

총질소-자외선/가시선 분광법

2025

-환원증류·킬달법

(Total Nitrogen-UV/Visible Spectrometry-Deoxidize
Distillation-Kjeldahl Method)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 총질소를 측정하기 위하여 시료에 데발다합금을 넣고 알칼리성에서 증류하여 시료 중의 무기질소를 암모니아로 환원 유출시키고, 다시 잔류시료 중의 유기질소를 킬달 분해 한 다음 증류하여 암모니아로 유출시켜 각각의 암모니아성질소의 양을 구하고 이들을 합하여 총질소를 정량하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.02 mg/L이다.

1.3 간섭물질

1.3.1 시료 중에 잔류염소가 존재하면 정량을 방해하므로 시료를 증류하기 전에 아황산소듐 용액을 넣어 잔류염소를 제거한다. 이 용액 1 mL는 0.5 mg/L의 잔류염소를 제거할 수 있다

1.3.2 시료 중에 칼슘이온 (Ca^{2+})이나 마그네슘이온 (Mg^{2+})이 다량 존재하면 발색시 침전물이 형성되어 흡광도 측정에 영향을 주므로 발색된 시료를 원심분리 한 다음 상층액을 취하여 흡광도를 측정 하거나 미리 전처리를 통해 방해이온을 제거한다.

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 과산화수소수 (hydrogen peroxide, H_2O_2 , 분자량 : 34.01)

4.1.2 데발다 합금 분말

구리 (Cu), 알루미늄 (Al), 아연(Zn) 분말을 부피 비로 각각 50 %, 45 %, 5 %가 되도록 조제한다.

4.1.3 수산화소듐용액(50 %)

수산화소듐(sodium hydroxide, NaOH, 분자량 : 40.00) 500 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

4.1.4 수산화소듐용액(30 %)

수산화소듐 300 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

4.1.5 아황산소듐 용액(잔류염소제거용)

아황산소듐 (sodium sulfate, Na_2SO_3 , 분자량 : 126.04) 0.9 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

4.1.6 총질소 시험용 분해촉진제

황산구리 · 5수화물 (cupric sulfate pentahydrate, $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, 분자량 : 249.61)과

황산포타슘 (potassium sulfate, K_2SO_4 , 분자량 : 174.26)을 1 : 4의 비율로 혼합하여 제조한다.

4.1.7 황산용액(0.5 M)

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

4.1.8 황산용액(0.025 M)

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

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.

4.2.2 표준용액(5 mg/L)

표준원액(100 mg/L) 25 mL를 정확히 취한 후, 정제수를 넣어 500 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

7.1.1 무기질소의 환원

7.1.1.1 시료 적당량(0.7 mg N ~ 10 mg N 함유)을 취하여 1 L 증류플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 350 mL 로 한다.

7.1.1.2 끓임쪽 수개, 데발다합금 분말 3 g과 수산화소듐용액(30 %) 10 mL를 넣은 후 증류장치를 조립하고 냉각관의 끝을 미리 황산용액(0.025 M) 50 mL를 넣어 둔 200 mL 부피실린더 수집기에 연결하여 5 mL/min ~ 7 mL/min의 유출속도로 증류한다.

7.1.1.3 수집기의 유출액량이 약 180 mL가 되면 증류를 끝내고 냉각관의 안쪽을 소량의 정제수로 수회 씻어서 수집기에 합하여 정제수를 넣어 표선을 채운다.(A액)

7.1.2 유기질소의 분해

7.1.2.1 앞선 7.1.1과정에서 증류하고 남은 증류플라스크의 내용물과 증류플라스크를 정제수로 씻은 용액 전량을 조심하여 적당한 부피의 킬달플라스크에 옮기고 총 질소 시험용 분해촉진제 2 g을 넣고 플라스크의 목 부분에 남아있는 잔류물을 소량의 정제수로 씻은 후 플라스크의 내벽을 따라 진한 황산 5 mL ~ 10 mL를 넣는다.

7.1.2.2 여기에 과산화수소수 1 mL를 주의하여 넣고 석면 망 위에서 가열하여 흰 연기가 발생하여 내용물이 투명해질 때까지 분해를 계속한다.

7.1.2.3 분해 시료를 냉각한 다음 정제수 약 100 mL를 넣어 석출된 결정성 물질을

가열 용해하여 분해한 다음 이 용액을 1 L 증류플라스크에 옮기고 소량의 정제수로 킬달플라스크를 수회 씻어서 합한다.

7.1.2.4 여기에 정제수를 넣어 액량을 약 350 mL로 하고 증류장치를 조립하여 냉각관의 끝을 미리 황산용액(0.025 M) 50 mL를 넣어둔 200 mL 부피실린더 수집기에 연결한다.

7.1.2.5 증류플라스크의 상부로부터 수산화소듐용액(50 %) 40 mL를 넣고 증류플라스크를 가열하여 5 mL/min ~ 7 mL/min의 유출속도로 증류한다.

7.1.2.6 수집기의 유출액량이 약 180 mL가 되면 증류를 중지하고 냉각관을 증류플라스크와 분리하여 냉각관의 내부를 소량의 증류수로 씻어서 수집기에 합하고 정제수를 넣어 200 mL로 한다(B액).

7.2 분석방법

7.2.1 7.1.1과 7.1.2에서 얻어진 A, B액의 일부 또는 전량을 취하여 수질오염공정시험기준의 암모니아성 질소 시험방법(ES 04355.1d 또는 ES 04355.3c)에 따라 시험하고, 따로 시료와 같은 양의 정제수를 취하여 1 L 증류플라스크에 넣고 시료의 전처리와 같은 조작을 하여 바탕시험용액으로 한다.

7.3 검정곡선 작성

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

8.0 결과보고

ES 04355.1d 또는 ES 04355.3c의 농도계산에 따라 바탕시험용액을 대조액으로 하여 각각 A, B액 중의 암모니아성 질소의 농도를 구한 후, 두 값을 합하여 시료의 총질소 농도 (mg/L)로 한다.

9.0 참고자료

9.1 한국산업표준(KS), KS I 3217, 공장폐수시험방법 41.1항 “총합법”, 산업표준심의회, (2018)

9.2 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd ed, Part 4500-N, “Nitrogen”, APHA, AWWA, WEF, (2017)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.02 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 %