

아질산성 질소
-자외선/가시선 분광법
(Nitrite-Nitrogen-UV/Visible Spectrometry)

2025

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 아질산성 질소를 측정하기 위하여, 시료 중 아질산성 질소를 설퍼닐아마이드와 반응시켜 디아조화하고 *N*-1-나프틸에틸렌디아민이염산염과 반응시켜 생성된 디아조화합물의 붉은색의 흡광도 540 nm에서 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.004 mg/L이다.

1.3 간섭물질

1.3.1 아질산성 질소는 목적물질보다 1 000배 정도 농도의 다른 물질이 존재하더라도 거의 방해물질에 의해 간섭받지 않는다. 다만, 시료 중에 강한 산화제 혹은 환원제가 존재할 경우 아질산성 질소의 농도를 쉽게 변화시킬 수 있다.

1.3.2 알칼리도가 높은(600 mg/L 이상) 시료에서는 pH에 변화가 생겨 과소평가될 수 있다.

2.0 용어 정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 자외선/가시선 분광광도계

3.1.1 자외선/가시선 분광광도계는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

3.1.2 광원부의 광원으로 가시선부와 근적외선부의 광원으로는 주로 텅스텐램프를 사용하고 자외선부의 광원으로는 주로 중수소 방전관을 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 수산화소듐용액(4 %)

수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH, 분자량: 40.00) 40 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

4.1.2 설퍼닐아마이드용액(0.5 W/V %)

설퍼닐아마이드 (sulfanilamide, $C_6H_8N_2O_2S$, 분자량 : 172.21) 0.5 g을 염산(1 + 1) 100 mL에 가온하면서 녹인다.

4.1.3 아황산소듐용액(0.1 N)

무수 아황산소듐 (sodium sulfate, Na_2SO_3 , 분자량 : 126.04) 6.3 g을 물에 녹여 1 000 mL로 한다.

4.1.4 포타슘명반용액

황산알루미늄포타슘 · 12수화물 (aluminium potassium sulfate, $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 474.39) 5 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.5 *N*-1-나프틸에틸렌디아민이염산염(0.1 W/V %)

N-1-나프틸에틸렌디아민이염산염 (*N*-(1-naphtyl)-ethylenediamine dihydrochloride ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$, 분자량 : 259.18) 0.1 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

4.2 표준용액

4.2.1 표준원액(100 mg/L)

무수아질산소듐 (sodium nitrite, NaNO_2 , 분자량 : 69.00) 0.493 g을 정제수에 용해시킨 후 정제수를 넣어 1 L로 맞춘다. 1 L당 클로로폼 (chloroform, CHCl_3 , 분자량 : 119.38) 2 mL를 첨가하여 보존한다.

[주 1] 시판용 표준용액을 사용할 수 있다.

4.2.2 표준용액(1 mg/L)

표준원액(100 mg/L) 10 mL를 부피플라스크에 넣고 1 L로 맞춘다.

5.0 시료채취 및 관리

ES 04130.1f 시료의 채취 및 보존 방법에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 방법검출한계, 정량한계, 검정곡선, 검정곡선 검증, 정확도 및 정밀도의 측정과 내부정도관리 주기는 ES 04001.c 정도보증/정도관리에 따른다.

6.2 정도관리 목표 값은 표 1을 따른다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 시료를 여과하여도 탁하거나 착색되어 있을 경우에는 시료 100 mL에 대하여 포타슘명반응액(황산알루미늄포타슘 · 12수화물 5 g을 물에 녹여 100 mL로 한 용액) 2 mL를 넣는다.

7.1.2 수산화소듐용액(4 %)을 넣어 수산화알루미늄의 플록을 형성시킨 다음 수분간 방치하고 여과하여 여액을 시료로 한다.

[주 2] 표준용액에 대해서도 같은 조작을 하여 검정곡선을 작성한다.

7.2 분석방법

7.2.1 여과한 시료 적당량(아질산성 질소로서 0.01 mg이하 함유)을 취하고 50 mL 비색관에 넣고 물을 넣어 표선을 채운다.

7.2.2 설퍼닐아마이드용액(0.5 %) 1 mL를 넣어 섞고 5분간 방치한 다음 *N*-1-나프틸에틸렌디아민이염산염용액(0.1 %) 1 mL를 넣어 섞고 10분 ~ 30분간 방치한다.

7.2.3 이 용액의 일부를 증장 10 mm 흡수셀에 옮겨 시료용액으로 한다.

[주 3] 시료 중 잔류염소와 같은 산화성물질이 함유된 경우에는 아황산소듐용액(0.1 N)을 대응량 만큼 정량적으로 넣어 환원시킨 다음 사용한다.

7.2.4 따로 정제수 50 mL를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험용액으로 한다.

7.2.5 바탕시험용액을 대조액으로 하여 540 nm에서 시료 용액의 흡광도를 구하고 미리 작성한 검정곡선으로 아질산성 질소의 양을 구하여 농도를 계산한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 아질산성 질소 표준용액(1 mg/L) 0 mL, 1 mL ~ 10 mL를 단계적으로 취하여 넣고, 정제수를 첨가하여 액량을 50 mL가 되게 한다. 단, 표준용액은 바탕용액을 제외하고 3개 이상 제조해야 하며 필요에 따라 사용하는 표준용액의 양을 달리 할 수 있다.

7.3.2 이하 7.2 분석방법에 따라 시험하여 아질산성 질소의 농도와 흡광도와의 검정곡선을 작성한다.

8.0 결과 보고

검정곡선은 표준용액의 흡광도와 농도와의 관계식을 사용하여 작성한다. 시료의 농도는 검정곡선 상의 흡광도와 시료의 흡광도를 비교하여 계산한다.

$$\text{아질산성 질소 (mg/L)} = (y-b)/a \times I \quad (\text{식 1})$$

여기서, y : 시료의 흡광도

b : 검정곡선의 절편

a : 검정곡선의 기울기

I : 시료의 회석배수

9.0 참고자료

9.1 US EPA Method 354.1, “Nitrite, Spectrophotometric”, US EPA(1979)

9.2 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd ed, Part 4500-NO₂⁻, “NITROGEN (NITRATE)”, APHA, AWWA, WEF, (2017)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.004 mg/L
검정곡선	결정계수 (R^2) ≥ 0.98 또는 감응계수 (RF)의 상대표준편차 $\leq 25\%$
검정곡선 검증	측정값의 $\pm 25\%$ 이내
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %