

不確かさ発表課題

亜硝酸性窒素の測定における 不確かさ

株式会社ジーエス環境科学研究所

<http://www.gskankyo.com/>

I. 目次

II. 亜硝酸性窒素とは ～分析目的～

III. 分析フロー (No.1～No.4)

IV. 不確かさ要因

V. 特性要因図

VI. バジェットシート

Ⅱ. 亜硝酸性窒素とは ～分析目的～

- ・化学式; $\text{NO}_2 - \text{N}$
 - ・主としてタンパク質などの分解によって生じたアンモニア性窒素がさらに酸化され生じたもの
- 自然水域において、し尿(ふん尿を含む)による汚染のあった可能性を示す指標となる
- 汚水処理において汚濁物質の浄化の程度を知る指標となる



吸光光度法 (JIS K0102) で測定

Ⅱ. 分析フロー

＜ 測定操作手順 ＞

以下の4つの工程に区切って、説明します。

[① 前工程]

[② 定容工程]

[③ 検量線作成 工程]

[④ 測定 工程]

Ⅲ. 分析フロー (No.1)

＜測定操作手順＞

[① 前工程]

1. 亜硝酸性窒素を測定する試料を用意する。
2. 5Cのろ紙を用いてろ過し、約40[mL] になるようろ液を作成する。

※ 共洗いをするために、
初めの10[mL]は捨てる！

ろ液が濁っていない場合

(通常フロー)



そのまま試料を分取する

ろ液に沈殿物がある場合
ろ液が濁っている場合



凝集沈殿を行い不純物を沈殿させて
おき、上澄み部分から試料を分取する

※ 凝集沈殿

試料100mlにB液1mlを加えて、よく攪拌する。



PH計を用いてPH10.5まで、A液を0.3～0.5ml程度加えて、攪拌し、静置する。



上澄み液をろ紙5Aでろ過する。

Ⅱ. 分析フロー (No.2)

< 測定操作手順 >

[②定容工程]

共栓付試験管に10[ml] 採取する。 (2本分)

→ 1本は発色・吸光(試験)用、
もう1本は測定前の検体の色を差し引く為の
BLANK用として利用。

Ⅱ. 分析フロー (No.3)

< 測定操作手順 >

[③検量線作成 工程]

検量線の作成

亜硝酸性窒素標準液 1 [mgN/ml] を
各0.2[ml]、0.5[ml]、1.5[ml]ずつメスピペットで取り
共栓付試験管に入れ超純水を加え計10[ml]にする。

Ⅱ. 分析フロー (No.4)

< 測定操作手順 >

[④ 測定 工程]

1. 4-アミノベンゼンスルホンアミド溶液を 1[ml] 加え、5分間静置する。
2. N-1ナフチルエチレンジアミン溶液を 1[ml] 加え、室温で20分間静置する。
3. 分光光度計を使用し、分取試料の吸光度と検量線より亜硝酸性窒素の含有量を算出する。

[波長=540nm, JIS K 0102-43.1.1 吸光光度法]

IV. 不確かさ要因

[① 前工程]

[② 定容工程]

[③ 検量線作成 工程]

[④ 測定 工程]

左記の各工程で

- ・計量器、装置の要因
- ・人の要因 (操作ばらつき)
- ・環境条件による要因

を列挙

試験環境条件 …… $23^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ として考える。

V. 特性要因図

(別紙「特性要因図、バジェットシート.xls」
ファイル参照)

VI. バジェットシート

(別紙「特性要因図、バジェットシート.xls」
ファイル参照)

まとめ

別紙 バジェットシートより、各工程ごとの相対不確かさは

[① 前工程]	0.00005	(0.0 [%])
[② 定容工程]	0.01640	(40.3 [%])
[③ 検量線作成 工程]	0.01703	(43.5 [%])
[④ 測定 工程]	0.01043	(16.3 [%])

4つの2乗平均の和から
合成不確かさを計算

0.02584

となります。

不確かさを効率よく小さくする為には・・・

今回の場合、②-1、③-4に挙げた共栓付試験管の不確かさを小さくする事が効果的だと言えます。

おまけ

不確かさとは？ “ばらつき” の確かさ

不確かさ と 標準偏差

不確かさ (u) = 標準偏差 (σ)
 [計測用語] (イコール) [確率・統計用語]

相対不確かさ、合成不確かさ、拡張不確かさ、包含係数

相対不確かさ … 要因単独、ばらつきの割合

合成不確かさ … 要因を総合したもの、ばらつきの割合

拡張不確かさ … ばらつきが所定の割合で範囲内に含まれる割合

⇒ **k = 2** (測定値の存在確率 95%) がよく使用される。

k ; 包含係数 と呼ぶ。