

硝酸性窒素
紫外部吸光光度法の分析法と妥当性の確認試験の結果
<JFFIA 4-NN>

【分析法】**1. 概要**

この分析法は硝酸性窒素(N-N)を10～17%(質量分率)程度含有する硝酸塩肥料に適用する。この分析法の識別記番号はJFFIA 4-NN。

分析試料に水を加えて抽出し、その抽出液の紫外部吸収を測定して分析試料中の硝酸性窒素の量を求める。

肥料分析法(1992)に記載されている紫外部吸光光度法と同法であるが、分析対象は亜硝酸を含まない硝酸塩類のみとする。

2. 装置・器具

- 1) 分光光度計：JIS K 0115 に規定する分光光度計。

3. 試薬等

- 1) 水：水道水を水精製装置で精製したJIS K 0557 に規定するA3の水を用いる。
- 2) 硝酸塩標準液(N-N 10 mg/mL) (注1)：JIS K 8562 に規定する特級硝酸ナトリウム(純度99.0%(質量分率)以上)を110℃で1時間以上加熱し、デシケーター中で冷却したもの30.34gを水で溶かし、全量フラスコ500 mLに移し入れ、標線まで水を加える。

(注1) 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

4. 試料溶液の調製

- 1) 分析試料2.5gを1mgの桁まではかりとり、全量フラスコ250 mLに入れる。
- 2) 水約200 mLを加え完全に溶かしてから標線まで水を加える。
- 3) ろ紙3種でろ過し、試料溶液とする(注2)。

(注2) 有機物を含む場合は少量の活性炭(0.2g程度)を加えてろ過し試料溶液とする。

5. 測定

測定は、JIS K 0115 および次のとおり行う。なお、具体的な測定操作は、測定に使用する分光光度計の操作方法による。

(5.1) 分光光度計の測定条件

分析波長：302 nm

(5.2) 検量線の作成

- 1) 硝酸塩標準液(N-N 10 mg/mL)の5 mL～10 mLを全量フラスコ50 mLに段階的にとり、標線まで水を加えたものを検量線用標準液とする。
- 2) 硝酸塩標準液を入れない検量線用空試験液を対照として、検量線用標準液の波長302 nmの吸光度を測定する。
- 3) 検量線用標準液の硝酸性窒素濃度と吸光度との検量線を作成する。

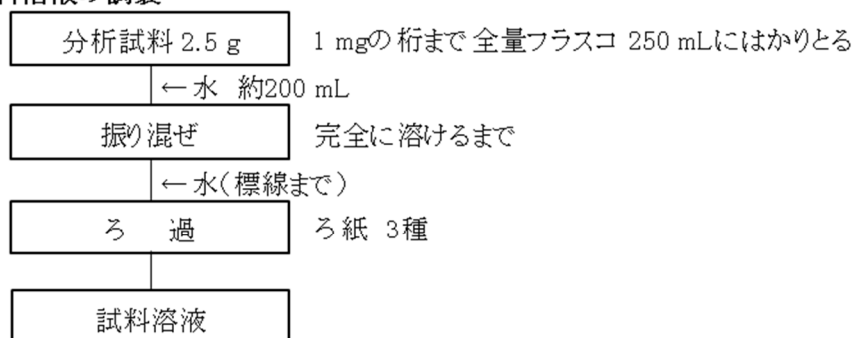
(5.3) 試料の測定

- 1) (5.2) 2)と同様の操作を行って吸光度を測定する。
- 2) 検量線から硝酸性窒素量を求め、分析試料中の硝酸性窒素の量(N-N)を算出する。

6. 参考文献

農林水産省農業環境技術研究所 1992. 肥料分析法 1992 年版, p.19-21. 日本肥糧検定協会
 越野正義 1988. 第二改訂詳解肥料分析法, p.50-52. 養賢堂

試料溶液の調製



測定



図1 分析法のフローシート

【妥当性の確認試験の結果】

1. 適用範囲

本分析法の適用範囲は表 1 のとおりである。妥当性の確認試験は、肥料等試験法(2019)別添 試験法の妥当性確認の手順によって行った。

表 1 適用範囲

成分名	適用試料	濃度範囲 (%) ¹⁾	妥当性を確認した試験室	試験方法
硝酸性窒素	亜硝酸を含まない硝酸塩肥料	10~17 程度 (N-N)	当協会本部	紫外外部吸光光度法

1) 質量分率

2. 選択性

試料溶液に亜硝酸が含まれていると吸光度に対して正の誤差要因となるため、この方法は適用しない。

3. 検量線

検量線用標準液で調製した 8 点および検量線用空試験液から吸光度を求めて検量線を作成した。

その結果、硝酸性窒素(N-N)は 1.0~1.7 mg/mL の範囲で直線性が確認でき、高い決定係数 (r^2) が得られた。

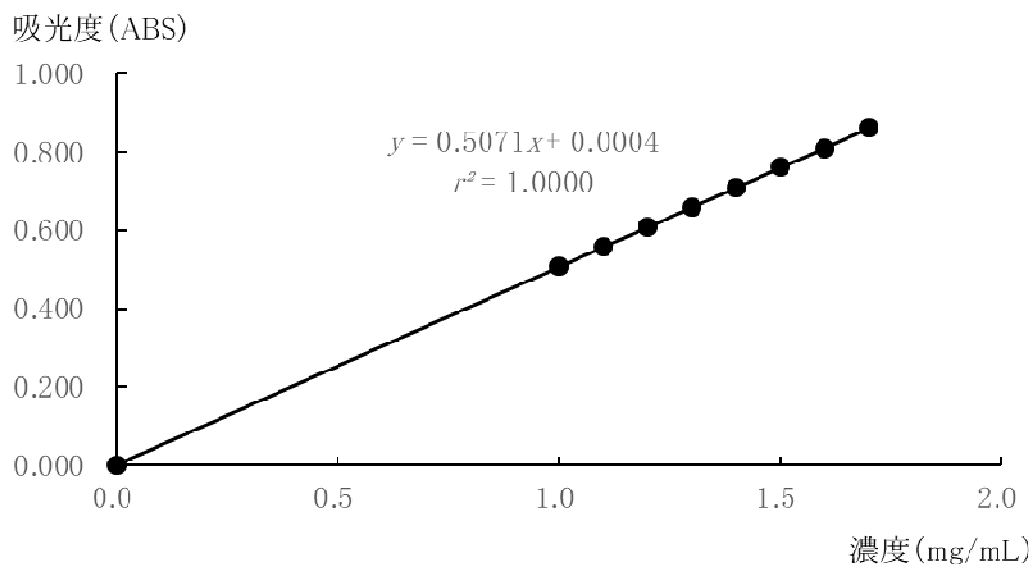


図 2 硝酸性窒素 (N-N) の検量線の結果

4. 真度

本分析法で対象とした異なる 4 濃度の硝酸塩肥料を用いて、それぞれ 3 点併行で試験を実施し、得られた測定値の平均値を用いて回収率を求めた。

その結果、回収率は 99.2~101.9 % であり、肥料等試験法 (2019) に示される各濃度レベルの回収率の目標をすべて満たした。

表 2 添加回収試験成績

成分名	試料	設計値 ¹⁾ (%) ⁴⁾	平均値 ²⁾ (%) ⁴⁾	回収率 ²⁾ (%)	RSD ³⁾ (%)	真度の 目標(%)
硝酸性窒素	硝酸石灰・4水塩	11.86	11.81	99.6	0.09	97~103
	硝酸加里	13.85	13.74	99.2	0.06	97~103
	硝酸石灰・2水塩	14.00	14.27	101.9	0.04	97~103
	硝酸ソーダ	16.48	16.39	99.5	0.02	97~103

- 1) 化学式から計算で求めた含有率
- 2) 3回併行の平均値
- 3) 相対標準偏差
- 4) 質量分率

5. 精度

併行精度および中間精度を確認するために、硝酸塩肥料 3 点を用いて、2 点併行で日を変えて 6 回の分析を行った。

分析結果を基に一元配置分散分析を行って得られた併行精度(併行相対標準偏差)および中間精度(中間相対標準偏差)は、肥料等試験法(2019)に示される目安以内であった。

表 3 日を変えての中間精度の評価の結果

成分名	試料	平均値 ¹⁾ (%) ⁸⁾	併行精度			中間精度		
			S_r ²⁾ (%) ⁸⁾	RSD_r ³⁾ (%)	$CRSD_r$ ⁴⁾ (%)	$S_{I(T)}$ ⁵⁾ (%) ⁸⁾	$RSD_{I(T)}$ ⁶⁾ (%)	$CRSD_{I(T)}$ ⁷⁾ (%)
硝酸性窒素	硝酸石灰・4水塩	11.81	0.01	0.1	1.5	0.01	0.1	2.5
	硝酸石灰・2水塩	14.23	0.01	0.1	1.5	0.01	0.1	2.5
	硝酸ソーダ	16.40	0.01	0.1	1.5	0.01	0.1	2.5

- 1) n=12(2点併行×試験6回)
- 2) 併行標準偏差
- 3) 併行相対標準偏差
- 4) 併行相対標準偏差の目安
- 5) 中間標準偏差
- 6) 中間相対標準偏差
- 7) 中間相対標準偏差の目安
- 8) 質量分率

6. 頑健性

試料液中に含まれるわずかな水溶性有機物は、活性炭を入れて処理することで着色を除去できた。

7. 結果の公表

本分析法ならびに妥当性の確認試験の結果の一部は、下記に公表されている。

肥料中の硝酸性窒素、マンガン、亜硝酸、ビウレット性窒素の吸光光度法における分析の妥当性の確認について

篠村 善徳, 村手 祐子, 関根 健太郎, 澤 詩織, 引地 典雄, 今川 俊明
 日本土壤肥料学会岡山大会講演要旨集 (2020)

以上