

환경대기 중 옥시던트 측정방법 -

2016

알칼리성요오드화칼륨법

(Determination of Oxidants -

Neutral Buffered Potassium Iodide Method)

1.0 개요

1.1 목적

1.1.1 이 시험방법은 환경대기 중의 옥시던트 (오존 (O_3)으로서) 농도를 측정하기 위한 시험방법이다.

2.0 용어정의

이 측정방법에서 사용되는 용어의 뜻은 다음에 의하고 그 이외의 것은 ES 01001에 준한다.

2.1 옥시던트

전옥시던트, 광화학옥시던트, 오존 등의 산화성물질의 총칭

2.2 전옥시던트

중성요오드화 칼륨용액에 의해 요오드를 유리시키는 물질의 총칭

2.3 광학옥시던트

전옥시던트에서 이산화질소를 제외한 물질

2.4 제로가스 (zero gas)

측정기의 영점을 교정하는데 사용하는 교정용 가스

2.5 스패가스 (span gas)

측정기의 스패를 교정하는데 사용하는 교정용 가스

2.6 교정용가스

측정기의 교정에 사용하는 가스로서 제로가스 (zero gas), 스패가스 (span gas), 눈금 교정용가스 등의 총칭

2.7 제로 드리프트 (zero drift)

어느 일정기간동안 측정기의 영점에 대한 지시치의 변동

2.8 스패 드리프트 (span drift)

어느 일정기간동안 측정기의 스패에 대한 지시치의 변동

2.9 설정유량

측정기에서 정한 시료기체 및 교정가스 등의 유량

3.0 분석기기 및 기구

3.1 시료 대기 채취방법

시료 대기 채취방법은 ES 01115 환경대기 시료채취방법에 따른다.

3.2 측정 원리

3.2.1 이 방법은 대기 중에 존재하는 저농도의 옥시던트 (오존)를 측정하는데 사용된다. 이 방법은 다른 산화성물질이나 환원성물질이 방해하며 아황산가스나 이산화질소의 방해는 시료를 채취하는 동안에 제거 시킬 수 있다.

3.2.2 이 방법에 의한 오존의 검출한계는 1 ~ 16 µg이며, 더 높은 농도의 시료는 흡수액으로 적당히 묽혀 사용할 수 있다.

3.2.3 이 방법은 대기중에 존재하는 미량의 옥시던트를 알칼리성 요오드화 칼륨용액에 흡수시키고 초산으로 pH 3.8의 산성으로 하면 산화제의 당량에 해당하는 요오드가 유리된다. 이 유리된 요오드를 파장 352 nm에서 흡광도를 측정하여 정량한다.

3.2.4 산화성물질 또는 환원성물질은 요오드화칼륨을 요오드로 산화 시키는데 영향을 미친다. 아황산가스는 흡수액에 과산화수소수를 가하여 흡수시키면 아황산가스가 황산이온으로 산화되며 여분의 과산화수소수는 초산을 가하기전에 끓여서 제거한다. 대기 중의 산소는 흡수액을 감지할 수 있을 정도로 산화시키지 않는다.

3.3 시료채취장치

3.3.1 흡광광도계

3.3.2 시료가스 채취장치

100 mL 이상의 용액을 주입시킬 수 있는 흡수병 (Midget Impinger) 2 개, 유량계 (20 ~ 30 L/min의 범위에서 사용할 수 있는 것) 1 개, 흡인펌프 1 개를 준비하여 시료채취장치를 조립하며, 이때에 흡수용 U자관은 필요 없다.

4.0 시약 및 표준용액

측정에 사용되는 모든 시약은 분석용 특급 시약을 사용하여야 한다.

4.1 시약

4.1.1 흡수액

수산화나트륨용액 (0.4 %) 100 mL에 요오드화칼륨 1 g을 용해한 것을 사용한다.

4.1.2 초산 (3 N)

4.1.3 과산화수소수 (1+29)

4.1.4 수산화나트륨용액 (0.4 %)

4.2 표준용액

4.2.1 요오드산칼륨 표준액

검량선에 사용하는 요오드산 칼륨표준액 1 mL 중에, 1.49 μg KIO_3 가 함유되도록 용액을 제조한다.

이 용액 1 mL는 1 μg O_3 에 상당하다.

$$\begin{aligned} 1.49 \mu\text{g } \text{KIO}_3 &= 7 \times 10^{-9} \text{ mol } \text{KIO}_3 = 2.1 \times 10^{-8} \text{ mol } \text{I}_2 \\ &= 2.1 \times 10^{-8} \text{ mol } \text{O}_3 = 1 \times 10^{-6} \text{ g } \text{O}_3 = 1 \mu\text{g } \text{O}_3 \\ 1 \mu\text{g } \text{O}_3 &= 0.021 \times 10^{-6} \text{ mol } \text{O}_3 \end{aligned}$$

5.0 시료채취 및 관리

5.1 시료채취방법

5.1.1 두 개의 흡수병에 흡수액 30 mL씩을 정확히 주입하고 물을 가하여 75 mL로 한다. 가능한 직사광선을 피하도록 한다.

5.1.2 흡인펌프를 사용하여 30 L/min의 유속으로 직렬로 연결한 2 개의 흡수병에 시료 대기를 약 30 분간 흡입한다.

제 2 흡수병은 산화물을 세척한 후 공기에 대한 바탕시험을 하기 위한 것이다.

5.1.3 흡입한 공기량은 시료채취시의 온도와 압력으로부터 실측상태 (760 mmHg, 25 $^{\circ}\text{C}$)의 공기량으로 환산한다.

5.1.4 흡수액의 증발이 있을 때는 물을 가하여 전량을 75 mL로 한다.

5.1.5 만일 시료채취 직후 측정할 수 없을 때는 깨끗이 건조한 유리마개가 달린 메스실린더에 옮겨 보관한다. 장기간 보관하면 유리마개가 교착될 염려가 있으며, 포집된 옥시

던트는 안정된 화합물이므로 수일간 보관할 수 있다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 검정곡선 작성

6.1.1 3 개의 50 mL 유리마개가 달린 메스실린더에 흡수액 30 mL씩을 넣고 여기에 요오드산칼륨 표준용액 1 mL, 1.3 mL, 1.5 mL를 가하고 각각에 물을 가하여 40 mL로 한다. (이것은 오존 1 µg, 1.3 µg, 1.5 µg에 상당하는 양이다)

6.1.2 3 N초산 약 10 mL씩을 가하여 pH 3.8로 조절한다.

6.1.3 잠시 후 352 nm에서 각각의 흡광도를 측정하고 흡광도와 오존량과의 관계선을 작성한다.

7.0 분석절차

7.1 분석방법

7.1.1 흡수병의 내용물을 100 mL 비커에 옮겨 넣고 과산화수소수 (1+29) 1 방울을 가하여 아황산가스를 황산으로 산화시킨다.

7.1.2 여분의 과산화수소수를 분해시키기 위하여 10 mL 이하가 될 때까지 끓인다.

7.1.3 냉각 후 유리마개가 달린 메스실린더 (50 mL)에 옮겨 넣고 3 N 초산을 가하여 (약 10 mL) pH 3.8로 조절한다.

7.1.4 물을 가하여 50 mL로 하고 잠시 후 352 nm에서 흡광도를 측정한다. 이 때 대조액으로는 증류수를 사용한다.

7.1.5 두번째 흡수병의 흡수액에 대하여 같은 방법으로 흡광도를 측정하여 바탕시험치

로 한다.

8.0 결과보고

시료대기중의 오존의 농도는 다음 식으로 구한다.

$$\text{오존의 농도(ppb)} = \frac{B \times 10^{-6} \times 24.47 \times 10^9}{48A} = \frac{B \times 509}{A} \quad (\text{식 1})$$

여기서 A : 채취한 시료대기량을 실측상태 (760 mmHg, 25 ℃)로 환산한 것 (L)

B : 검량선에서 구한 오존량 (μg)

9.0 참고자료 “내용 없음”

10.0 부록 “내용 없음”