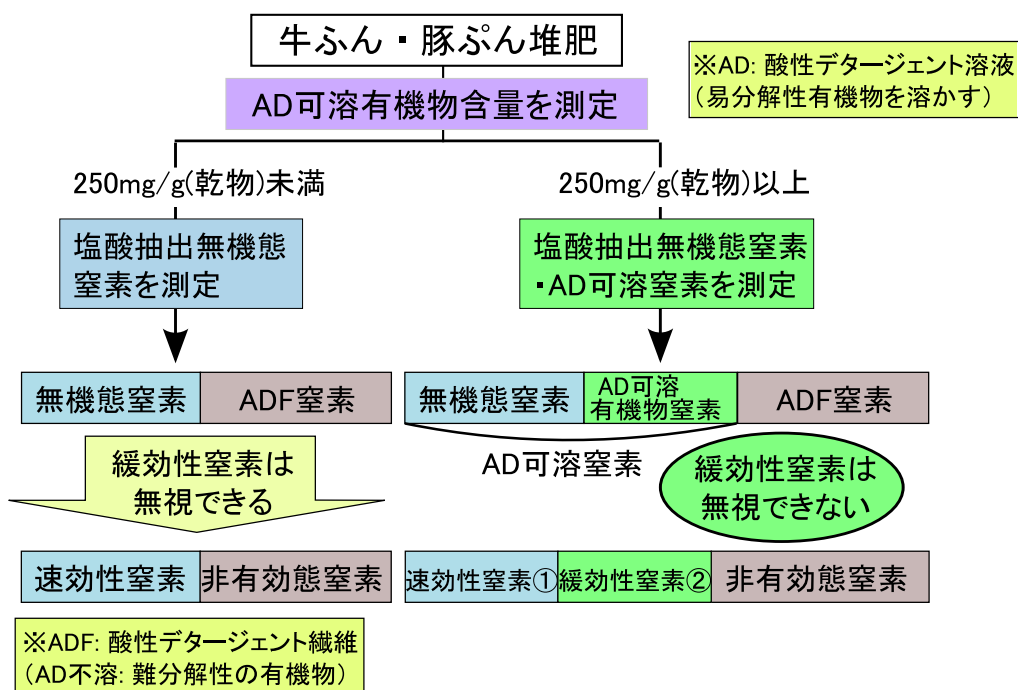


4. 簡易デタージェント分析（緩効性窒素）

(1) 手順の概略

デタージェント分析は、家畜飼料を界面活性剤（デタージェント=洗剤）で煮た後に残る残さの量から、飼料の消化し易さを評価する手法であり、酸性液と中性液を用いる場合がある。この手法を家畜ふん堆肥に応用し、牛ふん堆肥・豚ふん堆肥を酸性デタージェント溶液で煮て、堆肥中の比較的分解し易い有機物である AD 可溶有機物（ADOM）及び抽出液に含まれる窒素（AD 可溶性窒素=AD 可溶有機物に含まれる窒素+無機態窒素）の量を測定する。鶏ふん堆肥では、副資材を混合し堆肥化している場合以外は行う必要は無い。

AD 可溶有機物量 250mg/g（乾物）を基準値とし、250 未満の場合は緩効性窒素は無いものとして扱う。250 以上の場合、AD 可溶有機物量、AD 可溶性窒素量と無機態窒素量から、速効性窒素量、緩効性窒素量の推定を行なう。



速効性窒素①: 無機態窒素・AD可溶性窒素・AD可溶性有機物より推定
 緩効性窒素②: (AD可溶性窒素 x 0.5 - 2.5) - 速効性窒素

開発した簡易デタージェント分析は3つの大きな柱からなる

1. 酸性デタージェント溶液での抽出（必須）
2. AD 可溶有機物量の推定・測定（複数の手法あり）
3. AD 可溶窒素量の測定（AD 可溶有機物量が 250mg/g 以上と判断された場合のみ）

1. は必ず必要な操作である。簡易分析では、抽出液中の有機物、窒素を測定する。抽出液中のデタージェント試薬（臭化 n-ヘキサデシルトリメチルアンモニウム）は窒素を含む有機物なので、量が多いと測定に影響が出る。そのため、抽出液のデタージェント試薬濃度は、飼料分析の公定法での濃度の 5 分の 1 にする。マニュアル中では、この抽出液を 0.2AD 液と表記する。

3. は 2. の結果、AD 可溶有機物量が 乾物当たり 250mg/g 以上と判断された場合のみ必要になる。そのため、2. について難易度・精度の異なる 3 通りの手法を提示する。

- 1) 簡易水質分析器パックテスト COD(D)による簡易推定
- 2) COD 測定法をアレンジした過マンガン酸カリによる簡易測定
- 3) 抽出残さの乾燥重量、灰分量と粗灰分から計算する手法

1) は最も簡易でなので多数のサンプルを分析する場合に向いているが、精度はやや低い。比較的安価で、50 試料の測定ができるキットが 3700 円であるが、キットには使用期限（1 年）がある。抽出液の希釈に使う水の COD が 0 でないといけないため、脱塩水が使用できない場合があり、蒸留水を使うか、市販品のミネラルウォーターを購入する必要がある。

2) は使用する過マンガン酸カリウム溶液、シュウ酸ナトリウム溶液の使用期限が半年～1 年のため、分析点数・頻度が少ない場合、効率が悪い。複数の試薬（溶液）を一定量ずつ添加する必要があるた

め、ピペッターが無い場合実施が困難である。

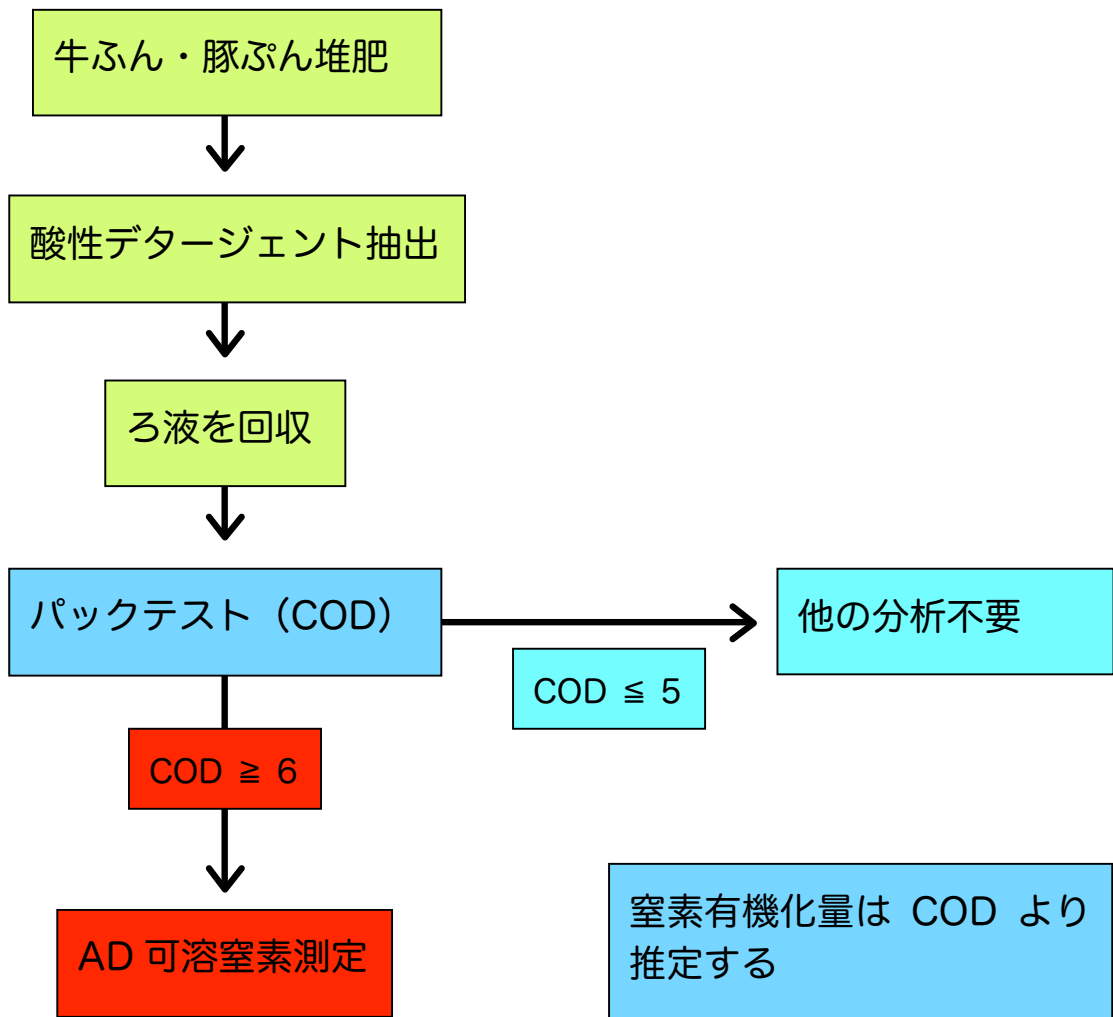
3) は使用する薬品が長期保存可能なリン酸緩衝液のみなので、点数が少ない場合は効率的である。ただし灰皿上での灰化が2回必要なため、手順がやや煩雑になる。

※密閉縦型堆肥化施設で製造された豚ふん堆肥の場合、分析に用いる試料の量を乾物で 0.75g 相当に減らし、3. の AD 可溶性窒素の測定は必ず行う。緩効性窒素量の推定には AD 可溶性有機物量から算出される窒素有機化量が必要である。そのため、AD 可溶性有機物量を 2)あるいは 3)の手法で測定するか、窒素有機化量として概算値の 6mg/g（乾物）を使う。

なお、AD 可溶性有機物、AD 可溶性窒素は近赤外分光法を用いて推定できる。その場合、AD 可溶性有機物・AD 可溶性窒素含量が既知の乾燥微粉碎試料 100 点以上を用いて検量線の作成・検定を行ない、その検量線を用いて未知試料の含量を推定する。検量線用の乾燥微粉碎試料の「貸し出し」体制等は現在検討中である（2009 年 10 月現在）。

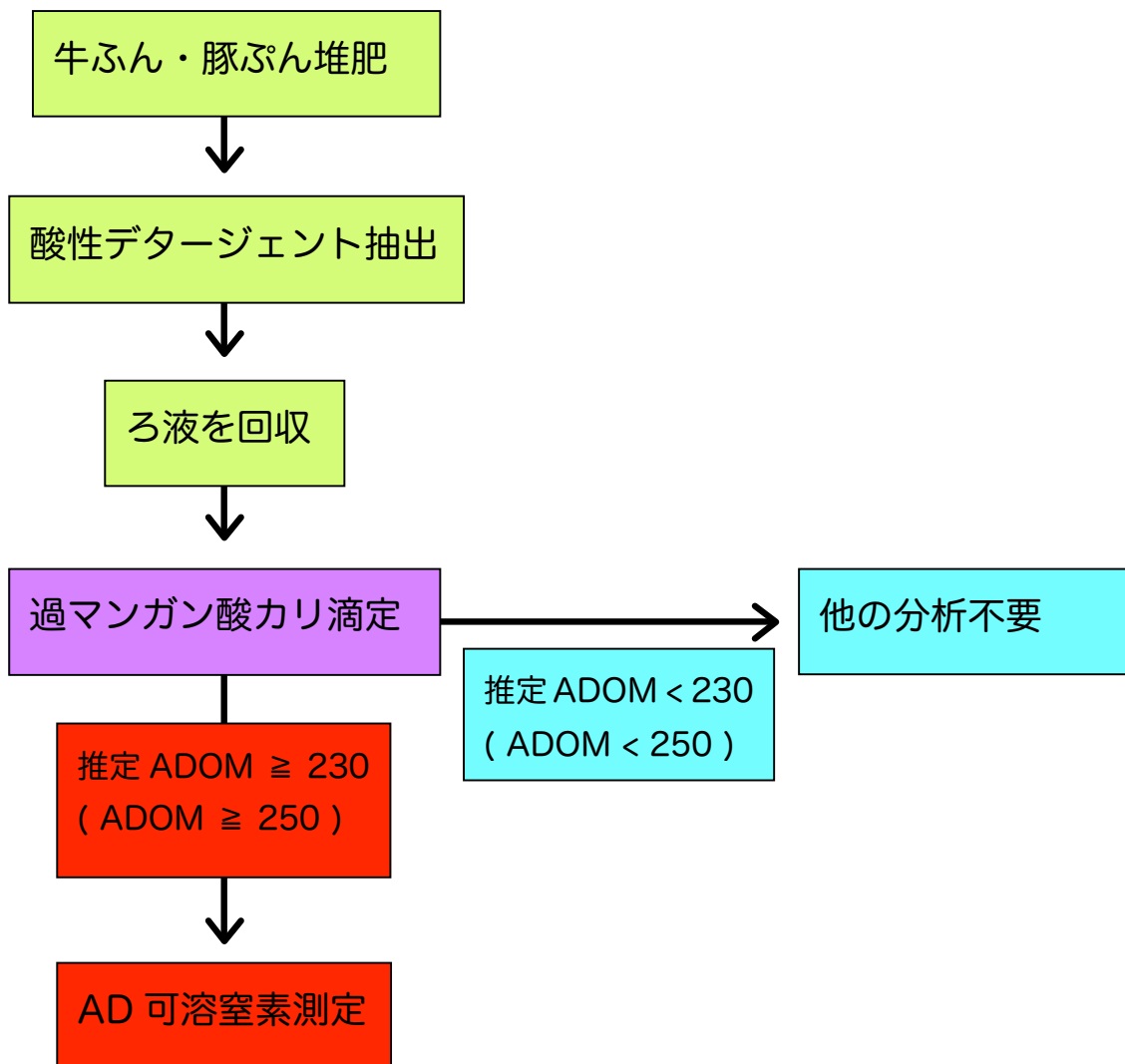
状況を考え、最も適当な手法を選択してもらいたい。以下にそれぞれの場合の手順のフローチャートを示す。

1) パックテストを行う場合



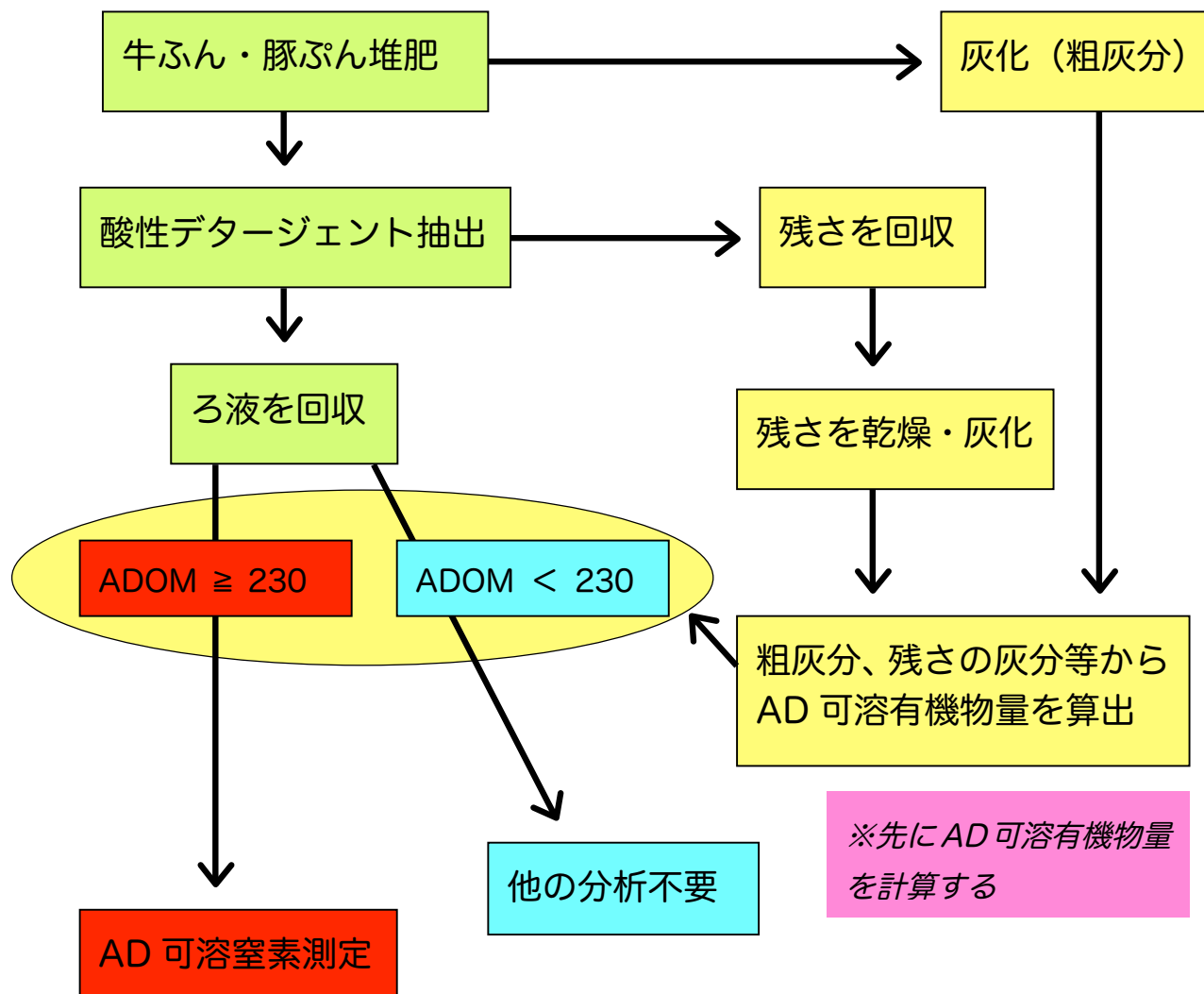
※より正確な AD 可溶有機物量を求めるため、過マンガン酸カリ滴定や灰分の測定を行ってもよい。

2) 過マンガン酸カリ滴定を行う場合



推定 ADOM は、過マンガン酸カリでの滴定値より算出した AD 可溶有機物の値。ややばらつきが大きいいため、AD 可溶窒素測定の基準値を幾分低めに設定してある。

3) 残さと灰分量からの計算する場合



※AD可溶有機物量はサンプル重量、粗灰分、残さの乾燥重量、灰化重量から差し引きで求める。ややばらつきが大きいいため、AD可溶窒素測定の基準値を幾分低めに設定してある。

(2) 0.2AD 液での抽出処理

堆肥中の AD 可溶有機物量および AD 可溶性窒素を測定するために、飼料分析用の酸性デタージェント溶液の 5 分の 1 の濃度の溶液（0.2AD 液）で圧力鍋を用いて加熱抽出する。

必要な試薬・器具

0.2AD 液

- ・濃硫酸[医薬用外劇物]（**代用可** 10%硫酸もしくは 0.5mol/L 硫酸）
- ・臭化 n-ヘキサデシルトリメチルアンモニウム（臭化セチルトリメチルアンモニウム）
- ・1L ビーカ（**代用可**ポリビーカ・オイルポット+秤）
- ・駒込ピペット



硫酸の濃度と価格は以下の通り（価格は販売元等により変わるので、あくまで一例と考えて下さい）。0.2AD 液は 1 試料当たり 150mL 使う。参考として 1 試料当たりの価格も載せておく。なお、濃硫酸を希釈する場合はガラス製の駒込ピペット等、耐薬品性の高い器具が必要であるが、10%硫酸の場合はプラスチック製のスポイト等で分取しても構わない。

	容量	価格(円)	分析点数	1試料当たりの価格(円)	備考
濃硫酸	500mL	800	120	7	医薬用外劇物
濃硫酸	6kg	3350	780	4	医薬用外劇物
10%硫酸	500mL	1200	7	171	
0.5mol/L 硫酸	500mL	850	3	280	

臭化 n-ヘキサデシルトリメチルアンモニウムは試薬メーカーにより純度が異なるので、できる限り同じメーカーの薬品を継続使用する。

試薬調整に使う水は、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を用いる。水道水を用いても測定値に大きな誤差は生じないと考えられるが、できれば使用しない。

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
○	○	○	△

0.2AD 液は、水 973g (970~975g) に濃硫酸 51 ± 0.5 g (約 28mL)、臭化 n-ヘキサデシルトリメチルアンモニウム 4.0 ± 0.1 g を加えて溶かし、調整する。濃硫酸は劇薬なので、手袋を必ず着用し、耐薬品性の高いガラス製の器具を使って加える。必ず水を先に取り、そこに濃硫酸を加える。また、臭化 n-ヘキサデシルトリメチルアンモニウムは微粉末が舞い上がり易いので、必要に応じマスク、眼鏡を着用する。

[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 10%硫酸もしくは 0.5 mol/L 硫酸を使う。10%硫酸を使う場合は、水 577g (575~580g) に 10%硫酸 500mL (533g) と臭化 n-ヘキサデシルトリメチルアンモニウム 4.4 ± 0.1 g を加える。0.5mol/L 硫酸を使う場合は、0.5mol/L 硫酸 500mL に臭化 n-ヘキサデシルトリメチルアンモニウム 2.0 ± 0.05 g を加える。

0.2AD 液は密栓すれば長期保存できる。蓋ができるガラスの容器、プラスチック製の薬品瓶等に入れて保存する（ペットボトル厳禁）。冷蔵すると臭化 n-ヘキサデシルトリメチルアンモニウムの結晶が析出するので、常温で保存する。冬期に温度が下がり結晶が析出した

場合は、お湯で温め溶かしてから使用する。

分析項目によっては、抽出に使った 0.2AD 液の測定値を抽出液の測定値から差し引き、試料の測定値を求める。そのため、一連の抽出には同じ 0.2AD 液を使い、その 0.2AD 液の測定値を差し引かないと、試料のみの値は分からない。保存してあった 0.2AD 液に継ぎ足して使う場合は、新たに調整した 0.2AD 液を加え混合してから使う。

- ・ジャム瓶（広口 225mL・径 80mm × 高さ 80mm 程度、内側の底に溝の無いもの）

- ・秤（0.01g 刻み）

- ・薬さじ（**代用可**カレースプーン）

- ・200mL メスシリンダー（**代用可**秤）



- ・ガスコンロ

- ・圧力鍋（直径 18~22cm）



- ・コーヒードリッパー（1~2 杯用）

- ・コーヒーフィルター（1~2 杯用）

- ・ビーカ（**代用可**紙コップ）

- ・ろ液保存用容器（蓋付き）



あった方がよい物品

- ・電子レンジ

- ・厚手のゴム手袋

- ・軍手



- ・ 薬包紙
- ・ 重曹（廃液中和用）

※灰化により AD 可溶有機物量を求める場合

AD 可溶有機物量を抽出残さの灰化により求める場合、上記に加え、以下の試薬、器具が必要となる。

リン酸緩衝液（0.5M、pH 6.5 程度）

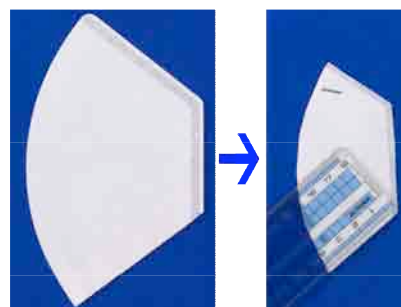
- ・ リン酸二水素ナトリウム・2水和物
- ・ リン酸水素二ナトリウム・12水和物
- ・ 保存用容器（蓋付き）



リン酸二水素ナトリウム・2水和物 3.9g とリン酸水素二ナトリウム・12水和物 9.0g を 100mL (g) の水に溶かして作成する（長期保存可）。1 試料に約 10mL 使う。調整には水道水を使ってもよい。

- ・ キッチンペーパー
- ・ バット

また、コーヒーフィルターは 4cm くらいのところで扇型に切っておく。縁も半分くらいに切って番号を書きしておく。



手順

AD 可溶有機物量を抽出残さの灰化により求める場合、事前に扇型に切ったコーヒーフィルターの乾燥重量（B）を測定しておく。乾燥は通風乾燥器がある場合は通風乾燥器で乾燥させる。無い場合は電子

レンジ（弱）で 10～20 秒程度加熱し乾燥させ、重量を測定する。一回の操作では完全に乾燥しないので、操作を数回繰り返し、重さが一定になった時の重量を乾燥重量とする。

抽出に使う試料は、均一になるように粉碎・混合した風乾物が望ましい。風乾していない堆肥を用いる場合は、できるだけ均一になるように混合しておく。いずれの場合も、乾物率から何グラムが乾物 1.5g に相当するかを計算し、その量を分取することが望ましい。ペレット堆肥は必ず粉碎する。

乾物率を測定していない場合、見た目の水分量から分取量を決める。

- ・ 水分 70%程度の堆肥: 4.6～5.4g
- ・ 水分 50%程度の堆肥: 2.7～3.3g
- ・ 水分 30%程度の堆肥: 2.1～2.3g
- ・ 水分 10%程度の風乾堆肥: 1.6～1.8g

なお、

http://www.chikusan-kankyo.jp/taihiss/taihi/S01/1_1_1_2b.htm

に、感触からの簡易水分推定方法が掲載されている。

正確にはかり取れない場合もあるため、上記範囲の量を分取し、分取量を記録する。なお、AD 可溶有機物量の推定・測定・算出には乾物率が必要なので、次のステップに進む前に必ず乾物率を測定する。

AD 可溶有機物量が多い密閉縦型方式で製造された牛ふん堆肥・豚ふん堆肥、副資材を加え堆肥化している鶏ふん堆肥では、乾物 1.5g 相当量では AD 可溶有機物全量が抽出されない。そのため、分取量を半分の乾物 0.75g 相当に減らす。乾物率を測定していない場合も、上記の分取量の半分の範囲内で分取する。

メスシリンダーを使う場合:

堆肥を秤量し (A) ジャム瓶に取る



メスシリンダーに 0.2AD 液を 150 ± 1 mL 取る



メスシリンダーから 0.2AD 液 50mL 程度をジャム瓶に入れ、軽く混和する

- ・堆肥が容器の壁面上部に付かないよう、軽く混ぜる
- ・カルシウム含量が高い場合発泡するので、発泡が治まってから次の操作をする



電子レンジ（弱）で加熱・脱気する（2回）

- ・電子レンジが無い場合はしなくても良い（注1）
- ・吹きこぼさないように注意する



メスシリンダーから残りの 0.2AD 液をジャム瓶に加える



蓋をしっかりと締めて圧力鍋に入れる



ジャム瓶の肩口くらいまで注水し、強火で加熱する



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、30分間加熱する（注2）

- ・密閉縦型方式で製造された牛ふん堆肥・豚ふん堆肥の場合、蒸気が出た直後、加熱10分後、20分後、30分後に圧力鍋を持ち上げ、廻すように振る（注3）



加熱終了後、10分程度放冷する



ジャム瓶を取り出し、10分程度放冷する

- ・室温になるまで放置しても構わない



コーヒーフィルターでろ過する

- ・AD可溶有機物量を灰化により求める場合は乾燥・秤量したフィルターを使う



ろ液 20mL 程度を保存用の蓋付き容器
に取る



不要な抽出液・ろ液は中和して下水に流す

・抽出液保存用の容器に 0.2AD 液
を 20mL 程度取っておく（注 4）

（注 1）乾燥試料では脱気が必要だが、乾燥していない試料では不要と考えられる。乾燥試料で脱気しなかった場合、抽出率が落ちる可能性がある。

（注 2）なかすを入れずにジャム瓶を鍋底に直接置くと、ごく稀にジャム瓶が割れることがある。その場合、一時的に蒸気が出なくなり、重りの動きが止まる。重りの動きが止まったら、それまでの加熱時間を確認してから火を消して冷やし、中を確認する。割れている場合、割れた瓶を取り出して鍋を洗い、新たに水を加えて割れていない試料を残り時間だけ加熱する。なお、鍋に入っていた水は酸性になっているので、手袋をして作業を行ない、重曹で中和してから流す。

（注 3）圧力鍋の取扱い説明書には、通常「危険なので加熱中は鍋を動かさない」と書かれている。鍋を振る場合は、重りを触ってちゃんと蒸気が逃げる状態になっていることを確認した上で、十分注意し、自己責任で行なう。

（注 4）過マンガン酸カリ滴定による AD 可溶有機物量の測定、AD 可溶性窒素の測定では、抽出に使った 0.2AD 液も分析し、試料の分析値から差し引く。そのため、抽出に使ったのと同じ 0.2AD 液が必要になる。

メスシリンダーを使わない場合:

メスシリンダーが無い場合は、秤を使って所定量の 0.2AD 液を加える。秤はジャム瓶 + 160g が秤量できるものを使う。

堆肥を秤量し（A）ジャム瓶に取る



ジャム瓶を秤に載せ、ゼロセットする



ジャム瓶に0.2AD液を50g程度加え、
軽く混和する

- ・堆肥が容器の壁面上部に付かないよう、軽く混ぜる
- ・カルシウム含量が高い場合発泡するので、発泡が治まってから次の操作をする



電子レンジ（弱）で加熱・脱気する（2回）



ジャム瓶を秤に載せ、 154 ± 1 gになるまで
0.2AD液を加える

- ・電子レンジが無い場合はしなくても良い（前項注1）
- ・吹きこぼさないように注意する



蓋をしっかりと締めて圧力鍋に入れる

- ・0.2AD液を追加する前にゼロセットしてはいけない

・これ以降の手順はメスシリンダーを使う場合と同じ

※灰化によりAD可溶有機物量を求める場合

AD可溶有機物量を抽出残さの灰化により求める場合、引き続き、以下の操作を行う。この操作の目的は残さを全て回収することである。誤って残さを流してしまわないように注意する。

残さを全てフィルター上に回収するようにろ過する



- ・保存用容器に分取した後のろ液は不要なので、薄まることを気にする必要はない

残さをリン酸緩衝液 5mL 程度で中和する（2回）



残さを水で洗浄する



残さの乗ったフィルターをキッチン
ペーパー上に移し水を吸わせる



「1-(2) 水分（乾物率）」の方法で残さの乾燥重量を測定する（C）



「1-(3) 粗灰分の測定の方法」で残さの灰分重量を測定する（D）

・中和・洗浄が不十分だと、乾燥時にフィルターが焦げ、正確な重量や番号が分からなくなる



・水道水で洗浄しても良いが、その場合乾燥前にキッチンペーパーにできるだけ水を吸わせる

・ろ液は不要なので中和して下水に流す

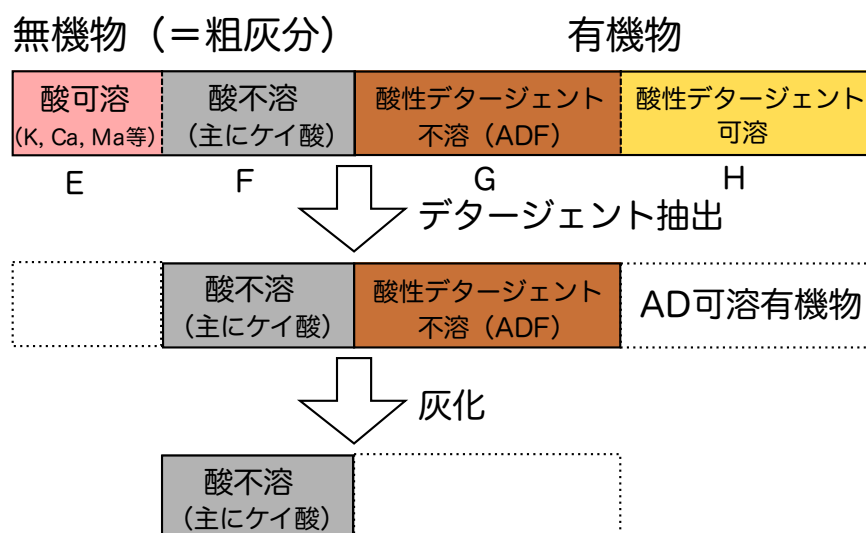
AD 可溶有機物量は次の式で推定する。粗灰分の測定値が必要である。

$$\begin{aligned} & \text{AD 可溶有機物量 (mg/g} \cdot \text{乾物)} \\ & = 1000 - (C - B - D) \times 1000 \div (A \times \text{乾物率}(\%) \div 100) \\ & \quad - \text{粗灰分 (g/kg} \cdot \text{乾物)} \end{aligned}$$

A: 試料重量 (g) B: ろ紙の乾燥重量 (g) C: 残さ乾燥重量 (g)

D: 残さの灰の重量 (g)

※灰化により AD 可溶有機物量を求める計算方法の詳細



- ・粗灰分 = E + F (g/kg=mg/g・乾物)
- ・デタージェント抽出残さ = F + G (mg/g・乾物)
- ・デタージェント抽出残さ灰分 = F (mg/g・乾物)
- ・総重量 = E + F + G + H = 1000 (mg/g・乾物)

ADF = G = デタージェント抽出残さ (F + G) - デタージェント抽出残さ灰分 (F)

AD 可溶有機物 (mg/g・乾物) = H = (E + F + G + H) - G - (E + F)
 = 総重量 - ADF - 粗灰分
 = 1000 - ADF - 粗灰分

実際の測定値:

- ・試料重量 A (g)
- ・ろ紙の乾燥重量 B (g)
- ・デタージェント抽出残さの乾燥重量 C (g)
- ・デタージェント抽出残さの灰の重量 D (g)
- ・乾物率 (%)
- ・粗灰分 (乾物 1g あたりの mg; 乾物%表記の場合はその値 x 10)

試料 Ag 中の ADF = C - B - D (g)

$$\begin{aligned} \rightarrow \text{試料 1g 中の ADF} &= (C - B - D) \div A \text{ (g)} \\ &= (C - B - D) \times 1000 \div A \text{ (mg)} \end{aligned}$$

乾物率を使い、乾物試料 1g 中の ADF (mg) を計算する

$$\begin{aligned} \text{ADF (mg/g・乾物)} &= \{(C - B - D) \times 1000 \div A\} \div \text{乾物率} \times 100 \\ &= (C - B - D) \times 1000 \div (A \times \text{乾物率} \div 100) \end{aligned}$$

上記の式に当てはめると

$$\begin{aligned} \text{AD 可溶有機物 (mg/g・乾物)} &= 1000 - \text{ADF} - \text{粗灰分} \\ &= 1000 - (C - B - D) \times 1000 \div (A \times \text{乾物率} \div 100) - \text{粗灰分} \end{aligned}$$

(3) AD 可溶有機物量の簡易推定

(パックテスト)

緩効性窒素量を推定する上で、AD 可溶有機物量 250mg/g（乾物）を境に、AD 可溶窒素を測定するかどうかを判断する。従って、AD 可溶有機物量の推定はとりわけ簡易・迅速にできることが望ましい。AD 可溶有機物は比較的分解し易い有機物である。河川等の水の「汚れ」具合の指標である COD（化学的酸素要求量）は、そのような分解し易い有機物を測定しているため、その方法を利用できる。分析には簡易水質分析器パックテストの COD(D)（低濃度用）を用いる。

密閉縦型方式で製造された豚ふん堆肥では、AD 可溶有機物量が乾物あたり 250mg/g 以下の測定例は無いので、パックテストによる AD 可溶有機物量の確認はせずに、AD 可溶有機物、AD 可溶窒素の測定を行う。精度は低いが、AD 可溶有機物の測定を省略して緩効性窒素を推定することもできる。その場合、計算に必要な窒素有機化量は、一律、乾物あたり 6mg/g とする。

必要な試薬・器具

- ・パックテスト COD(D)
（0, 2, 4, 6, 8 以上(mg/l) の測定用）
- ・秤



- ・100mL ビーカ（**代用可**紙コップ）
- ・ピペッター（容量 200~1000 μ L）
（**代用可**駒込ピペット等）



- ・ガラス棒（**代用可**マドラー等）



- ・ストップウォッチ



パックテスト COD(D)の測定レンジに合わせるためには、抽出液を希釈する必要がある。希釈倍率は乾物試料 1.5g から抽出した抽出液では 750 倍であるが、量が違う場合、希釈倍率を変えて調節する。そのため、パックテストを行なう前に必ず乾物率を測定する。

$$\text{希釈倍率} = 750 \times \text{試料重量} \times \text{乾物率} (\%) \div 100 \div 1.5$$

また、パックテストの測定では、チューブ中の空気を押し出して溶液に浸し、液を吸い上げる。そのため、広口の容器の上部に液面が来ることが望ましい。そういった点を考慮して、希釈前に下のような表を作っておくと良い（容量 200mL 程度の容器の場合）。

No.	現物重 (g)	乾物率 (%)	希釈倍率	抽出液 0.10mL に加える水の量 (mL)	抽出液の量 (mL)	抽出液の 重量 (g) ¹⁾	水+抽出液の 重量 (g)
	(抽出に 使った堆肥 の重量)		$750 \times \text{現物重} \times \text{乾物率} \div 100 \div 1.5$	希釈倍率 $\times 0.1$		抽出液の量 $\times 1.03$	希釈倍率 \times 抽出液の量
1	1.50	100	750	75	0.20	0.21	150
2	1.62	95.6	774	77	0.20	0.21	155
3	2.06	68.7	708	71	0.20	0.21	142
4	3.15	51.2	806	81	0.20	0.21	161

1) 希釈倍率は容量 (mL) で算出する。希釈は秤を使って行なうため、抽出液の比重 (1.03) から分取する抽出液の重量を計算する。

希釈に使う水は、可能なら蒸留水を使う。蒸留水が入手困難な場合は、市販品のミネラルウォーターを使う。いずれの場合も COD をパックテストで測定し、0 であることを確認してから使う。脱塩水も COD が 0 ならば使用可能だが、水温が高くなる夏季の脱塩水は 0 でない場合が多いため、使用は避けた方がよい。また、水道水は使わない。



脱塩水	蒸留水	市販品のペットボトル 入りミネラルウォーター	水道水
△ ¹⁾	○ ¹⁾	○ ¹⁾	×

1) パックテストで COD が 0 であることを確認してから使う。

手順

通常測定

測定待ち時間は温度によって異なるので、あらかじめ室温を確認しておく。

希釈に使う水の COD が 0 であることを
パックテストで確認する



広口の容器を秤に載せ、ゼロセットする



抽出液を所定の重量（表の抽出液の重量） $\pm 0.01\text{g}$ 入れる



水を所定の重量（表の水+抽出液の重量） $\pm 1\text{g}$ になるまで入れる

・途中でゼロセットしてはいけない



ガラス棒等でよく攪拌する



・希釈液は保存できないので、測定直前に希釈する



チューブ先端のラインを引き抜く



・測定待ち時間や詳しい手法はパックテストの説明書を参照すること



ラインの抜けた穴を上にして指でチューブをつぶし、空気を抜く



希釈液にチューブの穴のある側を浸す



チューブをつぶす力を緩める



・メーカーの想定している液量は 1.5mL

希釈液が吸い込まれる
同時にストップウォッチをスタートさせる



軽く5～6回振り混ぜ、静置する



測定待ち時間の途中、1回振り混ぜる



時間が来たらパックテスト付属の標準色と比較しCODの値を求める



- ・測定待ち時間は4～6分間(温度で変わる)。パックテストの説明書を参照すること

- ・標準色の中間の色の場合、中間の値を測定値とする
- ・時間を過ぎた後も色は変化するので、測定時間は厳守する
- ・チューブを少し浮かせると比較しやすい

・チューブはポリエチレン製である。地域の処分方法に準じて処分する。

CODが5以下の場合、AD可溶有機物量は乾物あたり250mg/g未満なので、緩効性窒素量は無視できる。従って、AD可溶性窒素の測定は不要である。

CODが6以上の場合、AD可溶有機物量は乾物あたり250mg/g以上なので、AD可溶性窒素を測定して緩効性窒素量を算出する。

また、速効性窒素量の推定のために、AD可溶有機物量を測定することが望ましい。行なわない場合は、右の表の窒素有機化量を使って速効性窒素量を推定する。

CODの値	窒素有機化量
5以下	なし
6, 7	3
8以上	5
(密閉縦型豚ふん堆肥)	6

この簡易測定方法は、希釈倍率が高く、チューブに入る液量が正確でなく、また色の判別が難しい。このように測定誤差の要因が多いため、希釈・測定は2連で行なうことが望まし

い。反復間の差が 2 以上の場合、希釈からやり直して再度測定し、その値と最初の 2 連のうちで近い方の値の平均を取る。また、

- ・ パックテストの使用期限はきちんと守る
- ・ 数日中に使用する場合以外は、同梱の保存袋で保存しない
- ・ 日光が差し込む窓辺では行なわない
- ・ できれば、室温が 15～25℃の部屋で行なう
- ・ 振り混ぜる時に、チューブの穴を指で塞がない
- ・ 器具は希釈に使っている水で洗う

といった点にも注意する。

連続測定

測定待ち時間は 4～6 分間なので、ストップウォッチを準備して連続的に測定を行うと効率的である。通常、希釈液の吸い上げには 30 秒あれば十分である。測定待ち時間は温度によって異なるので、あらかじめ温度を確認し、一度に測定できる点数を把握しておく。

一度に測定する全ての抽出液を
広口の容器で所定の倍率に希釈し、
ガラス棒等でよく攪拌しておく

・希釈は通常測定に準じて行なう
・希釈液は保存できないので、測定直前に希釈する

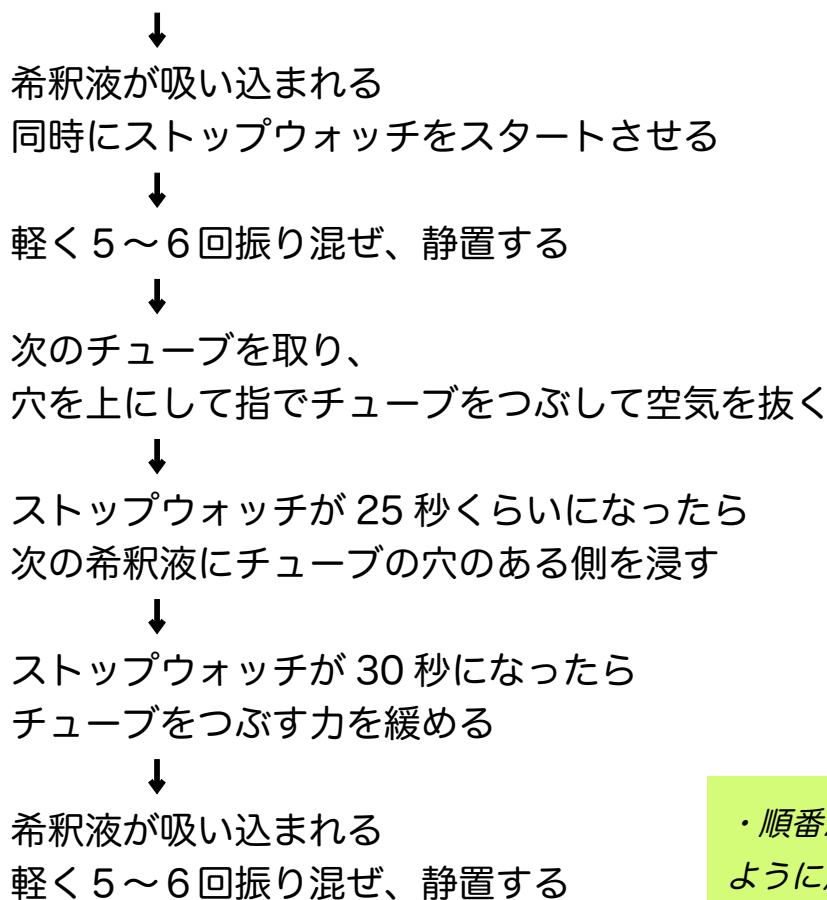
↓
一度に測定する全てのチューブの先端のラインを引き抜く

↓
最初のチューブを取り、
穴を上にして指でチューブをつぶして空気を抜く

↓
最初の希釈液にチューブの穴のある側を浸す

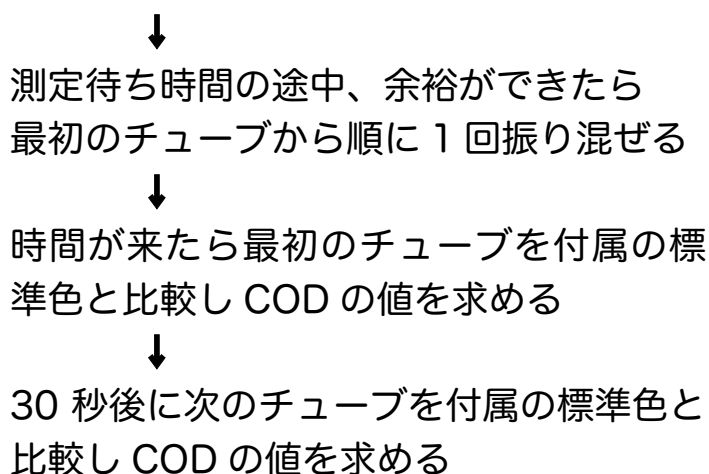
↓
チューブをつぶす力を緩める

・メーカーの想定している
液量は 1.5mL



・順番が分からなくならない
ように注意して並べる

・30秒ごとのこの操作を一度に測定する最後のサンプルまで行う



・標準色の中間の色の場合、中間の値を測定値とする

・時間を過ぎた後も色は変化するので、測定時間は厳守する

・チューブを少し浮かせると比較しやすい

・30秒ごとに比較する必要があるため、迅速に判断する

・30秒ごとのこの操作を一度に測定する最後のサンプルまで行う

(4) AD 可溶有機物量の簡易測定

(過マンガン酸カリ滴定)

AD 可溶有機物は比較的分解し易い有機物なので、COD（化学的酸素要求量）の測定と同様な手法で測定可能である。そこで、COD 測定に用いられている酸性過マンガン酸カリウム法を改変した手法で測定する。

必要な試薬・器具

・濃硫酸[**医薬用外劇物**]、市販品の 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液

（**代用可**市販品の 10%硫酸、市販品の 0.04mol/L 過マンガン酸カリウム溶液）



滴定値は反応液中の硫酸濃度、過マンガン酸カリウム濃度により大きな影響を受ける。従って、この手法では濃度等のアレンジは厳禁である。硫酸は濃硫酸を希釈した約 18.8%硫酸か、市販品の 10%硫酸を使用する。それぞれで使用する過マンガン酸カリウム溶液の濃度が異なるので、注意が必要である。

濃硫酸を使う場合、脱塩水 100±1g に濃硫酸 24.47g (24.45～24.50g) を加えて約 18.8%硫酸を調整する。劇薬なので必ず手袋を着用し、耐薬品性の高いガラス製の器具を使って加える。**必ず脱塩水を先に取り、そこに濃硫酸を加える。**濃硫酸を加えると熱くなるので、冷めるのを待ってから試料に加える。熱で水分が蒸発して濃度がやや変わるが、気になる場合は放冷前後の重量から蒸発した水分量を計算して加える。

希釈に使う水は、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を用いる。水道水を用いても測定値に大きな誤差は生じないと考えられるが、できれば使用しない。

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
○	○	○	△

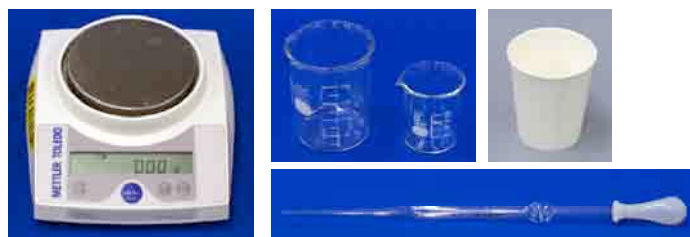
- ・ グルコース
- ・ 1L ビーカ
（代用可ポリビーカ・オイルポット）
- ・ 秤（2kg 程度まで測定できるもの）



滴定値は、硫酸濃度、加熱時間等によりずれてしまうことがある。そのため、できればグルコースを脱塩水に溶かして標準液を作成し、滴定値を補正する。なお、補正しなかった場合、誤差を考慮して推定 AD 可溶有機物量 200mg/g（乾物）以上の試料について AD 可溶窒素の測定を行う。従って、測定が必要な試料の点数が多くなる。

グルコース 0.30g を脱塩水 1000±1g に溶かし、0.3g/L グルコース溶液を作成する。これを 0.2AD 液と共に希釈して標準液とする。調整に使う水は、18.8%硫酸の調整に準ずる。

- ・ 秤
- ・ ビーカ（代用可紙コップ）
- ・ 駒込ピペット

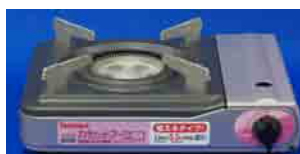


- ・ピペッター（容量 200～1000 μL ）**[推奨]**
（**代用可**駒込ピペット等+秤）

- ・ガラス製試験管
（5～10mL 程度、透明）
- ・試験管立て



- ・ガスコンロ
- ・鍋



- ・タイマー
- ・洗い桶



- ・市販品の 0.05mol/L シュウ酸ナトリウム溶液
- ・市販品の 0.005mol/L 過マンガン酸カリウム溶液



- ・パスツールピペット
（**代用可**駒込ピペット等）



滴定は過マンガン酸カリウム溶液を一滴ずつ加える必要がある。駒込ピペット等を使う場合は、きちんと一滴ずつ加えることができ、一滴の量があまり多くないもの（口が小さいもの）を選ぶ。



過マンガン酸カリウム溶液は2種類必要である。状況に応じ、より高濃度の溶液を希釈使用しても良い。ただし希釈は正確に行うこと。固体の試薬を溶かして作成することも可能だが、正確に作製する手順は煩雑なので勧めない（作製方法はCODの測定手法を記した実験書を参照すること。粉末の試薬からのシュウ酸ナトリウム溶液の調整も同様）。なお、市販品の過マンガン酸カリウム溶液の使用期限は半年、シュウ酸ナトリウム溶液の使用期限は1年である。

あった方がよい物品

- ・ 厚手のゴム手袋
- ・ 軍手
- ・ 温度計
- ・ 白紙（A4 サイズ程度）
- ・ 重曹（廃液中和用）



手順

希釈

0.2AD 液自体も過マンガン酸カリウムと反応するため、抽出に使った 0.2AD 液も抽出液と同様に滴定する。滴定に先だって抽出液を希釈するが、0.2AD 液も同様に希釈する。同時に 0.3g/L グルコース溶液を希釈し、グルコース標準液を調整する。希釈倍率は、18.8%硫酸を使う場合は 20 倍、10%硫酸を使う場合は 10 倍である。

希釈に使う水は 18.8%硫酸の調整に準ずる。なお、水道水を使う場合は、一度に測定する試料全てを同じ時に取った水道水で希釈する。

分取する 0.2AD 液、抽出液の量が少なく、粘性が高いので、希釈は秤で重量を見ながら行なう。

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 1.03 ± 0.01 g 分取する



秤をゼロセットする



希釈用の水を 18.95～19.05g 加える

・ 10%硫酸の場合は希釈用の水 8.95～9.05g を加える

↓
ガラス棒等でよく攪拌する

同様に、グルコース標準液を調整する。グルコース標準液には、0.2AD 液を加える。

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

↓
0.2AD 液を 1.03 ± 0.01 g 分取する

↓
秤をゼロセットする

↓
0.3g/L グルコース溶液を 8.95~9.05g 加える

↓
希釈用の水を 9.95~10.05g 加える

↓
ガラス棒等でよく攪拌する

・10%硫酸の場合は希釈用の水を加えない

なお、ここで調整したグルコース標準液は、常温で3ヶ月程度保存可能である。ただし、水道水を使って希釈した場合は水道水の成分が変わる可能性があるため、使い廻さない。

反応・滴定

このように調整した希釈液を、硫酸、過マンガン酸カリウム溶液と混合し、反応液とする。反応液の調整は、分取回数が多いため、ピペッターの使用を推奨する。

18.8%硫酸を使う場合:

- ・ 20 倍希釈抽出液 $1.0 \pm 0.01 \text{ mL (g)}$
- ・ 18.8%硫酸 $1.0 \pm 0.01 \text{ mL (1.14 \pm 0.01 g)}$
- ・ 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 $1.0 \pm 0.01 \text{ mL (g)}$

10%硫酸をを使う場合:

- ・ 10 倍希釈抽出液 $0.5 \pm 0.01 \text{ mL (g)}$
- ・ 10%硫酸 $2.0 \pm 0.02 \text{ mL (2.14 \pm 0.02 g)}$
- ・ 0.04mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 $0.5 \pm 0.01 \text{ mL (g)}$

なお、滴定結果がばらつく場合があるので、2 連 (0.2AD 液は 3 連) で測定する。

試験管に希釈抽出液、希釈 0.2AD 液、グルコース標準液を分取する



試験管に硫酸を加え、振り混ぜる



鍋をコンロにかけ、水を沸騰させておく



試験管に過マンガン酸カリウム溶液を加え、振り混ぜる



沸騰水中に試験管を試験管立てごと入れ
8 分間加熱する



洗い桶に冷水を入れておく



8 分後に試験管立てを取り出し、冷水に浸す
コンロの火を消す (湯は捨てない)



試験管が十分冷えたら、試験管立てを冷水から取り出す



・湯は試験の液面より少し
上くらいまでで十分

・過マンガン酸カリウム溶
液を加えたら、できるだけ
速やかに湯浴する

・熱いので軍手の上に厚手
のゴム手袋をして試験管
立ての出し入れを行う

・冷水は捨ててよい

試験管に 0.05mol/L シュウ酸ナトリウム溶液
0.85±0.02mL (g) を加え、振り混ぜる



全ての試験管に溶液を入れ終わっ
たら、試験管立てごと鍋 (湯温 70
~85°C) に入れる

・湯の温度を確認し、90°Cを超えて
いたら 85°Cくらいになるまで待つ
か、水を加えて冷ます



試験管中の沈殿物等が溶けて透明に
なるまで待つ

・溶けにくい試料では試験管を
取り出して振り混ぜる



試験管を一本取り出して水滴を拭く



秤の上にビーカを載せ、そこに
試験管を置いてゼロセットする

・ビーカは試験管を置くため。試験管
が倒れなければ他の容器でも良い



試験管を手に持ち、パスツールピペット
等で0.005mol/L 過マンガン酸カリウム
溶液を一滴ずつ入れて振る

・過マンガン酸カリウムの色は
すぐに消えて透明になる



過マンガン酸カリウムの色が消えにくくなっ
たら、様子を見ながら少しずつ入れて振る

・白紙を背景にすると着
色が分かり易い



過マンガン酸カリウムの色が消えずに、溶液が薄いピ
ンク色に着色したら滴定終了



試験管を秤の上のビーカに載せ、滴定に使った過マンガン酸カリウムの重量を測定し記録する

・試験管を載せる前にゼロセットしてはいけない



次の試験管を取り出して水滴を拭く



秤の上のビーカに試験管を置いてゼロセットする

・湯の温度を確認し、60℃を切ったら1～2分程度コンロに火をつけて加熱する。温度が80℃を越えないように気をつける。

・同様の滴定操作を最後のサンプルまで行う

・滴定後の溶液は、マンガン含量が300mg/L程度であり、水質汚濁防止法の排出基準10mg/Lを上回る。重金属廃液として、業者に処分を委託する。

使っている試薬により変わるが、0.2AD液の滴定値は0.3～0.4g、グルコース標準液の滴定値は1.0～1.1g、抽出液の滴定値はその間に入ることが多い。

換算

滴定値（g）は平均を取り下の数式でAD可溶有機物量に換算する。なお、「5. 分析値の利用方法」では表計算ソフトを使い計算する。

グルコース標準液による補正を行う場合:

推定AD可溶有機物量（mg/g・乾物）

$$= 1.226 \times ((\text{抽出液滴定値} - \text{ブランク滴定値}) \div 0.05) \\ \times ((150 \div (\text{試料重量 (g)} \times \text{乾物率 (\%)} \div 100)) \div (1000 \times$$

(グルコーススタンダード滴定値 - ブランク滴定値) ÷ 135))

$$= 496.53 \times ((\text{抽出液滴定値} - \text{ブランク滴定値}) \\ \div (\text{グルコース標準液滴定値} - \text{ブランク滴定値})) \\ \div (\text{試料重量 (g)} \times \text{乾物率 (\%)} \div 100)$$

この値が 230 以上の場合、AD 可溶性窒素の測定を行う。

補正を行わない場合:

推定 AD 可溶性有機物量 (mg/g・乾物)

$$= 0.26 \times ((\text{抽出液滴定値} - \text{ブランク滴定値}) \div 0.05) \times 150 \\ \div (\text{試料重量 (g)} \times \text{乾物率 (\%)} \div 100)$$

$$= 780 \times ((\text{抽出液滴定値} - \text{ブランク滴定値}) \\ \div (\text{試料重量 (g)} \times \text{乾物率 (\%)} \div 100)$$

この値が 200 以上の場合、AD 可溶性窒素の測定を行う。

※AD 可溶性窒素測定の基準値の設定について

AD 可溶性窒素測定の基準値は AD 可溶性有機物量 250mg/g (乾物) であるが、測定誤差が大きい手法の推定値では 250 より低くしている。

正しい AD 可溶性有機物量が 250mg/g (乾物) 以下なのに推定値が 250 以上になった場合、AD 可溶性窒素を測定して緩効性窒素を計算しても、無視して良いくらいの数値になる。

しかし、逆の場合、AD 可溶性窒素を測定しないので、本来考慮しなければいけない緩効性窒素をないものとして扱ってしまう。その危険性を少しでも減らすために、基準値を低く設定している。

(5) AD 可溶窒素の測定

AD 可溶窒素は、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



ガラス棒等でよく攪拌する

・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。

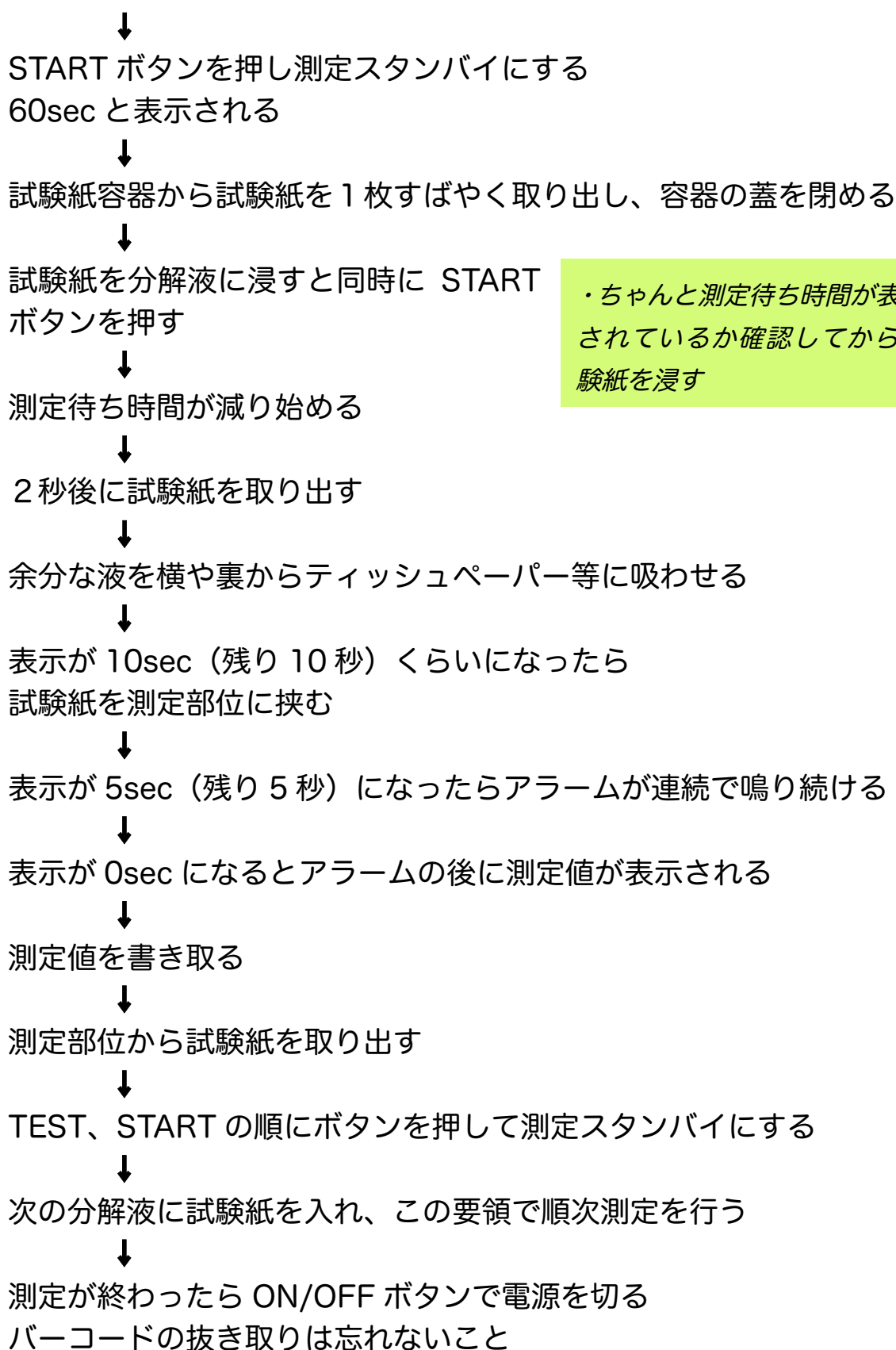
通常測定

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



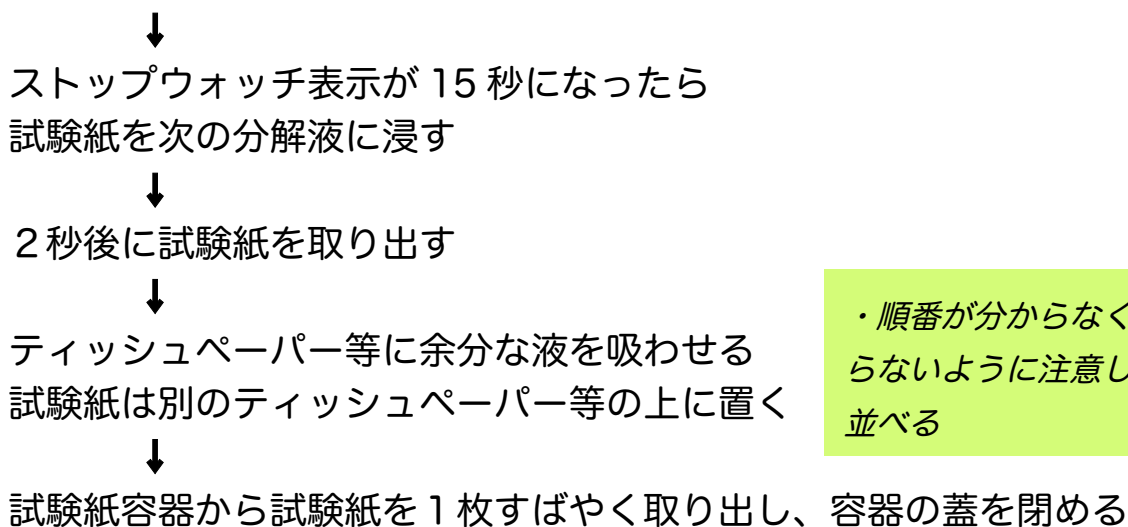
2 秒後に試験紙を取り出す



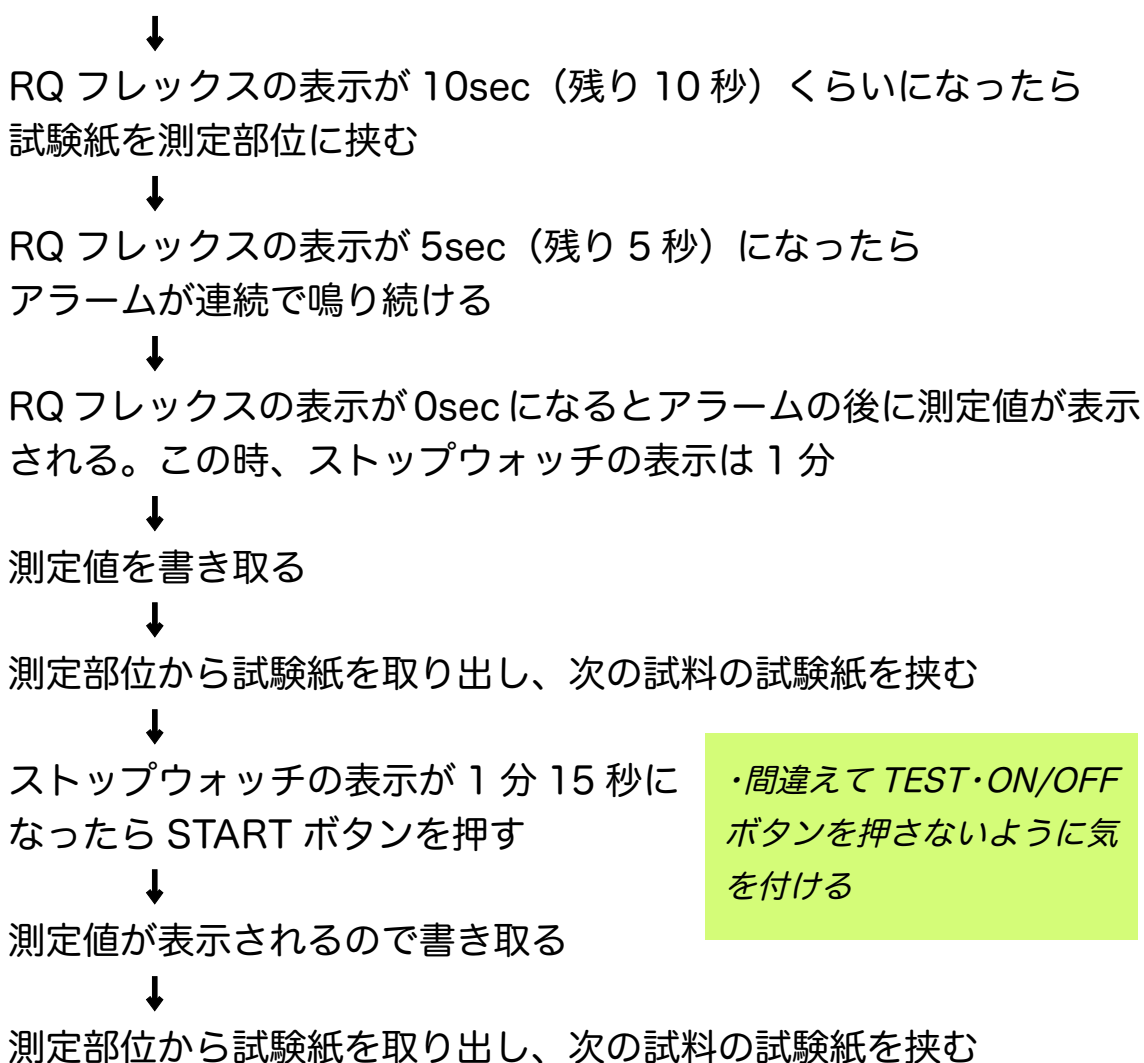
ティッシュペーパー等に余分な液を吸わせる
試験紙は別のティッシュペーパー等の上に置く



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

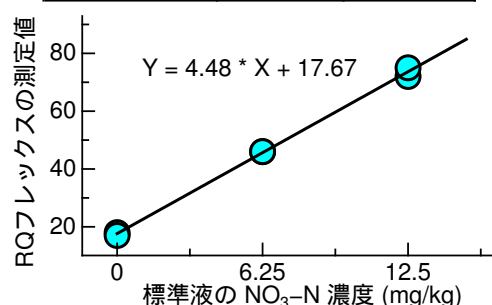
・15秒ごとのこの操作を最後の試料（最大4点・45+60秒＝1分45秒）まで行う

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)

(6) 近赤外分光法による AD 可溶有機物・AD 可溶性窒素の推定

近赤外分光法により、AD 可溶有機物・AD 可溶性窒素が推定可能であると報告されている¹⁾。この手法では、一度検量線を作成してしまえば、その後は数分で推定が可能である。

家畜の粗飼料の分析のために装置が導入されている場合があるので、有効活用すれば大幅な省力化、迅速化が可能である。使用手順はそれぞれの機器で異なるため、ここでは概略のみを記す。

1) Fujiwara, T., Murakami, K., Tanahashi, T., Oyanagi, W. 2009.

Applicability of near infrared spectroscopy as an alternative to acid detergent analysis for cattle and swine manure compost.

Soil Science Plant Nutrition. 55. 170-178

必要な器具

- ・ 近赤外分析装置
- ・ 検量線作成・検定用微粉碎試料（100 点以上）

近赤外分光法で推定するためには、AD 可溶有機物・AD 可溶性窒素が既知の乾燥微粉碎試料を用いた検量線の作成が必要である。



近赤外分析装置

FossNIRSystems6500

信頼性の高い検量線を得るためには、少なくとも作成用に 60 点程度、検定用に 40 点程度の試料が必要である。なお、分析に必要な分量は機種により異なるが、上記の機種では 50mL 程度である。

手順

検量線の作成（最初のみ）

装置の操作方法等は機種ごとに異なるため、ここでは手順の大まかな流れのみを記す。

検量線作成用の乾燥微粉碎試料を準備する



近赤外分析装置でスペクトルデータを採取する



スペクトルデータを二次微分する



AD 可溶有機物・AD 可溶性窒素の分析値とスペクトルデータの二次微分値から、検量線を作成する

・通常、スペクトルデータの二次微分、分析値からの検量線作成は装置付属のソフトウェアで行なう



検量線検定用の乾燥微粉碎試料のスペクトルデータを採取する

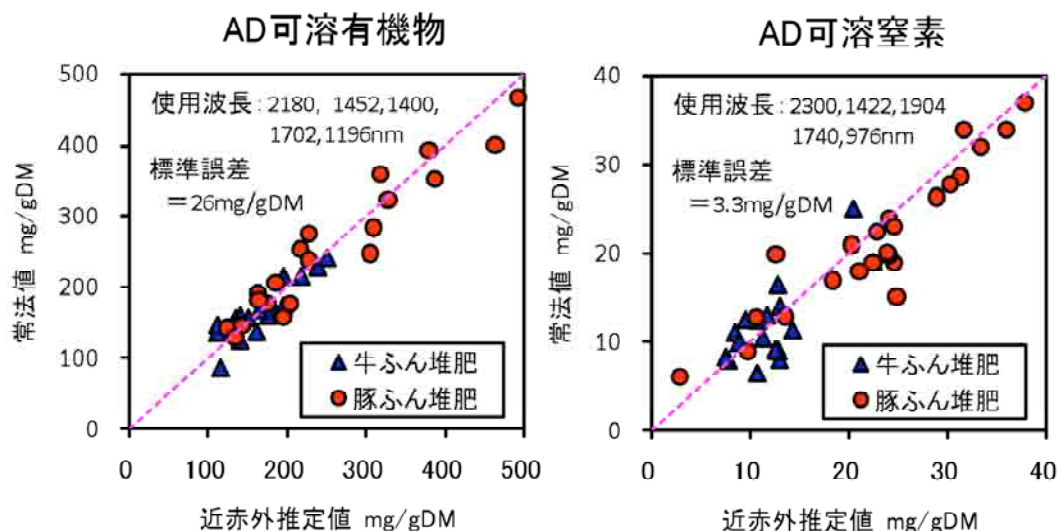


スペクトルデータと検量線からAD 可溶有機物・AD 可溶性窒素を推定する



分析値と推定値から、検量線の推定精度を検定する

・精度が不十分な場合、使用する波長や波長数を変えて再度検量線を作成し、精度を検定する。十分な精度になるまで、この作業を繰り返す



検量線の検定例

試料の分析（ルーチンワーク）

未知試料を乾燥（注1）・微粉碎（注2）する



乾燥微粉碎試料のスペクトルデータを採取する



スペクトルデータと検量線から、付属ソフトウェアでAD可溶有機物・AD可溶窒素を推定する

（注1）多少のアンモニア態窒素の揮散はAD可溶窒素にはほとんど影響しないので、凍結乾燥でなくてもよい。風乾あるいは薄く広げて通風乾燥器で30℃・一晩乾燥させればよい。

（注2）0.5mm以下が望ましい