4.1.2 アンモニア性窒素

4.1.2.a 蒸留法

(1) 概要

この試験法はアンモニウム塩を含む肥料に適用する。ただし、加熱により分解する石灰窒素等の化合物を含む肥料には適用できない場合がある。この試験法の分類はType Bであり、その記号は4.1.2.a-2026又はA-N.a-3とする。

試料溶液の調製方法は以下の方法があるが、前段の方法から推奨する。(1)分析試料を塩酸(1+23)で抽出した試料溶液に、更に酸化マグネシウム又は水酸化ナトリウム溶液を加えて溶液をアルカリ性にして水蒸気蒸留する。(2)分析試料又は懸濁液を蒸留フラスコにとり、以下(1)と同様に操作する。分離したアンモニアを 0.25 mol/L 硫酸で捕集し、余剰の硫酸を 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で(中和)滴定し、分析試料中のアンモニア性窒素(A-N)を求める。又は、分離したアンモニアをほう酸溶液で捕集し、アンモニウムイオンを 0.25 mol/L 硫酸で(中和)滴定し、分析試料中のアンモニア性窒素(A-N)を求める。なお、この試験法の性能は**備考 8**～**備考 14** に示す。

(2) 試薬 試薬は、次による。

a) 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液(1): 水約 30 mL をポリエチレン瓶にとり、冷却しながら JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウム約 35 g を少量ずつ加えて溶かし、密栓して 4 日間～5 日間放置する。その上澄み液 5.5 mL～11 mL を共栓保存容器にとり、水 1000 mL を加える。

標定: JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質のアミド硫酸をデシケーター中に 2 kPa 以下で約 48 時間放置して乾燥した後、約 2.5 g をひょう量皿にとり、その質量を 0.1 mg の桁まで測定する。少量の水で溶かし、250 mL 全量フラスコに移し入れ、標線まで水を加える(1)。この液一定量を 200 mL～300 mL 三角フラスコにとり、指示薬としてブロモチモールブルー溶液(0.1 g/100 mL)数滴を加え、0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で溶液の色が緑色になるまで滴定する。次の式によって 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクターを算出する。

0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター(f_1)

$= (W_1 \times A \times 0.01/97.10) \times (V_1/V_2) \times (1000/V_3) \times (1/C_1)$

W_1: 採取したアミド硫酸の質量(g)

A: アミド硫酸の純度(%(質量分率))

V_1: 分取したアミド硫酸溶液の容量(mL)

V_2: アミド硫酸溶液の定容量(250 mL)

V_3: 滴定に要した 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の容量(mL)

C_1: 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の設定濃度(mol/L)

b) 酸化マグネシウム: JIS K 8432 に規定する特級又は同等の品質の試薬。

c) 硫酸: JIS K 8951 に規定する特級又は同等の品質の試薬。

d) 塩酸: JIS K 8180 に規定する特級又は同等の品質の試薬。

e) 0.25 mol/L 硫酸(1): 硫酸約 14 mL を予め水 100 mL を入れたビーカーに加えて良くかき混ぜ、水で 1000 mL とする。

標定: 0.25 mol/L 硫酸一定量(2)を 200 mL～300 mL 三角フラスコにとり、メチルレッドーメチレンブルー混合溶液数滴を加え、0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で溶液の色が灰緑色(3)になるまで滴定する。次の式(1)によって 0.25 mol/L 硫酸 1 mL に相当する 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の容量を算出する。又は、次の式(2)によって 0.25 mol/L 硫酸のファクターを算出する。

0.25 mol/L 硫酸 1 mL に相当する 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の容量(B)

$= V_4/V_5$ ····· (1)

0.25 mol/L 硫酸のファクター(f_2)

$= (f_1 \times C_1 \times V_4/V_5)/(C_2 \times 2)$ ····· (2)

V_4: 滴定に要した 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の容量(mL)

V_5: 標定に供した 0.25 mol/L 硫酸の容量(mL)

C_1: 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の設定濃度(mol/L)

C_2: 0.25 mol/L 硫酸の設定濃度(0.25 mol/L)

f) ほう酸溶液(40 g/L): JIS K 8863 に規定するほう酸 40 g を水に溶かして 1000 mL とする。

g) 水酸化ナトリウム溶液(200 g/L～500 g/L)(1): JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウム 100 g～250 g を水に溶かして 500 mL とする。

h) ブロモチモールブルー溶液(0.1 g/100 mL): JIS K 8842 に規定するブロモチモールブルー0.1 g を JIS K 8102 に規定するエタノール(95)20 mL で溶かし、水で 100 mL とする。

i) メチルレッド溶液(0.1 g/100 mL): JIS K 8896 に規定するメチルレッド 0.1 g を JIS K 8102 に規定するエタノール(95)100 mL に溶かす。

j) メチレンブルー溶液(0.1 g/100 mL): JIS K 8897 に規定するメチレンブルー0.1 g を JIS K 8102 に規定するエタノール(95)100 mL に溶かす。

k) メチルレッドーメチレンブルー混合溶液: メチルレッド溶液(0.1 g/100 mL)2 容量に対し、メチレンブルー溶液(0.1 g/100 mL)1 容量を加える。

l) ブロムクレゾールグリーン溶液(0.5 g/100 mL): JIS K 8840 に規定するブロムクレゾールグリーン 0.5 g を JIS K 8102 に規定するエタノール(95)100 mL に溶かす。

m) メチルレッドーブロムクレゾールグリーン混合溶液: メチルレッド溶液(0.1 g/100 mL)に同量のブロムクレゾールグリーン溶液(0.5 g/100 mL)を加える。

注(1) 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

(2) 5 mL～10 mL

(3) 青紫色から暗青色を経て灰緑色になった時を終点とする。

備考 1. (**2**)**a**)の 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に換えて、ISO/IEC 17025 対応の 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液又は 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を用いることもできる。

備考 2. (**2**)**e**)の 0.25 mol/L 硫酸に換えて、ISO/IEC 17025 対応の 0.25 mol/L 硫酸を用いることもできる。

(**3**) **器具及び装置** 器具及び装置は、次のとおりとする。

a) **抽出機器**: **次の上下転倒式回転振り混ぜ機又は垂直往復振り混ぜ機**

aa) **上下転倒式回転振り混ぜ機**: 250 mL 全量フラスコを毎分 30 回転～40 回転で上下転倒して回転できるもの。

ab) **垂直往復振り混ぜ機**: フラスコ用アダプターを用いて 250 mL 全量フラスコを毎分 300 往復(振幅 40 mm) で垂直往復振り混ぜできるもの。

b) **水蒸気蒸留装置**

c) **蒸留フラスコ**: 水蒸気蒸留装置に連結できるケルダールフラスコ又は丸底フラスコ

(**4**) **試験操作**

(**4.1**) **試料溶液の調製** 試料溶液の調製は、次のとおり行う。

(**4.1.1**) **上下転倒式回転振り混ぜ機を用いて抽出操作を行う場合**

a) 分析試料 2.5 g を 1 mg の桁まではかりとり、250 mL 全量フラスコに入れる。

b) 塩酸(1+23)約 150 mL を加え、毎分 30 回転～40 回転で 30 分間振り混ぜる。

c) 標線まで水を加えて試料溶液とする。

(**4.1.2**) **垂直往復振り混ぜ機を用いて抽出操作を行う場合**

a) 分析試料 2.5 g を 1 mg の桁まではかりとり、250 mL 全量フラスコに入れる。

b) 塩酸(1+23)約 150 mL を加え、毎分 300 往復(振幅 40 mm)で 30 分間振り混ぜる。

c) 標線まで水を加えて試料溶液とする。

(**4.1.3**) **水を加える場合**[(4)]

a) 分析試料 0.25 g～2 g[(6)] (N として 20 mg～100 mg 相当量)を 1 mg の桁まではかりとり、300 mL～500 mL 蒸留フラスコに入れる。

b) 水約 25 mL を加え、試料溶液とする。

注(**4**) 一部の有機物を含まない複合肥料において、(**4.1.3**)及び**備考 3** により試料溶液を調製した場合の測定値が、**4.1.2.b** ホルムアルデヒド法で測定した値に対して低くなることが報告されている。そのような問題がない場合は(**4.1.3**)を用いてよい。

(**5**) 家庭園芸用肥料などで窒素含有量が低い場合は、分析試料の採取量を 5 g とする。

備考 3. 尿酸アンモニウム、腐植酸アンモニア等を含む場合又はりん酸塩、アンモニウム及びマグネシウムが同一肥料に混在する肥料以外の場合は、**4.2.4.a** の(**4.1.1.1**)**a**)～**c**)、**4.2.4.a** の(**4.1.1.2**)**a**)～**c**)又は **4.2.4.a** の(**4.1.2**)**a**)～**c**)の操作を実施し、懸濁液の一定量(N として 20 mg～100 mg 相当量)を 300 mL～500 mL 蒸留フラスコにとり、試料溶液とすることができる。

(**4.2**) **蒸留** 蒸留は、次のとおり行う。具体的な蒸留操作は、測定に使用する水蒸気蒸留装置の操作方法による。

a) 0.25 mol/L 硫酸の一定量[(6)]を受器[(7)]にとり、メチルレッドーメチレンブルー混合溶液数滴を加え、この受器を水蒸気蒸留装置に連結する。又は、ほう酸溶液(40 g/L)の一定量[(6)]を受器[(7)]にとり、メチルレッドーブロム

クレゾールグリーン混合溶液数滴を加え、この受器を水蒸気蒸留装置に連結する。

b） （**4.1.1**）又は（**4.1.2**）で調製した試料溶液の一定量（N として 20 mg～100 mg 相当量）を 300 mL 蒸留フラスコにとり、酸化マグネシウム 5 g 以上[8]を加え[9]この蒸留フラスコを水蒸気蒸留装置に速やかに連結する。若しくは、（**4.1.3**）で調製した試料溶液の入った蒸留フラスコに酸化マグネシウム 2 g 以上[8]を加え[9]、この蒸留フラスコを水蒸気蒸留装置に速やかに連結する。

c） 水蒸気を蒸留フラスコに送り、蒸留フラスコ内の溶液を加熱し、留出速度 5 mL/min～7 mL/min で蒸留を行う。

d） 120 mL～160 mL が留出したら蒸留を止める。

e） 受器内の溶液と接した水蒸気蒸留装置の部分を少量の水で洗い、洗液を留出液と合わせる。

注（**6**） 5 mL～20 mL

（**7**） 受器は水蒸気蒸留装置の留出液の出口を 0.25 mol/L 硫酸又はほう酸溶液（40 g/L）に浸せる 200 mL～300 mL 三角フラスコ又はビーカーを用いる。

（**8**） 溶液を強アルカリ性にするために十分な量。

（**9**） 発泡を防ぐため、必要に応じて少量のシリコーン油（2 mL～3 mL）を加える。

備考 4. 試料中に有機物又は尿素を含まない場合は酸化マグネシウムの代わりに水酸化ナトリウム溶液（200 g/L～500 g/L）適量[8]を加えてもよい。

備考 5. 蒸留初期にアンモニアが急速に流出することから、酸化マグネシウム又は水酸化ナトリウムを加えた蒸留フラスコは、速やかに水蒸気蒸留装置に連結してアンモニアの損失に注意すること。

（**4.3**） **測定** 測定は、次のとおり行う。

（**4.3.1**） （**4.2**）で 0.25 mol/L 硫酸を用いた場合

（**4.3.1.1**） （**4.1.1**）又は（**4.1.2**）により試料溶液を調製した場合

a） 留出液を 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で溶液の色が灰緑色[4]になるまで滴定する。

b） 次の式によって分析試料中のアンモニア性窒素（A-N）を算出する。

分析試料中のアンモニア性窒素（A-N）（%（質量分率））

$= (B \times V_8 - V_9) \times C_1 \times f_1 \times (250/V_{10}) \times (14.01/W_3) \times (100/1000)$

$= (B \times V_8 - V_9) \times C_1 \times f_1 \times (250/V_{10}) \times (1.401/W_3)$

B： 0.25 mol/L 硫酸 1 mL に相当する 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の容量

V_8： （4.2）a）において受器にとった 0.25 mol/L 硫酸の容量（mL）

V_9： 滴定に要した水酸化ナトリウム溶液の容量（mL）

C_1： 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の設定濃度（mol/L）

f_1： 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター

V_{10}： （**4.2**）**b**）において蒸留に供した試料溶液の分取量（mL）

W_3： 分析試料の質量（g）

（**4.3.1.2**） （**4.1.3**）により試料溶液を調製した場合

a） 留出液を 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で溶液の色が灰緑色[3]になるまで滴定する。

b） 次の式によって分析試料中のアンモニア性窒素（A-N）を算出する。

分析試料中のアンモニア性窒素（A-N）（%（質量分率））

$= (B \times V_6 - V_7) \times C_1 \times f_1 \times (14.01/W_2) \times (100/1000)$

$= (B \times V_6 - V_7) \times C_1 \times f_1 \times (1.401/W_2)$

B： 0.25 mol/L 硫酸 1 mL に相当する 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の容量

V_6： （**4.2**）**a**）において受器にとった 0.25 mol/L 硫酸の容量（mL）

V_7： 滴定に要した 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の容量（mL）

C_1： 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の設定濃度（mol/L）

f_1： 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター

W_2： 分析試料の質量（g）

（**4.3.2**） （**4.2**）でほう酸溶液（40 g/L）を用いた場合

（**4.3.2.1**） （**4.1.1**）又は（**4.1.2**）により試料溶液を調製した場合

a） 留出液を 0.25 mol/L 硫酸で溶液の色がうすい紅色[10]になるまで滴定する。

b） 次の式によって分析試料中のアンモニア性窒素（A-N）を算出する。

分析試料中のアンモニア性窒素（A-N）（%（質量分率））

$= V_{12} \times C_2 \times 2 \times f_2 \times (250/V_{13}) \times (14.01/W_5) \times (100/1000)$

$= V_{12} \times C_2 \times f_2 \times (250/V_{13}) \times (2.802/W_5)$

V_{12}： 滴定に要した 0.25 mol/L 硫酸の容量（mL）

C_2： 0.25 mol/L 硫酸の設定濃度（0.25 mol/L）

f_2： 0.25 mol/L 硫酸のファクター

V_{13}： （**4.2**）**b**）において蒸留に供した試料溶液の分取量（mL）

W_5： 分析試料の質量（g）

（**4.3.2.2**） （**4.1.3**）により試料溶液を調製した場合

a） 留出液を 0.25 mol/L 硫酸で溶液の色がうすい紅色[11]になるまで滴定する。

b） 次の式によって分析試料中のアンモニア性窒素（A-N）を算出する。

分析試料中のアンモニア性窒素（A-N）（%（質量分率））

$= V_{11} \times C_2 \times 2 \times f_2 \times (14.01/W_4) \times (100/1000)$

$= V_{11} \times C_2 \times f_2 \times (2.802/W_4)$

V_{11}： 滴定に要した 0.25 mol/L 硫酸の容量（mL）

C_2： 0.25 mol/L 硫酸の設定濃度（0.25 mol/L）

f_2： 0.25 mol/L 硫酸のファクター

W_4: 分析試料の質量(g)

注(10) 緑色からうすい紅色になった時を終点とする。

備考 6. 酸化マグネシウムを用いることにより、抽出液中に炭酸塩に由来する二酸化炭素のために終点が見にくい場合は、蒸留終了後抽出液を 1 分間～2 分間煮沸し、冷却した後滴定するとよい。

備考 7. 自動滴定装置を用いて(**2**)**a**)**標定**、(**2**)**e**)**標定**及び(**4.3**)の滴定操作を実施することができる。滴定プログラム及び終点判定パラメーターの設定並びに受器等の容器は、使用する自動滴定装置の仕様及び操作方法による。

備考 8. 抽出操作(**4.1.3**)における真度の評価のため、調製試料(汚泥肥料を含まない固形肥料)を用いて回収試験を実施した結果、アンモニア性窒素(A-N)として 10 %(質量分率)～21 %(質量分率)及び 1 %(質量分率)の含有量レベルでの平均回収率はそれぞれ 100.2 %～100.8 %及び 102.5 %であった。

備考 9. 抽出操作(**4.1.1**)及び抽出操作(**4.1.2**)における真度の評価のため、汚泥肥料を含まない固形肥料及び液状肥料(22 点)を用いて、上下転倒式回転振り混ぜ機を用いた抽出操作(**4.1.1**)による測定値(y_i: 0.27 %(質量分率)～21.34 %(質量分率))及び抽出操作(**4.1.3**)による測定値(x_i)を比較した結果、回帰式は $y=0.188+0.990x$ であり、その相関係数(r)は 0.998 であった。また、汚泥肥料を含まない固形肥料(13 点)を用いて、測定値(y_i)と **4.1.2.b** ホルムアルデヒド法による測定値(x_i)を比較した結果、回帰式は $y=-0.255+1.041x$ であり、その相関係数(r)は 0.999 であった。同じく、汚泥肥料を含まない固形肥料及び液状肥料(22 点)を用いて、垂直往復振り混ぜ機を用いて抽出操作(**4.1.2**)による測定値(y_i: 0.25 %(質量分率)～21.44 %(質量分率))及び抽出操作(**4.1.3**)による測定値(x_i)を比較した結果、回帰式は $y=0.193+0.990x$ であり、その相関係数(r)は 0.999 であった。また、汚泥肥料を含まない固形肥料(13 点)を用いて、測定値(y_i)と **4.1.2.b** ホルムアルデヒド法による測定値(x_i)を比較した結果、回帰式は $y=-0.220+1.039x$ であり、その相関係数(r)は 0.998 であった。

備考 10. 真度の評価のため、調製試料(汚泥肥料を含む固形肥料)を用いて回収試験を実施した結果、アンモニア性窒素(A-N)として 1 %(質量分率)～10 %(質量分率)の含有量レベルでの平均回収率はそれぞれ 98.7 %～99.6 %であった。

備考 11. 抽出操作(**4.1.3**)における精度の評価のため、試験法の妥当性確認のために実施した共同試験の分析結果及び解析結果を表 1 に示す。さらに、肥料認証標準物質値付けのための共同試験の結果(蒸留法の報告値に限る)について 3 段枝分かれ分散分析を用いて解析し、併行精度、中間精度及び室間再現精度を算出した結果を表 2 に示す。

備考 12. 抽出操作(**4.1.1**)及び抽出操作(**4.1.2**)における精度の評価のため、硫酸アンモニア、副産植物質肥料、化成肥料、りん酸マグネシウムアンモニウム、混合堆肥複合肥料、副産複合肥料及び汚泥発酵肥料を用いた日を変えての分析結果について、一元配置分散分析により解析し、併行精度及び中間精度を推定した結果を表 3 に示す。また、試験法の妥当性確認のための共同試験の分析結果及び解析結果を表 4 に示す。

備考 13. 精度評価のため、調製試料(汚泥肥料を含む固形肥料)(2 点)を用いた日を変えての分析結果について、一元配置分散分析を用いて解析し、併行精度及び中間精度を算出した結果を表 5 に示す。

備考 14. 抽出操作(**4.1.1**)における定量下限は、固形肥料で 0.07 %(質量分率)、汚泥肥料を含む固形肥料で 0.08 %(質量分率)及び液状肥料で 0.003 %(質量分率)程度であり、抽出操作(**4.1.2**)における定量下限は、固形肥料で 0.03 %(質量分率)及び液状肥料で 0.005 %(質量分率)程度であり、抽出操作(**4.1.3**)

における定量下限は、固形肥料で 0.1 %(質量分率)及び液状肥料で 0.01 %(質量分率)程度と推定された。

表1　アンモニア性窒素試験法の妥当性確認のための共同試験成績の解析結果

試料名	試験室数[1]	平均値[2] (%)[3]	s_r[4] (%)[3]	RSD_r[5] (%)	s_R[6] (%)[3]	RSD_R[7] (%)
塩化アンモニア	12(0)	25.20	0.18	0.7	0.33	1.3
硫酸アンモニア	10(2)	21.03	0.04	0.2	0.16	0.7
化成肥料1	11(1)	5.55	0.05	1.0	0.09	1.7
化成肥料2	12(0)	4.14	0.10	2.4	0.13	3.2
化成肥料3	11(1)	1.94	0.04	2.2	0.05	2.3

1) 有効試験室数(外れ値を報告した試験室数)
2) 平均値(n=有効試験室数×試料数(2))
3) 質量分率
4) 併行標準偏差
5) 併行相対標準偏差
6) 室間再現標準偏差
7) 室間再現相対標準偏差

表2　肥料認証標準物質のアンモニア性窒素値付けのための共同試験成績の解析結果

肥料認証標準物質の名称	試験室数[1]	平均値[2] (%)[3]	s_r[4] (%)[3]	RSD_r[5] (%)	$s_{I(T)}$[6] (%)[3]	$RSD_{I(T)}$[7] (%)	s_R[8] (%)[3]	RSD_R[9] (%)
FAMIC-B-10	11(0)	8.38	0.09	1.0	0.11	1.3	0.15	1.8
FAMIC-B-14	15(1)	8.06	0.03	0.4	0.05	0.6	0.07	0.9

1) 有効試験室数(外れ値を報告した試験室数)
2) 平均値 (n=有効試験室数×試験日数(2)×併行試験数(3))
3) 質量分率
4) 併行標準偏差
5) 併行相対標準偏差
6) 中間標準偏差
7) 中間相対標準偏差
8) 室間再現標準偏差
9) 室間再現相対標準偏差

表3　アンモニア性窒素の日を変えた試験成績の解析結果

抽出操作	試料名	日数[1] T	平均値[2] (%)[3]	併行精度 s_r[4] (%)[3]	併行精度 RSD_r[5] (%)	中間精度 $s_{I(T)}$[6] (%)[3]	中間精度 $RSD_{I(T)}$[7] (%)
上下転倒式回転振り混ぜ機	硫酸アンモニア	5	20.52	0.39	1.9	0.39	1.9
	化成肥料	5	8.85	0.05	0.5	0.06	0.7
	副産植物質肥料	5	0.53	0.01	1.4	0.02	4.3
垂直往復振とう機	硫酸アンモニア	5	20.79	0.15	0.7	0.15	0.7
	化成肥料	5	8.70	0.29	3.3	0.29	3.3
	副産植物質肥料	5	0.53	0.02	3.4	0.04	8.4

1) 2点併行分析を実施した日数
2) 平均値 (n=日数(T)×併行数(2))
3) 質量分率
4) 併行標準偏差
5) 併行相対標準偏差
6) 中間標準偏差
7) 中間相対標準偏差

表4　アンモニア性窒素試験法(塩酸(1+23)による抽出)の妥当性確認のための共同試験成績の解析結果

試料名	試験室数[1]	平均値[2] (%)[3]	s_r[4] (%)[3]	RSD_r[5] (%)	s_R[6] (%)[3]	RSD_R[7] (%)
化成肥料 B	10(1)	2.04	0.04	1.9	0.07	3.3
りん酸マグネシウムアンモニウム	11(1)	5.36	0.08	1.4	0.09	1.7
化成肥料 A	11(1)	8.87	0.09	1.0	0.10	1.1
混合堆肥複合肥料	10(1)	11.70	0.06	0.5	0.12	1.0
混合窒素肥料	10(1)	19.96	0.11	0.5	0.20	1.0

1) 有効試験室数(外れ値を報告した試験室数)
2) 平均値(n=有効試験室数×試料数(2))
3) 質量分率
4) 併行標準偏差
5) 併行相対標準偏差
6) 室間再現標準偏差
7) 室間再現相対標準偏差

表5　アンモニア性窒素の日を変えた試験[1]成績の解析結果(汚泥肥料を含む固形肥料)

試料名	日数[2] T	平均値[3] (%)[4]	併行精度 s_r[5] (%)[4]	併行精度 RSD_r[6] (%)	中間精度 $s_{I(T)}$[7] (%)[4]	中間精度 $RSD_{I(T)}$[8] (%)
調製試料1	5	4.91	0.03	0.6	0.06	1.2
調製試料2	5	1.00	0.01	1.0	0.01	1.5

1)　抽出操作(4.1.1)
2)　2 点併行分析を実施した日数
3)　平均値(n=日数(T)×併行数(2))
4)　質量分率
5)　併行標準偏差
6)　併行相対標準偏差
7)　中間標準偏差
8)　中間相対標準偏差

参考文献

1)　越野正義:　第二改訂詳解肥料分析法, p.36~37, 養賢堂, 東京 (1988)

2)　加藤公栄, 千田正樹, 渡部絵里菜:　アンモニア性窒素試験法の性能調査　－蒸留法－, 肥料研究報告, **6**, 130~138 (2013)

3)　平田絵理香, 添田英雄, 吉村英美, 八木啓二:　窒素試験法の性能調査　－共同試験成績－, 肥料研究報告, **12**, 84~93 (2019)

4)　惠智正宏, 小林涼斗:　蒸留法におけるアンモニア性窒素の試料溶液の調製方法の改良, 肥料研究報告, **14**, 1~11(2021)

5)　惠智正宏:　アンモニア性窒素分析のための蒸留法の改良と性能評価(試験室間共同試験による妥当性確認), 日本土壌肥料学雑誌, **94**(5), 399~403(2023)

6)　奥西茉楠, 義本将之, 八木寿治, 増井亮太, 相良麻由, 青山恵介:　アンモニア性窒素, 硝酸性窒素, く溶性加里及び水溶性加里の分析法の適用範囲確認(菌体りん酸肥料等)　－単一試験室による妥当性確認－, 肥料研究報告, **19**, 1~18 (2026)

(5) アンモニア性窒素試験法フローシート　肥料中のアンモニア性窒素試験法のフローシートを次に示す。

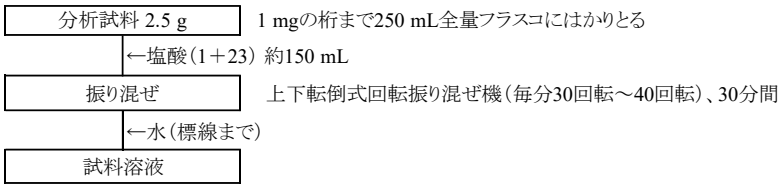


図1-1　肥料中のアンモニア性窒素試験法フローシート (抽出操作(4.1.1))

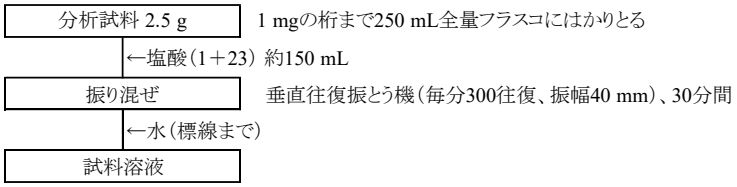


図1-2　肥料中のアンモニア性窒素試験法フローシート (抽出操作(4.1.2))

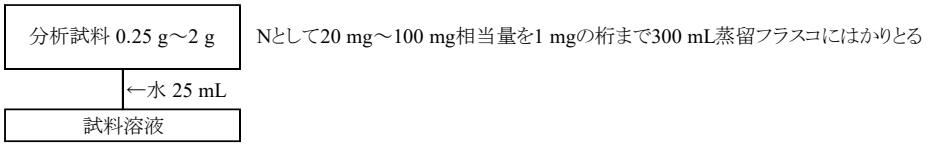


図1-3　肥料中のアンモニア性窒素試験法フローシート (抽出操作(4.1.3))

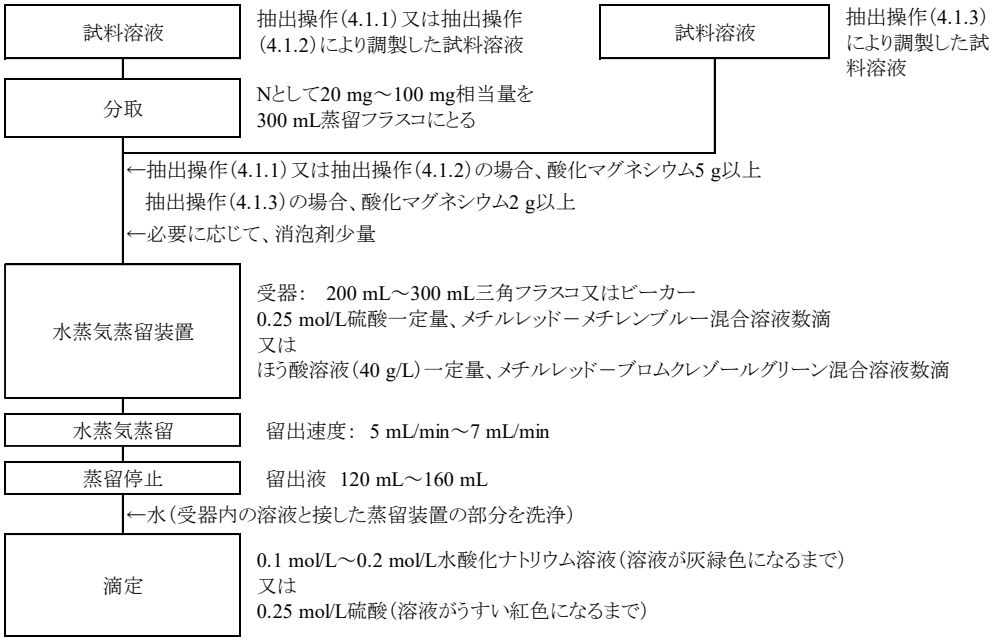


図2　肥料中のアンモニア性窒素試験法フローシート(蒸留及び測定操作)