

암모니아성 질소-적정법
(Ammonium Nitrogen-Titrimetric Method)

2025

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 암모니아성 질소를 측정하기 위하여 시료를 증류하여 유출되는 암모니아를 황산 용액에 흡수시키고 수산화소듐용액으로 잔류하는 황산을 적정하여 암모니아성 질소를 정량하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 1 mg/L 이다.

2.0 용어 정의

“내용 없음“

3.0 분석기기 및 기구

3.1 증류장치

다음 그림 1과 같은 증류장치를 사용할 수 있다.

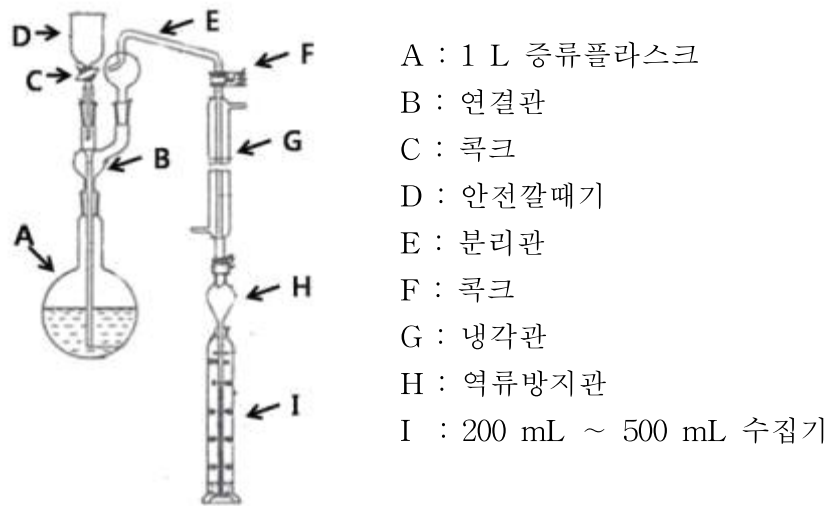


그림 1. 증류장치 구성도

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 메틸레드-브로모크레졸그린 혼합지시약

메틸 레드 (methyl red, $C_{15}H_{15}N_3O_2$, 분자량 : 269.30) 0.02 g과 브로모크레졸그린 ($C_{21}H_{14}Br_4O_5S$, bromocresol green, 분자량 : 698.02) 0.1 g을 에탄올(95 %)에 녹여 100 mL로 한다.

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

4.1.3 수산화소듐용액(1 M)

수산화소듐 (sodium hydroxide, $NaOH$, 분자량 : 40.00) 40 g을 정제수 950 mL를 넣어 녹이고 새로 만든 수산화바륨용액(포화)을 침전이 생기지 않을 때까지 한 방울씩 떨어뜨려 잘 섞은 후 정제수로 1 L로 채운 후, 마개를 하여 24시간 방치한 다음 여과하여 사용한다.

4.1.4 수산화소듐용액(0.05 M)

수산화소듐용액(1 M)을 정제수로 20배 희석하여 사용한다.

4.1.5 수산화바륨용액(포화)

수산화바륨 (barium hydroxide octahydrate, $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 315.47) 적당량을 정제수에 넣어 녹일 때 녹지 않는 침전이 생기면 상층액을 여과하여 여액을 사용한다.

4.1.6 황산용액(0.5 M)

황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08, 비중 : 1.84, 함량 : 95 %이상) 30 mL를 정제수 1 L 중에 천천히 넣어 섞은 후 식힌 다음 사용한다.

4.1.7 황산용액(0.025 M)

황산용액(0.5 M) 50 mL를 정제수 980 mL와 식히면서 정제수를 넣어 1 L로 한다.

4.1.8 황산(1 + 35)

황산 10 mL를 천천히 정제수 350 mL에 넣은 후 냉각하여 사용한다.

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.

5.0 시료채취 및 관리

ES 04130.1f 시료의 채취 및 보존 방법에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 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 분광법 7.1 전처리에 따른다.

7.2 분석방법

7.2.1 전처리한 시료 전량을 500 mL 삼각플라스크에 옮기고 메틸레드-브로모크레졸 그린 혼합지시약 5방울 ~ 7방울을 넣은 다음 수산화소듐용액(0.05 M)으로 액의 색이 자회색(pH 4.8)을 나타낼 때까지 적정한다.

7.2.2 따로 황산용액(0.025 M) 50 mL를 정확히 취하여 500 mL 삼각플라스크에 넣고 메틸레드-브로모크레졸그린 혼합지시에 5방울 ~ 7방울을 넣은 다음 수산화소듐용액(0.05 M)으로 액의 색이 자회색(pH 4.8)을 나타낼 때까지 적정하여 황산용액(0.025 M) 50 mL에서 대응하는 수산화소듐용액(0.05 M)의 mL수를 구하고 암모니아성 질소의 농도를 산출한다.

8.0 결과보고

다음 식을 사용하여 농도를 계산한다.

$$\text{암모니아성질소 (mg /L)} = (b-a) \times f \times \frac{1000}{V} \times 0.7 \qquad (\text{식 1})$$

여기서, b : 황산(0.025 M) 50 mL의 적정에 소비된 수산화소듐용액(0.05 M)의 양 (mL)

a : 시료의 적정에 소비된 수산화소듐용액(0.05 M)의 양 (mL)

f : 수산화소듐용액(0.05 M)의 농도계수

V : 시료량 (mL)

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	1 mg/L
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %