

총 질소-자외선/가시선 분광법-산화법 (Total Nitrogen-UV/Visible Spectrometry-Oxidation Method)

2025

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 총질소를 측정하기 위하여 시료 중 모든 질소화합물을 알칼리성 과황산포타슘을 사용하여 120 °C 부근에서 유기물과 함께 분해하여 질산이온으로 산화시킨 후 산성상태로 하여 흡광도를 220 nm에서 측정하여 총질소를 정량하는 방법이다.

1.2 적용범위

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

1.2.2 비교적 분해되기 쉬운 유기물을 함유하고 있거나 자외선부에서 흡광도를 나타내는 브롬이온이나 크롬을 함유하지 않는 시료에 적용된다.

1.3 간섭물질

자외선부에서 흡광도를 나타내는 모든 물질이 분석을 방해할 수 있으며 특히, 브롬이온 농도 10 mg/L, 크롬 농도 0.1 mg/L 정도에서 영향을 받으며 해수와 같은 시료에는 적용할 수 없다.

2.0 용어 정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 고압증기멸균기

고온고압의 수증기를 사용하여 시료를 가열하는 장치로 120 ℃로 일정시간 동안 가열이 가능한 것을 사용한다.

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 알칼리성과황산포타슘용액(3 %)

정제수 500 mL에 수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH, 분자량 : 40.00, 질소함량 0.0005 % 이하) 20 g을 넣어 녹인 다음 과황산포타슘 (potassium persulfate,

$K_2S_2O_8$, 분자량 : 270.32, 질소 함량 0.0005 % 이하) 15 g을 넣어 녹인다. 이 용액은 사용할 때 조제한다.

4.1.2 염산(1 + 16)

정제수 160 mL에 진한 염산 (hydrochloric acid, HCl, 분자량 : 36.46, 비중 : 1.18, 함량 : 36.5 % ~ 38 %) 10 mL를 넣어 혼합한다.

4.2 표준용액

4.2.1 표준원액(100 mg/L)

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

[주 1] 시판하는 표준용액을 사용할 수 있다.

4.2.2 표준용액(20 mg/L)

표준원액(100 mg/L) 20 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

시료 50 mL(질소함량이 0.1 mg 이상일 경우에는 회석)를 분해병에 넣고 알칼리성 과황산포타슘 용액 10 mL를 넣어 마개를 닫고 흔들어 섞은 다음 고압증기멸균기에 넣고 가열한다. 약 120 °C가 될 때부터 30분간 가열 분해하고 분해병을 꺼내어 냉각한다.

7.2 분석방법

7.2.1 전처리한 시료의 상층액을 취하여 유리섬유여과지 (GF/C)로 여과하고 처음 여과용액 5 mL ~ 10 mL는 버린 다음 여과용액 25 mL를 정확히 취하여 50 mL 비커 또는 비색관에 옮긴다.

7.2.2 여기에 염산(1 + 16) 5 mL를 넣어 pH 2 ~ pH 3으로 하고 이 용액의 일부를 10 mm 층장 흡수 셀에 옮겨 시료 용액으로 한다.

7.2.3 따로 정제수 50 mL를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하고 바탕시험용액으로 한다.

7.2.4 바탕시험용액을 대조액으로 하여 220 nm에서 시료 용액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 질소의 양을 구한다.

7.3 검정곡선 작성

7.3.1 표준용액(20 mg/L) 0 mL ~ 10 mL를 단계적으로 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 넣어 표선을 채운다. 단, 표준용액은 바탕용액을 제외하고 3개 이상 제조해야하며 필요에 따라 사용하는 표준용액의 양을 달리 할 수 있다.

7.3.2 이 용액 25 mL씩을 정확히 취하여 각각 50 mL 비커 또는 비색관에 넣고 염산(1 + 500) 5 mL를 넣은 다음 이 용액의 일부를 10 mm 층장 흡수 셀에 옮겨 220

nm에서 흡광도를 측정하여 질소의 농도와 흡광도와의 검정곡선을 작성한다.

8.0 결과보고

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

$$\text{총 질소 (mg/L)} = (y-b)/a \times \frac{60}{50} \times I \quad (\text{식 1})$$

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-N C, “Persulfate method”, APHA, AWWA, WEF, (2017)

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 $\leq 25 \%$
검정곡선 검증	측정값의 $\pm 25 \%$ 이내
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %