

原理：通常の硫酸／過酸化水素分解により得られた分解液を中和し、インドフェノール法によりアンモニウムを定量する（操作は手袋着用したほうが良い）。測定精度はケルダール蒸留法よりは悪いので、試料液量が十分ある場合は蒸留法がよい。

試薬

・緩衝液：リン酸三ナトリウム 12 水和物 7.5g、クエン酸三ナトリウム 2 水和物 7.5g、および EDTA2Na（エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム）0.75g を脱塩水に溶かし、250mL に定容する。

・フェノールニトロプルシッド溶液（**A 発色液**）：フェノール（固化している場合は湯せんにより溶解）15g を約 200mL の上記緩衝液に良く溶かした後、ニトロプルシッドナトリウム（ペンタシアノニトロシル鉄(III)三ナトリウム二水和物を 0.05g 加え、上記緩衝液で 250mL に定容する。冷蔵庫保存で 3 週間安定。使用前に室温に戻す。

・次亜塩素酸ナトリウム－アルカリ溶液（**B 発色液**）

市販の次亜塩素酸ナトリウム溶液 1mL に 1M NaOH を 40mL 加え、脱塩水で 100mL に定容する。着色びんに入れて冷蔵庫に保存する。数週間安定か。

・標準試料：あらかじめ熱乾燥した NH_4Cl の 0.382g を 1.8N の硫酸に溶かし、100mL とする（窒素として 1000 ppm）。冷蔵保存で 6 週間以上安定（密封）。これを 1.8N 硫酸で適宜希釈して 0～100 ppm $\text{NH}_4\text{-N}$ の標準試料を作成する

・0.9N (0.45M) 炭酸ナトリウム溶液（分解液中和用）

操作

・冷蔵してある試薬は室温に戻す。

・分解液を中和するのに必要な 0.9N 炭酸ナトリウム溶液量を求めるために、分解ブランク 0.5mL にフェノールフタレインを数滴加え、0.9N 炭酸ナトリウムで中和滴定する（メスピペットなどで行って良い）。この滴定量を 1/5 したものが 0.1mL の試料を中和するのに必要な 0.9N 炭酸ナトリウム溶液量（ α mL）である。

・分解試料および標準試料（0～100 ppm）0.1mL を入れた試験管に中和量（ α mL）の 0.9N (0.45M)炭酸ナトリウムを滴下する。（ $5.9 - \alpha$ ）mL の脱塩水を加え、全量で 6mL にする。試料濃度が薄すぎる場合は 0.1mL の試料液量を増やして対処する（中和に必要な炭酸ナトリウム液量も変わることには注意）。

・A 発色液を 0.8mL 加える

・B 発色液を 1.4mL 加える（中和が不十分だと発色に大きく影響するため、常法（1.2mL）より少し多め。中和が行き過ぎていると、アンモニアが揮散するので注意）

・よく攪拌して 60 分放置（空気中のアンモニアが混入するのを防ぐため、パラフィルムまたはサランラップをかける）

・2 時間以内に 630nm で吸光度を測定し、分解液中の窒素濃度を求める。