6.3 尿素性窒素

6.3.c *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド吸光光度法

(1) 概要

この試験法は尿素性窒素を含む肥料に適用する。ただし、イソブチルアルデヒド縮合尿素肥料、ホルムアルデヒド加工尿素肥料、石灰窒素、汚泥肥料等及び特殊肥料は除く。この試験法の分類は Type D であり、その記号は 6.3.c-2018 又は U-N.c-1 とする。

分析試料に水を加えて尿素を抽出し、ジメチルアミノベンズアルデヒドと反応して生ずる呈色を吸光度で測定し、分析試料中の尿素性窒素(U-N)を求める。この方法の性能は**備考 3** に示す。

(2) 試薬 試薬及び水は、次による。

a) 水: JIS K 0557 に規定する A3 の水。

b) 発色試薬溶液(1): JIS K 8496 に規定する *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド 20 g を JIS K 8101 に規定するエタノール(99.5)1000 mL 及び JIS K 8180 に規定する塩酸 100 mL に溶かし一夜放置する(2)。

c) 尿素性窒素標準液(U-N 2000 µg/mL)(1): JIS K 8731 に規定する尿素 0.429 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。少量の水を加えて溶かし、100 mL 全量フラスコに移し入れ、標線まで水を加える。

d) 尿素性窒素標準液(U-N 200 µg/mL)(1): 尿素性窒素標準液(U-N 2000 µg/mL)10 mL を 100 mL 全量フラスコにとり、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。

(2) 褐色瓶に入れて保存する。

(3) 器具及び装置 器具及び装置は、次のとおりとする。

a) 分光光度計: JIS K 0115 に規定する分光光度計。

b) マグネチックスターラー

(4) 試験操作

(4.1) 抽出 抽出は、次のとおり行う。

a) 分析試料 1 g を 1 mg の桁まではかりとり、200 mL 三角フラスコに入れる。

b) 水 100 mL を加え、マグネチックスターラーを用いて約 10 分間かき混ぜる。

c) 静置後、ろ紙 3 種でろ過し、試料溶液とする。

備考 1. (**4.1**)の操作は、**6.3.a** の(**4.1.2**)と同様の操作である。

備考 2. (**4.1**)**c**)の試料溶液が着色して定量に影響がある場合は、活性炭 0.5 g 程度を加え、ろ紙 3 種でろ過し、着色が除去できたものを試料溶液とする。

(4.2) 発色 発色は、次のとおり行う。

a) 試料溶液の一定量(U-N として 0.5 mg～5 mg 相当量)を 50 mL 全量フラスコにとる。

b) 発色試薬溶液 20 mL を加え、更に標線まで水を加えた後、約 30 分間放置する。

（**4.3**） **測定**　測定は、JIS K 0115 及び次のとおり行う。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。

a） **分光光度計の測定条件**　分光光度計の測定条件は、以下を参考にして設定する。

分析波長：450 nm

b） **検量線の作成**

1） 尿素性窒素標準液（U-N 200 µg/mL）2.5 mL～25 mL を 50 mL 全量フラスコに段階的にとる。

2） （**4.2**）**b**）と同様の操作を行って U-N 0.5 mg/50 mL～5 mg/50 mL の検量線用尿素性窒素標準液とする。

3） 別の 50 mL 全量フラスコについて、**2**）と同様の操作を行って検量線用空試験液とする。

4） 検量線用空試験液を対照として検量線用尿素性窒素標準液の波長 450 nm の吸光度を測定する。

5） 検量線用尿素性窒素標準液の尿素性窒素（U-N）濃度と吸光度との検量線を作成する。

c） **試料の測定**

1） （**4.2**）**b**）の溶液について、**b**）**4**）と同様の操作を行って吸光度を測定する。

2） 検量線から尿素性窒素（U-N）量を求め、分析試料中の尿素性窒素（U-N）を算出する。

備考 3. 真度の評価のため、化成肥料、甲殻類質肥料粉末及び調製試料を用いて添加回収試験を実施した結果、尿素性窒素（U-N）として 20 %（質量分率）、10 %（質量分率）及び 3 %（質量分率）の添加レベルでの平均回収率はそれぞれ 100.0 %～102.4 %、100.5 %～102.0 %及び 98.0 %～103.3 %であった。

精度の評価のため、尿素、指定配合肥料及び化成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 1 に示す。

なお、この試験法の定量下限は 0.2 %（質量分率）である。

表1　尿素性窒素の日を変えた試験成績の解析結果

試料名	日数[1]	平均値[2]	併行精度		中間精度	
	T	(%)[3]	s_r[4] (%)[3]	RSD_r[5] (%)	$s_{I(T)}$[6] (%)[3]	$RSD_{I(T)}$[7] (%)
尿素	7	45.88	0.89	1.9	0.91	2.0
指定配合肥料	7	7.45	0.16	2.1	0.20	2.7
化成肥料	7	1.12	0.02	2.2	0.03	2.9

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

参考文献

1） 越野正義: 第二改訂詳解肥料分析法, p.60~62, 養賢堂, 東京 (1988)

2） 髙橋伸英: 吸光光度法による肥料中の尿素性窒素の測定, 肥料研究報告, **11**, 54~62 (2018)

(5) 尿素性窒素試験法フローシート 肥料中の尿素性窒素試験法のフローシートを次に示す。

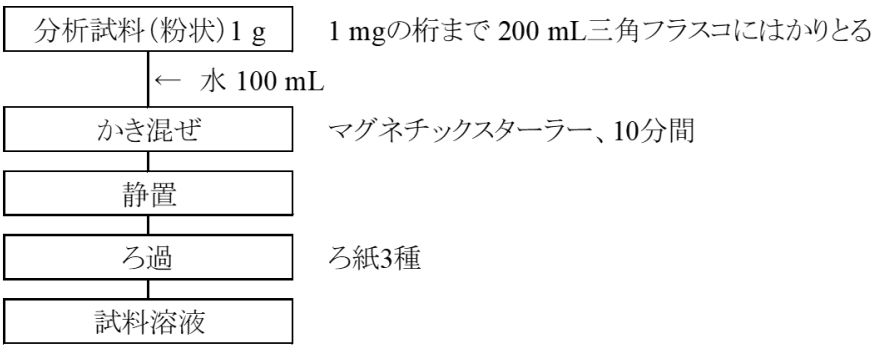


図1　肥料中の尿素性窒素試験法フローシート（抽出操作）

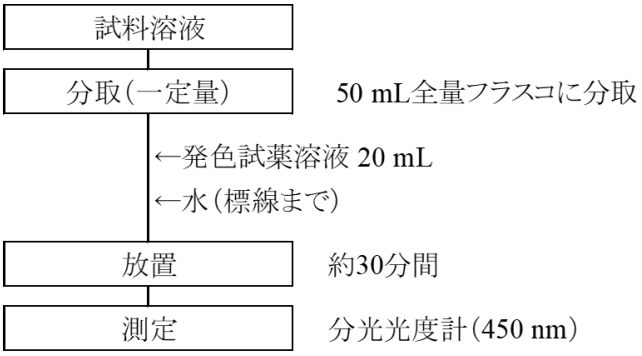


図2　肥料中の尿素性窒素試験法フローシート（測定操作）