

질산성질소-데발다합금 환원증류법

2025

(Nitrate Nitrogen-Devalda's Alloy Reduction
Stream-distillation Method)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 질산성질소를 측정하기 위하여 아질산성질소를 설퍼민산으로 분해 제거하고 암모니아성질소 및 일부 분해되기 쉬운 유기질소를 알칼리성에서 증류제거 한 다음 데발다합금으로 질산성질소를 암모니아성질소로 환원하여 이를 암모니아성질소 시험방법에 따라 시험하고 질산성질소의 농도를 환산하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 중화적정법은 0.5 mg/L, 흡광도법은 0.1 mg/L이다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 증류장치

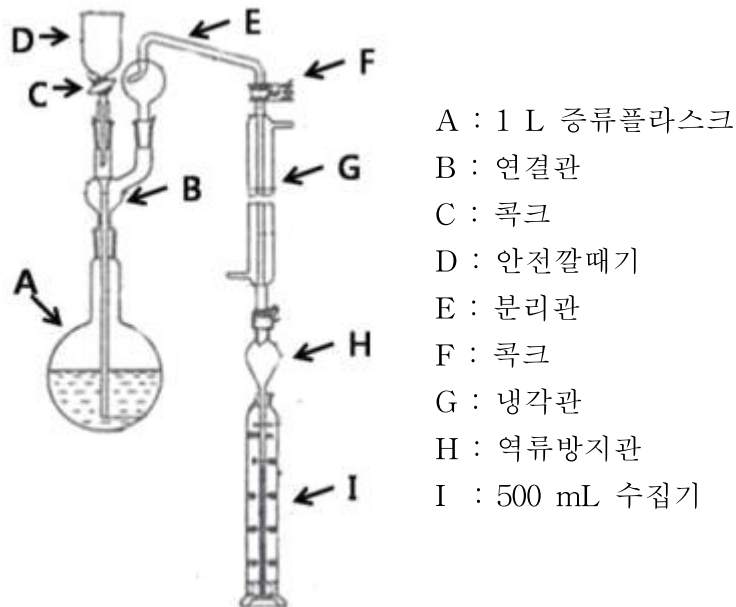


그림 1. 증류장치 구성도

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

105 ℃ ~ 110 ℃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 데발다합금 분말

구리 50 %, 알루미늄 45 %, 아연 5 %로 된 합금 분말을 사용한다.

4.1.2 설퍼민산용액(1 %)

설퍼민산 (sulfamic acid, H_3NSO_3 , 분자량 : 97.10) 0.2 g을 정확하게 달고 200 mL 삼각 플라스크에 넣고 정제수 20 mL를 넣어 녹인다.

4.1.3 수산화소듐용액(4 %)

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

4.1.4 염산(1 + 1)

염산 (hydrochloric acid, HCl , 분자량 : 36.46, 비중 : 1.18, 함량 : 36.5 % ~ 38.0 %) 100 mL를 천천히 정제수 100 mL에 넣은 후 냉각하여 사용한다.

4.1.5 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.

4.1.6 황산용액(0.025 M)

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

4.2 표준용액

ES 04361.2d 질산성 질소-자외선/가시선 분광법-부루신법의 4.2 표준용액에 따른다.

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 표1을 따른다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 시료 적당량(흡광도법의 경우 2.5 mg이하, 중화적정법의 경우 0.7 mg $\text{NO}_3\text{-N}$ ~ 10 mg $\text{NO}_3\text{-N}$ 함유량)을 1 L 증류플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 350 mL로 한다.

7.1.2 설퍼민산용액(1 %) 2 mL와 끓임쪽 수개를 넣고 염산(1 + 1)을 넣어 pH 3 이하로 조절하여 약 10 분간 끓인다.

7.1.3 여기에 수산화소듐용액(4 %) 10 mL를 넣고 증류장치를 조립하여 5 mL/min ~ 7 mL/min의 유출속도로 증류하여 유출액이 약 200 mL가 되면 증류를 끝내고 냉각관의 안쪽을 정제수로 씻어낸 다음 유출액은 버리고 증류플라스크의 내용물은 방치하여 냉각한다.

7.1.4 별도의 200 mL 부피실린더 수집기에 황산용액(0.025 M) 50 mL를 미리 넣고, 증류플라스크에는 데발다합금 분말 3 g을 넣고 정제수를 넣어 액량을 약 350 mL로 하여 즉시 증류장치를 조립한다.

7.1.5 증류플라스크를 가열하여 5 mL/min ~ 7 mL/min의 유출속도로 증류하고 유출액량이 약 180 mL가 되면 증류를 끝내고 냉각관의 안쪽을 소량의 정제수로 씻어 유출액에 합하여 정제수를 넣어 200 mL로 한다.

7.2 분석방법

유출액의 일부 또는 전량을 취하여 암모니아성질소의 시험방법(ES 04355.1d 7.2 ~ 7.3 또는 ES 04355.3c 7.2 ~ 7.3)에 따라 시험하여 암모니아성질소의 양을 구하고 다음 식으로부터 질산성질소의 농도를 산출한다.

7.3 검정곡선의 작성

ES 04355.1d 암모니아성질소-자외선/가시선 분광법의 7.3에 따른다.

8.0 결과보고

8.1 자외선/가시선 분광법 (ES 04355.1d 7.2)으로 시험하였을 경우

$$\text{질산성질소 (mg/L)} = a \times \frac{1\,000}{V_3} \times \frac{V_2}{V_1} \quad (\text{식 1})$$

여기서, a : 시험에 사용한 유출액 중의 암모니아성질소량 (mg)

V_1 : 증류에 사용한 시료량 (mL)

V_2 : 유출액량 (mL)

V_3 : 시험에 사용한 유출액의 분취량 (mL)

8.2 적정법 (ES 04355.3c 7.2)으로 시험하였을 경우

$$\text{질산성질소 (mg/L)} = a \times \frac{1\,000}{V_1} \quad (\text{식 2})$$

여기서, a : 시료중의 암모니아성질소량 (mg)

V_1 : 증류에 사용한 시료량 (mL)

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	중화적정법: 0.5 mg/L, 흡광도법: 0.1 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 %