

퇴적물 총질소-과황산포타슘법
(Total nitrogen-potassium persulfate method)

2025

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 퇴적물 측정망의 총질소를 측정하기 위한 방법으로, 시료를 알칼리성 과황산 포타슘 존재 하에 가압멸균 처리하여 산화시킨다. 여과한 후 여과용액의 일부를 취하여 pH를 조절하고 자외선/가시선 분광광도계를 이용하여 220 nm의 파장에서 흡광도를 측정한다. 고온연소하는 경우(원소분석기법)에 비해 산화율이 낮으므로, 글라이신의 산화율을 적용하여 측정치를 보정한다.

1.2 적용범위

1.2.1 하천 및 호소의 퇴적물 시료채취 시 적용한다.

1.2.2 이 방법의 정량한계는 500 mg/kg이다.

1.2.3 난분해성 유기물 또는 자외부에서 흡광도를 나타내는 브롬이온 및 크롬이온 등이 다량으로 포함 되어있는 시료에는 이 방법을 적용하지 않는다.

1.3 간섭물질

1.3.1 퇴적물 중에서 총유기탄소의 함량이 2.7 % 이상인 시료, 산화 과정을 거친 시료에서 10 mg/L 이상의 브롬이온 또는 0.2 mg/L 이상의 크롬이온이 존재할 경우 간섭에 의한 영향이 나타난다.

1.3.2 1.3.1과 같은 특성의 퇴적물 시료에 대하여는 원소분석기로 분석한다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 자외선/가시선 분광광도계 (UV/VIS spectrophotometer)

파장 220 nm의 영역에서 흡광도 측정이 가능한 자외선/가시선 분광광도계를 사용한다. 셀은 투과 길이 10 mm의 석영제품이어야 한다.

3.2 분석용 저울

0.0001 g까지 무게를 측정할 수 있는 전자저울을 사용한다.

3.3 고압증기멸균기

고온고압의 수증기를 사용하여 시료를 가열하는 장치로 120 °C로 일정 시간 동안 가열이 가능한 것을 사용한다.

3.4 분해병

분해병은 테플론 재질의 뚜껑을 가져야 하며 본체는 유리, 폴리프로필렌, 테플론 등의 재질로 이루어진 병이어야 한다. 테플론 뚜껑은 내압 및 내열의 밀봉이 가능하기 때문에 시료 분해 시 내부 물질의 유지에 적합하다고 할 수 있다. 또한 본체 병의 크기는 250 mL의 것을 사용하는 것이 가장 적합하다.

3.5 부피플라스크

테플론 재질의 뚜껑을 가진 플라스크를 이용하되 그 재질이 유리로 이루어져 있어야 한다. 용기의 크기는 100 mL, 500 mL, 1 L 등 다양하게 사용하되 실험 목적 및 시료 양에 적합한 것을 선택하여 사용하도록 한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 알칼리성 과황산 포타슘용액 (oxidation reagent)

1 000 mL 부피플라스크에 정제수 500 mL을 넣고 수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH, 분자량 : 40.0, 질소함량 0.0005 % 이하) 15.0 g을 녹인 다음 과황산포타슘 (potassium persulfate, $K_2S_2O_8$, 분자량 : 270.32, 질소함량 0.0005 % 이하) 50.0 g을 넣어 녹인다. 완전히 혼합한 후 정제수를 표선까지 채운다. 이 용액은 사용할 때 조제한다.

4.2 염산(1 + 25)

정제수 250 mL에 진한염산 (conc-hydrochloric acid, HCl, 분자량 : 36.46) 10 mL를 넣어 혼합한다.

4.3 글라이신

순도 99.9 % 이상의 글라이신 (glycine, $C_2H_5NO_2$, 분자량 : 75.07)을 사용한다.

4.4 질산성 질소 표준원액(1 000 mg/L)

4시간 정도 105 °C ~ 110 °C의 온도에서 건조한 질산포타슘 (potassium nitrate, KNO_3 , 분자량 : 101.10) 0.722 g을 100 mL 부피플라스크에 넣는다. 정제수를 넣고 질산포타슘을 완전히 녹인 후 정제수로 표선까지 채운다.

4.5 질산성 질소 표준용액(100 mg/L)

질산성 질소 표준원액 10 mL을 정확히 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣는다.

정제수로 표선까지 채운다.

4.6 글라이신 표준원액(1 000 mg/L)

글라이신 (glycine, $C_2H_5NO_2$, 분자량 : 75.07) 2.679 g을 500 mL 부피플라스크에 넣고 적당량의 정제수를 넣어 완전히 녹인 다음 정제수로 표선까지 채운다.

4.7 글라이신 표준용액(2 mg/L)

글라이신 표준원액 1 mL을 정확히 취하여 500 mL 부피플라스크에 넣는다. 정제수로 표선까지 채운다.

5.0 시료채취 및 준비

5.1 시료채취

ES 04160.1 퇴적물 채취 및 분석용 시료조제에 따른다.

5.2 준비

건조, 분쇄된 시료를 보관용기에서 취하기 전에 잘 혼합한다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 방법검출한계, 정량한계, 방법바탕시료, 정밀도 및 정확도의 측정방법과 검정곡선의 작성 및 검증, 내부정도관리 주기는 ES 04001 정도보증/정도관리에 따른다.

6.2 정도관리 목표 값은 표 1을 따른다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 퇴적물을 정확하게 100 mg 취하여 250 mL 분해병에 옮긴다. 퇴적물 시료를 넣지 않은 분해병 또는 인을 함유하지 않은 퇴적물을 방법바탕시료로 한다. 정제수 50 mL를 넣어 혼합한다. 여기에 알칼리성 과황산 포타슘용액 50 mL를 넣어 마개를 닫고 흔들어 섞은 다음 고압증기멸균기에 넣고 가열한다. 약 120 °C가 될 때부터 45분간 가열 분해하고 분해병을 꺼내 실온까지 냉각한다.

7.1.2 산화율 보정을 위해 글라이신 표준용액(2 mg/L) 50 mL와 알칼리성 과황산 포타슘용액 50 mL를 250 mL의 분해병에 넣고, 시료와 동일한 과정으로 전처리한다.

7.2 검정곡선 작성

100 mL 부피플라스크에 질산성 질소 표준용액(100 mg/L) 1 mL ~ 10 mL를 단계적으로 취하여 넣고 정제수로 표선까지 채운다. 이 용액들과 정제수(검정곡선 바탕시료)에 대해 7.3.1~7.3.2와 같이 시험하여 질소의 농도 (mg/L)에 따른 흡광도 검정곡선을 작성한다.

7.3 질소 측정

7.3.1 전처리된 시료의 상층액을 약 50 mL 취하여 유리섬유여과지 (GF/C)로 여과하고 처음 여과용액 5 mL ~ 10 mL는 버린 다음 여과용액 25 mL를 정확히 취하여 50 mL 비커에 옮긴다.

7.3.2 여기에 염산(1 + 25) 5 mL를 넣어 pH 2 ~ 3으로 하고 이 용액의 일부를 증장 10 mm 셀에 옮겨 흡광도 측정용 시료용액으로 한다.

7.3.3 검정곡선 바탕시료를 대조액으로 하여 220 nm에서 흡광도를 측정한다. 만약, 시료용액의 흡광도가 검정곡선의 흡광도 범위를 초과하면, 회화시키는 퇴적물의 양을 줄여서 분석한다.

7.3.4 7.2에서 미리 작성한 검정곡선으로부터 시료용액의 총질소 농도를 구한다.

8.0 결과보고

8.1 퇴적물 시료의 총질소 농도 (mg/kg)

$$\text{총질소 (mg/kg)} = (C-B) \times f \times V/w \quad (\text{식 1})$$

여기서, C : 퇴적물 시료용액의 질소 농도 (mg/L)
 B : 방법바탕시료용액의 질소 농도 (mg/L)
 f : 보정계수(글라이신 표준용액의 계산 값/실제측정 값)
 V : 고압멸균한 용액의 부피 (여기서는 0.1 L)
 w : 퇴적물 취한 양 (여기서는 0.1×10^{-3} kg)

8.2 결과 보고

정수자리까지 보고한다.

9.0 참고자료

9.1 정진아, 박청길, 김동명, “알칼리성 과황산칼륨 산화법을 이용한 해수와 담수에
 서의 총질소 총인 동시분석방법에 대한 연구”, 한국물환경학회지, 19(3), 287-292,
 2003

9.2 정광욱, 윤춘경, 함종화, “총질소 분석방법 비교”, 2001년도 한국농공학회 학술
 발표회 논문집, 421-425, 2001

9.3 조성렬, 김충래, 박순달, 김학성, “총질소 분석방법 비교”, 한국수질보전학회지,
 13(1), 43-49, 1997

9.4 물환경종합평가방법 개발 조사연구(III) - 퇴적물조사 및 평가체계 연구, 제3절
 퇴적물공정시험법(안), 국립환경과학원, 2006

9.5 하천·호소퇴적물 모니터링시험사업(I), 국립환경과학원, 2008

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	500 mg/kg
방법바탕시료 측정값	방법검출한계(160 mg/kg) 이하
검정곡선	검정곡선의 결정계수 ≥ 0.98 또는 감응계수의 상대표준편차 $\leq 25\%$
검정곡선 검증	검정곡선 작성 시 값과 차이가 25 % 이하
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %