の 読み	
0	18	17
6.25	46	46
12.5	72	75



AD可溶性窒素量は次の式で算出する

AD可溶性窒素量 (mg/g・乾物) = (抽出液反応液の硝酸態窒素量 - 0.2AD液反応液の硝酸態窒素量) × 2 × 25 × 150 ÷ (抽出に使った堆肥の重量 (g) × 乾物率 (%) ÷ 100) × 1000)