수질공정시험법과 Standard Method의 총질소 분석방법비교

Comparison of the Total Nitrogen Determination Methods by UV spectrophotometric method and Standard method

Sang-Chan Park*, Jong-Ho Park**, Byung-Wook Kang*
, Sung-Hee Lee*, In-Soo Chang*, Jung-Sik-Cho***

*Dept of Environmental Engineering, Chungju National University

**Dept of Inland fisheries Research Institute, Chung Cheong Buk-Do

***Dept of Environmental Engineering, Chungbuk National University

요 약

알카리성 과황산칼륨을 이용한 자외선 흡광광도법은 수중의 총질소를 간편하면서도 신속하고 정확하게 분석할 수 있는 방법으로 각각의 질소성분을 standard method에 의해 분석한 후 이들을 합산하는 방법보다 회수율이 좋게 나타났다. 자외선 흡광광도법을 이용할 경우 Cr(W)이온과 Br이온에 의해 방해를 받으므로, Br이온을 다량 함유하는 해수의 총질소 분석방법으로는 적합하지 않은 것으로 관찰되었다. 전처리를 한 후 220 nm에서 흡광도를 측정하기 위해서는 탄산염의 방해를 방지하기 위해 pH를 $2\sim3$ 으로 조절한 후 분석해야만 하고, 알카리성 과황산칼륨을 이용한 자외선 흡광광도법은 총질소를 분석하는 방법으로 우수성이 입증되었으나 각 형태별 질소의 농도를 측정할 수 없는 단점이 있으므로 각 형태별 질소의 농도를 측정하기 위해서는 standard method를 이용해야 된다.

본 연구에서 알카리성 과황산칼륨을 이용한 자외선 흡광광도법은 총질소를 분석하는데 있어서 standard method에 의한 합산법보다 시간과 노력을 절약할 수 있는 것으로 검토되었다.

1. 서론

환경측면에서 관심의 대상이 되는 형태의 질소는 유기질소, 암모니아성 질소, 아질산성질소, 질산성 질소이다. 그러나 최근 수질관리에 있어서 가장 관 심의 대상이 되는 부영양화 현상의 예측과 제어는 수중에 존재하는 질소의 총량을 기준으로 하고 있 다.

현재 양식장 배출수에 대한 규제는 시설 규제에서 농도 규제로 규제방식의 전환이 검토되고 있으며, 특정 공공수역을 대상으로 하여 대상수계에 유입되는 오염물질을 총량으로 규제하는 수질총량규제로 전환되고 있다. 2008년부터 5대강 수역의 모든 지역

이 오염물질 총량 규제 적용 대상이 될 것으로 전망되며, 이에 대한 내수면 양식장도 사전 기초 자료를 확보하는 것이 필요하다. 따라서 담수 수계의 부영양화 물질인 총질소(total nitrogen, T-N)를 대상으로 간편하고 신속히 분석하는 방법이 요구된다.

2. 연구대상 및 방법

2.1 자외선흡광도법

시료중 질소화합물을 알카리성 과황산칼륨으로 120 ℃에서 유기물과 함께 분해하여 질산이온(nitrate)으로 산화시킨 후 산성상태로 하여 220 nm에서 UV Vis spectrophotometer (HP 8453, Hewlett Packard, USA)로 흡광도를 측정하여 질소를 정량하는 방법이다.

시료 50 mL(질소함량이 0.1 mg 이하)를 분해병에 넣고 알카리성 과황산칼륨용액 10 mL를 넣어 마개를 닫고 고압증기멸균기에 옮겨 120 ℃에서 30분간가열한 후 분해병을 꺼내 방냉하였다. 분해가 끝난시료의 상등액을 취하여 GF/C 여과지(ψ=1.2μm, Whatman)로 여과한 후 25 mL를 취해 50 mL 용량플라스크에 옮겨 염산 (1+16) 5 mL를 넣어 pH를 2~3으로 조절한 후 증류수를 넣어 표선을 채워 검액으로 하였다. 이 용액을 light path가 1 cm인 석영제 cell에 취해 220 nm에서 흡광도를 측정하여 미리 작성한 검량선으로부터 질소의 양을 구해 다음식으로 질소의 농도를 계산하였다.

총질소 (mg-N/L) = a × 60/25 × 1,000/V 여기서, a = 검량선으로부터 구한 질소의 양 (mg)

V = 전처리에 사용한 시료의 양 (mL)

검량선의 작성은 질산성 질소 표준액 (0.002 mg-N/mL) 0~25 mL를 단계적으로 취해 50 mL 용 량플라스크에 넣고 염산 (1+500) 5 mL를 넣어 pH 를 2~3으로 조절한 후 증류수를 넣어 표선까지 채운 다음, 이 용액을 석영 cell에 취해 220 nm에서 흡광도를 측정하여 질소의 양과 흡광도와의 관계선을 작성하였다.

2.2 Standard method와 비교실험

Standard method를 이용하여 아질산성 질소, 질산성 질소, TKN을 측정하여 총질소를 구하고, 이것을 자외선흡광광도법을 이용한 총질소 농도와 비교하였다. Standard method를 이용한 경우, 총질소의 농도는 TKN, 아질산성 질소, 질산성 질소의 합으로구하였으며, 암모니아성 질소와 유기질소는 따로 분석하지 않고 TKN으로 결정하였다. TKN은 4500-Norg C. Semi-micro-kjeldahl method, 아질산성질소와 질산성 질소는 ion chromatography(ICS-1500, Dionex, USA)로 결정하였다. Standard method와 비교실험은 기지시료와 미지시료로 나누어 실험하였다. 기지시료는 앞에서 이용한 방법과 동일하며, NH₃-N: NO₂-N: NO₃-N: org.-N의 조합비를 2: 1:1:1로 각성분을 조합하여 5 mg/L, 10 mg/L, 20 mg/L로 조제하였으며, 미지시료는 C연구소의 사

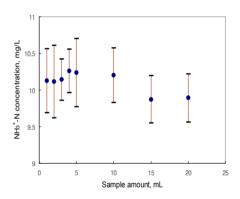
육수 유입수와 배출수를 이용하여 실험하였다.

3. 연구결과

3.1 단일성분분석

3.1.1 암모니아성 질소

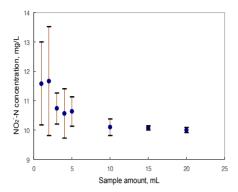
Ammonium chloride를 이용하여 조제한 기지농도의 암모니아성 질소를 자외선 흡광광도법으로 실험한 결과는 그림 1과 같다. 10 mg NH4-N/L 용액을 1~20 mL까지 단계적으로 실험한 결과 평균 회수율은 101.1%로 과황산칼륨의 암모니아 산화능력이 매우 높은 것으로 나타났다. 회수율은 실측 농도를 조제한 농도로 나눈 후 100을 곱하여 구하였다. 회수율이 100%를 초과한 것은 실험중에 생긴 오차에 기인한 것으로 사료된다. 시료량이 증가할수록 데이터의 편차는 감소하는 것으로 나타났으며, 시료량이 10 mL(총질소량으로 0.1 mg) 이상에서는 큰 변화가없는 것으로 나타났다.



[그림 1] Determination of ammonia nitrogen by UV method (bar present 95% confidence interval).

3.1.2 아질산성 질소

시료량이 작았을 때 아질산성 질소의 경우는 암모 니아성 질소보다 데이터의 편차가 더욱 크게 나타났 다(그림. 2). 앞에서와 마찬가지로 시료량이 증가함 에 따라 편차는 감소하는 것으로 나타났다. 과황산 칼륨에 의한 nitrite의 산화율도 매우 우수한 것으로 나타났다.



[그림 2] Determination of nitrite by UV method (bar present 95% confidence interval).

참고문헌

- [1] AHPA., AWWA and WPCF, "Standard methods for the examination of water and wastewater", 18th edition. 1989
- [2] Anderson, J. M., "Ecology for environmental science", Biosphere, ecosystem and man. J. Willey & Sons Press, NY. USA. 1981.
- [3] 류재근, "호소 부영양화 방지기술의 현황과 전망", 대한위생학회논문집, Vol, 7, pp. 35-44, 1992.
- [4] 이병헌, 김현철, 김정숙, 최 혁, "삼상유동층 공법을 이용한 양어장 순환수처리", 수산관련학회 공동학술대회 춘계논문집, pp. 359-360, 1999.