

암모니아성 질소
-자외선/가시선 분광법
(Ammonium Nitrogen-UV/Visible Spectrometry)

2025

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 암모니아성 질소를 측정하기 위하여 암모늄이온이 하이포염소산의 존재 하에서, 페놀과 반응하여 생성하는 인도페놀 (indophenol)의 청색을 630 nm에서 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.01 mg/L이다.

1.3 간섭물질

1.3.1 글라이신, 우레아, 글루탐산, 시아나이트 및 아세트아마이드는 용액 내에서 매우 천천히 지속적으로 가수분해 하지만, pH 9.5에서 우레아는 약 7 %, 시아나이트는 약 5 %의 양이 전처리된 증류물과 가수분해한다.

2.0 용어 정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 증류장치

다음 그림 1과 같은 증류장치를 사용할 수 있다.

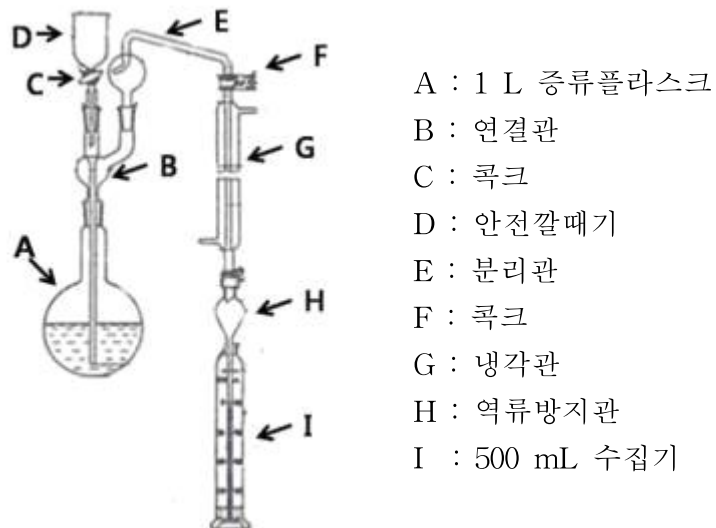


그림 1. 증류장치

3.2 자외선/가시선 분광광도계

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

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

3.3 건조기

100 ℃ ~ 105 ℃까지 가열할 수 있고 온도조절이 가능한 건조장치를 사용한다.

3.4 데시케이터

수분함유에 따라 흡습제가 색변화를 나타내거나 수분함량을 표시할 수 있는 데시케이터를 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 나이트로플루시드소듐용액(0.15 %)

나이트로플루시드소듐·2수화물 (sodium nitroprusside, $\text{Na}_2(\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO})\cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 257.95) 0.15 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다. 암소에 보관하여 조제 후 1개월 이내에 사용한다.

4.1.2 소듐페놀라이트용액(12.5 %)

페놀 (phenol, $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$, 분자량 : 94.11) 25.0 g을 수산화소듐용액(20 %) 55 mL에 녹이고 정지하여 식힌 다음 아세톤 6 mL와 정제수를 넣어 200 mL로 한다. 사용시 조제한다.

4.1.3 산화마그네슘 (magnesium oxide, MgO , 분자량 : 40.32)

4.1.4 수산화소듐용액(4 %)

수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH , 분자량 : 40.00) 4 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.5 수산화소듐용액(20 %)

수산화소듐 20 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.6 아세톤 (acetone, CH_3COCH_3 , 분자량 : 58.09)

4.1.7 요오드화포타슘 (potassium iodide, KI , 분자량 : 166.00)

4.1.8 티오황산소듐용액(0.05 M)

티오황산소듐 (sodium thiosulfate, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 248.18) 12.409 g을 1 L 정제수에 용해하여 조제한다.

4.1.9 하이포염소산소듐(암모니아 질소 시험용)용액(1 %)

하이포염소산소듐 (sodium hypochlorite, NaOCl , 분자량 : 74.44)용액의 유효염소 농도를 측정하여 유효염소로서 1 g에 해당하는 부피 (mL)의 용액을 취하여 정제수에 넣어 100 mL로 한다. 하이포염소산소듐용액은 사용할 때 마다 조제한다.

4.1.9.1 유효염소 농도의 측정

하이포염소산소듐용액 10 mL를 200 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 넣어 표선을 채운 다음 이 용액 10 mL를 취하여 삼각플라스크에 넣고 정제수 용액의 부피를 100 mL로 맞춘다. 요오드화포타슘 1 g ~ 2 g 및 아세트산(1 + 1) 6 mL를 넣어 밀봉하고 흔들어 섞은 다음 어두운 곳에 약 5분간 방치하고 전분용액을 지시약으로 하여 티오황산소듐용액(0.05 M)으로 적정한다. 따로 정제수 10 mL를 취하여 바탕시험을 실시하여 보정한다.

$$\text{유효염소량 (\%)} = a \times f \times \frac{200}{10} \times \frac{1}{V} \times 0.001773 \times 100 \quad (\text{식 1})$$

여기서, a : 티오황산소듐용액(0.05 M)의 소비량 (mL)

f : 티오황산소듐용액(0.05 M)의 농도계수

V : 하이포염소산소듐 용액을 취한 양 (mL)

4.1.10 황산(1 + 35)

황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08, 비중 : 1.84, 함량 : 95 %이상) 10 mL를 천천히 정제수 350 mL에 넣은 후 냉각하여 사용한다.

4.1.11 황산용액(0.5 M)

황산 30 mL를 정제수 1 L 중에 천천히 넣어 섞은 후 식힌 다음 사용한다.

4.1.12 황산용액(0.025 M)

황산용액(0.5 M) 50 mL를 정제수 900 mL 넣은 후 식힌 다음 정제수를 넣어 1 L로 한다.

4.2 표준용액

4.2.1 표준원액(100 mg/L)

100 °C에서 건조한 무수염화암모늄 (anhydrous NH_4Cl , anhydrous ammonium chloride, 분자량 : 53.49) 0.3819 g을 정제수에 녹인 후, 1 L로 희석한다.

[주 1] 시판하는 표준용액을 사용할 수 있다.

4.2.2 표준용액(5 mg/L)

표준원액(100 mg/L) 25 mL를 정확히 취한 후, 정제수를 넣어 500 mL로 한다.

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 시료 적당량(암모니아성 질소로서 0.03 mg 이상 함유)을 취하여 수산화소듐용액(4 %) 또는 황산(1 + 35)으로 중화하고 증류플라스크에 옮긴다.

7.1.2 산화마그네슘 0.3 g과 끓임쪽 수 개를 넣고 정제수를 넣어 액량을 약 350 mL로 한다. 수집기는 200 mL 부피의 부피실린더에 황산용액(0.025 M) 50 mL를 넣고 그림 1과 같이 증류장치를 조립한 다음 가열하여 5 mL/min ~ 7 mL/min 유출 속도로 증류한다.

7.1.3 수집기의 액량이 약 150 mL가 되면 증류를 중지하고 냉각관을 증류플라스크와 분리하여 냉각관의 내부를 소량의 정제수로 씻어 수집기에 합하고 정제수를 넣어 200 mL로 한다.

7.2 분석방법

7.2.1 전처리한 시료 적당량(암모니아성 질소로서 0.04 mg이하 함유)을 취하여 50 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 넣어 액량을 30 mL로 한다.

7.2.2 소듐 페놀라이트용액(12.5 %) 10 mL와 나이트로플루시드소듐용액(0.15 %) 1 mL를 넣고 조용히 섞는다.

7.2.3 하이포염소산소듐용액(1 %) 5 mL를 넣어 조용히 섞는다.

7.2.4 정제수를 넣어 표선까지 채운 다음 용액의 온도를 20 °C ~ 25 °C로 하여 약 30분간 방치하고 이 용액의 일부를 증장 10 mm 흡수셀에 옮겨 시료용액으로 한다.

7.2.5 따로 정제수 30 mL를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액으로 한다.

7.2.6 바탕시험용액을 대조액으로 하여 630 nm에서 시료 용액의 흡광도를 구하고 미리 작성한 검정곡선으로 암모니아성 질소의 양을 구하여 농도를 계산한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 50 mL 부피플라스크에 암모니아성 질소 표준용액(5 mg/L) 0 mL ~ 10 mL 를 단계적으로 취하여 넣고, 정제수를 첨가하여 액량을 약 30 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 암모니아성 질소의 농도와 흡광도와와의 검정곡선을 작성한다.

8.0 결과보고

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

$$\text{암모니아성 질소 (mg/L)} = (y-b)/a \times I \quad (\text{식 2})$$

여기서, y : 시료의 흡광도

b : 검정곡선의 절편

a : 검정곡선의 기울기

I : 시료의 희석배수

9.0 참고자료

9.1 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd ed, Part 4500-NH₃, "NITROGEN(AMMONIA)", APHA, AWWA, WEF, (2017)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.01 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 %