

질산성질소-자외선/가시선 분광법-부루신법

2025

(Nitrate Nitrogen-UV/Visible Spectrometry-Brucine Method)

1.0 개요**1.1 목적**

이 시험기준은 물속에 존재하는 질산성질소를 측정하기 위하여 황산산성(13 N H_2SO_4 용액, 100 °C)에서 질산이온이 부루신과 반응하여 생성된 황색화합물의 흡광도를 410 nm에서 측정하여 질산성질소를 정량하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.1 mg/L이다.

1.3 간섭물질

1.3.1 용존 유기물질이 황산산성에서 착색이 선명하지 않을 수 있으며 이 때 부루신설퍼닐산을 제외한 모든 시약을 추가로 첨가하여야 하며, 용존 유기물이 아닌 자연 착색이 존재할 때에도 적용된다.

1.3.2 바닷물과 같이 염분이 높은 경우, 바탕시료와 표준용액에 염화소듐용액(30 %)을 첨가하여 염분의 영향을 제거한다.

1.3.3 모든 강산화제 및 환원제는 방해를 일으킨다. 산화제의 존재 여부는 잔류염소측정기로 알 수 있다.

1.3.4 잔류염소는 이산화비소산소뿜으로 제거할 수 있다.

1.3.5 제1철, 제2철 및 4가 망간은 약간의 방해를 일으키나 1 mg/L 이하의 농도에 서는 무시해도 된다.

1.3.6 시료의 반응시간 동안 균일하게 가열하지 않는 경우 오차가 생기며 착색이 이루어지는 시간대에는 확실한 온도 조절이 필요하다.

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 구성되 고 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.

3.2 건조기

105 °C ~ 110 °C까지 가열할 수 있고 온도조절이 가능한 건조장치를 사용한다.

3.3 데시케이터

수분함유에 따라 흡습제가 색변화를 나타내거나 수분함량을 표시할 수 있는 데시케 이터를 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 부루신설퍼민산

1 g의 부루신설페이트·7수화물 (brucine sulfate heptahydrate $(C_{23}H_{26}N_2O_4)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 7H_2O$, 분자량 : 1013.14)과 0.1 g의 설퍼닐산·1수화물 (sulfanilic acid, $NH_2C_6H_4SO_3H \cdot H_2O$, 분자량 : 191.21)을 고온의 정제수 70 mL에 녹인다. 여기에 염산 3 mL를 첨가하고 정제수로 부피를 100 mL에 맞춘다.

4.1.2 수산화소듐용액(4 %)

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

4.1.3 아세트산(1 + 3)

아세트산 (acetic acid glacial, CH_3COOH , 분자량: 60.05) 1 부피에 정제수 3 부피의 비율로 혼합한다.

4.1.4 염화소듐용액(30 %)

300 g 염화소듐 (sodium chloride, NaCl, 분자량 : 58.44)을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

4.1.5 황산(4 + 1)

황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08, 비중 : 1.84, 함량 : 95 % 이상) 500 mL를 정제수 125 mL에 조심히 따르고 열을 식힌 후, 대기의 수분 유입이 되지 않도록 단단히 막아 둔다.

4.2 표준용액

4.2.1 표준원액(100 mg/L)

105 °C ~ 110 °C에서 4시간 건조한 질산포타슘 (potassium nitrate, KNO_3 , 분자량: 101.10) 0.7218 g을 달아 정제수에 녹여 정확히 1 L로 한다. 장기간 보관 시 클로로폼 (chloroform, CHCl_3 , 분자량 : 119.38) 2 mL을 첨가한다. 이 용액은 6개월간 유효하다.

[주 1] 시판하는 표준용액을 사용할 수 있다.

4.2.2 표준용액(1 mg/L)

표준원액 (100 mg/L) 1 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 100 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

시료의 pH를 아세트산 또는 수산화소듐으로 약 7로 조절한다. 탁도가 있는 경우에는 여과한다.

7.2 분석방법

7.2.1 바탕시료, 표준시료, 시료의 수만큼 시료 용기를 준비하고, 각 시료 용기에 시료를 10 mL 씩 채운다.

7.2.2 시료자체의 색깔이나 유기성 용해물질이 가열시 발색되어 보정이 필요할 경우에는 시료 한 조를 더 취하여 부루신설퍼닐산 용액을 제외한 모든 시약을 넣어서 같은 방법으로 시험하고 보정한다.

[주 2] 바닷물과 같이 염분이 높은 경우, 염화소듐을 바탕시료와 표준용액에 염화소듐용액(30 %)을 2 mL를 넣는다.

7.2.3 황산(4 + 1) 10 mL를 각 시료용기에 넣고 흔들어서 섞고 수냉한다.

7.2.4 여기에 부루신설퍼닐산 용액 0.5 mL를 넣어 흔들어서 섞고 끓는 물중탕에서 정확히 20분간 가열반응 시킨 다음 실온까지 수냉한다.

7.2.5 이 용액의 일부를 층장 10 mm 흡수 셀에 옮겨 시료용액으로 하고 정제수 10 mL를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액으로 한다.

7.2.6 바탕시험용액을 대조액으로 하여 410 nm에서 시료 용액의 흡광도를 구하고 미리 작성한 검정곡선으로 질산성질소의 양을 구하여 농도를 계산한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 표준용액(1 mg/L) 0 mL ~ 10 mL를 단계적으로 취하여 시료용기에 넣고 정제수를 첨가하여 액량을 10 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 질산성질소의 농도와 흡광도와의 검정곡선을 작성한다.

8.0 결과보고

검정곡선은 표준용액의 흡광도와 농도와의 관계식을 사용하여 작성한다. 시료의 농

도는 검정곡선 상의 흡광도와 시료의 흡광도를 비교하여 계산한다.

$$\text{질산성 질소 (mg/L)} = (y-b)/a \times I$$

(식 1)

여기서, y : 시료의 흡광도
b : 검정곡선의 절편
a : 검정곡선의 기울기
I : 시료의 희석배수

9.0 참고자료

9.1 US EPA Method 352.1, "Nitrate, Colorimetric, Brucine", US EPA, (1979)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.1 mg/L
검정곡선	결정계수 (R ²) ≥ 0.98 또는 감응계수 (RF)의 상대표준편차 ≤ 25 %
검정곡선 검증	측정값의 ± 25 % 이내
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %