

암모니아성 질소-이온선택전극법
(Ammonium Nitrogen-Selective Electrode Method)

2025

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 암모니아성 질소를 측정하기 위하여 시료에 수산화소듐을 넣어 pH 11 ~ pH 13 으로 하여 암모늄이온을 암모니아로 변화시킨 다음 암모니아 이온선택전극을 이용하여 암모니아성 질소를 정량하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.08 mg/L이다.

1.3 간섭물질

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

1.3.2 아민은 측정값이 높아지는 간섭현상을 일으키며, 이와 같은 영향은 산성화에 의해서 더 커질 수 있다.

1.3.3 수은과 은은 암모니아와 결합함으로써 측정값을 축소하는 간섭현상을 일으키며, NaOH/EDTA 용액을 사용하여 제거할 수 있다.

1.3.4 고농도의 용존 이온은 측정에 영향을 줄 수 있지만, 색도와 탁도는 영향을 주지 않는다.

2.0 용어 정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 암모니아 전극

3.2 자석교반기

폴리테트라플루오로에틸렌 (PTFE, polytetrafluoroethylene) 코팅이 된 자석교반기로 회전속도의 조절 및 유지가 가능해야 한다.

3.3 전위계 또는 전위차계

-700 mV ~ +700 mV 범위에서 0.1 mV까지 읽을 수 있는 고압력 저항 전위차계로서 pH-mV미터, 이온전극용 전위차계를 사용한다.

3.4 건조기

100 °C ~ 105 °C까지 가열할 수 있고 온도조절이 가능한 건조장치를 사용한다.

3.5 데시케이터

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

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

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

4.1.2 수산화소듐용액(4 %)

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

4.1.3 수산화소듐용액(10 %)

수산화소듐 50 g을 정제수에 녹여 500 mL로 한다.

4.1.4 티오황산소듐용액(0.09 %)

티오황산소듐 (sodium thiosulfate, $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$, 분자량 : 248.18) 0.9 g을 1 L 정제수에 용해하여 제조한다.

4.1.5 황산용액(0.5 M)

황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 비중 : 1.84, 분자량 : 98.08, 함량 : 95 %이상) 30 mL를 정제수 약 500 mL에 천천히 가한 후 정제수를 첨가하여 식힌 뒤 1 L로 한다.

4.1.6 황산용액(0.025 M)

황산용액(0.5 M) 50 mL를 정제수 약 500 mL에 천천히 가한 후 정제수를 첨가하여 식힌 뒤 1 L로 한다.

4.1.7 황산(1 + 35)

황산 10 mL를 천천히 정제수 350 mL에 넣어 냉각하여 사용한다.

4.2 표준용액

4.2.1 표준원액(1 000 mg/L)

100 ℃에서 건조한 무수염화암모늄 (anhydrous NH_4Cl , anhydrous ammonium chloride, 분자량 : 53.49) 3.819 g을 정제수에 녹인 후, 1 L로 희석한다.

[주 1] 시판하는 표준용액을 사용할 수 있다.

4.2.2 표준용액

표준원액(1 000 mg/L)을 단계적으로 희석하여 100 mg/L, 10 mg/L, 1 mg/L 그리고 0.1 mg/L 로 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

ES 04355.1d 암모니아성 질소-자외선/가시선 분광법에 따른다.

7.2 분석방법

7.2.1 전처리한 시료 또는 시료 적당량(암모니아성 질소로서 16 mg 이하 함유)을 취하여 200 mL 비커에 넣고 수산화소듐용액(10 %)을 넣어 용액의 pH를 8로 조절하고 정제수를 넣어 200 mL로 한다.

7.2.2 이 용액 100 mL를 취하여 150 mL 비커에 옮기고 전극을 담근 다음 자석 교반기로 기포가 발생하지 않을 정도로 일정하게 교반한다.

7.2.3 속히 수산화소듐용액(10 %) 1 mL를 넣고 전위차계로부터 전위가 안정될 때의 값을 측정하여 미리 작성한 검정곡선으로 부터 암모니아성 질소의 양을 구하고 농도(mg/L)를 산출한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 150 mL 비커에 각각의 표준용액(0 mg/L, 0.1 mg/L, 1 mg/L, 10 mg/L, 100 mg/L) 100 mL를 넣고 시료 온도와 같은 온도로 유지한다.

7.3.2 낮은 농도로부터 높은 농도 순으로 시료의 방법에 따라 시험하여 농도와 측정전위와의 검정곡선을 작성한다.

8.0 결과보고

시료의 농도는 다음 식을 사용하여 계산한다.

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

여기서, y : 시료에서의 전위차 값

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)

9.2 Guide to Methods Flexibility and Approval of EPA Water Methods, (1996)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.08 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 %