

환경대기 중 옥시던트 자동측정법 -

2016

중성요오드화칼륨법

(Method for the Determination of Ozone in Ambient Air -
Neutral Buffered Potassium Iodide Method)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험방법은 환경대기 중의 옥시던트 (오존으로서) 농도를 측정하기 위한 것으로서, 중성요오드화칼륨법에 관한 것이다.

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 이상화질소를 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 측정부

3.2.1 측정 원리

이 방법은 중성요오드화 칼륨 흡수액을 사용하는 흡광광도법으로서 시료대기중에 함유하는 전옥시던트 농도를 연속적으로 측정한다.

흡수액에 시료대기를 일정량으로 흡수시켜 유리되는 요오드의 흡광도를 측정하여 시료 대기 중에 함유된 전옥시던트 농도를 구한다.

3.2.2 성능

3.2.2.1 측정범위 : 측정범위는 원칙적으로 0.5 ppm O₃^[1]로 한다.

3.2.2.2 재현성 : 동일조건에서 제로가스와 스펠가스를 번갈아 3 회 도입해서 각각의 측정치의 평균치로부터의 편차를 구한다. 이 편차가 최대눈금치의 ± 2 %이내여야 한다.

3.2.2.3 제로 드리프트 (Zero Drift) : 동일조건에서 스펠가스를 연속적으로 도입했을 때의 변동이 24 시간 동안 최대눈금치의 ± 2 %이내여야 한다.

3.2.2.4 스펠 드리프트 (Span Drift) : 동일조건에서 스펠가스를 연속적으로 도입했을 때의 변동이 24 시간 동안 최대눈금치의 ± 2 %이내여야 한다.

3.2.2.5 지시오차 (직선성) : 제로교정 및 스펠교정을 한 후 중간눈금부근의 교정용 가스를 주입시켰을 때 이에 대응하는 일산화탄소 농도에 대한 지시오차는 최대눈금치의 ± 5 %이내여야 한다.

3.2.2.6 응답시간 : 시료대기채취구를 통하여 설정유량의 교정용가스를 도입시켜 측정기의 지시치가 스펠가스의 90 % 응답을 나타내는 시간은 2 분 30 초 이하여야 한다.

3.2.2.7 예열시간 : 전원을 넣고 나서 8 시간 이내에 안정화되고 이후 제로 드리프트 및 스펠 드리프트에 관해 3.2.2.4 및 3.2.2.5의 성능이 얻어져야 한다.

3.2.2.8 주위온도 변화에 대한 안정성 : 주위온도 변화에 대한 안정성은 주위온도가 표시허용온도 범위내에서 ± 5 °C변동해도 3.2.2.4 및 3.2.2.5의 성능을 만족시켜야 한다.

3.2.2.9 전원변동에 대한 안정성 : 전원전압이 전격전압의 ± 10 % 이내로 변동해도 지시변화는 최대눈금치의 ± 1 % 이내여야 한다.

3.2.2.10 전송출력 : 기록계용 이외로 전송출력을 필요로 할 경우는 일산화탄소 농도와 직선비례관계가 있는 직류 0 ~ 1 V 혹은 1 ~ 5 V (어느 것이든 내부저항 500 Ω 이하)

[1] 오존으로 교정한 ppm값

또는 직류 4 ~ 20 mA로 한다.

3.2.2.11 내전압 : 상용전원을 사용하는 측정기에서는 습도 85 %이하에서 전체의 전원 단자와 바깥상자와의 사이에 AC 1 000 V를 1 분간 가해도 이상이 있어서는 안된다.

3.2.3 장치 구성

측정기는 필터, 세정기, 유량계, 가스흡수부, 시료대기 흡인펌프, 흡착필터, 흡수액 송액 펌프, 흡수액 탱크, 흡광도 측정부, 증폭부 및 지시기록부 등으로 구성될 수 있으며, 각 측정부는 ES 01115 4.3의 성능을 만족시킬 수 있도록 구성되어야 한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 흡수액

이 측정기에서 사용되는 흡수액은 원칙적으로 2 % 중성요오드화 칼륨용액으로서 다음과 같이 제조하여 사용한다. 요오드화 칼륨(KI) 200 g, 인산이수소 칼륨(KH_2PO_4) 140 g, 인산일수소나트륨($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) 360 g을 물에 녹여 10 L로 하고, 10 % 수산화나트륨 또는 10 % 인산을 사용하여 pH를 7.0 ± 2 로 조절한다. 이 흡수액은 약 하루 동안 방치한 후 사용한다.

4.2 표준용액

4.2.1 요오드 표준용액

아이오딘화칼륨 (KI, potassium iodide, 분자량: 164.9, 99 %) 10 g과 요오드(I, iodine, 분자량: 253.86, 특급) 3.173 g를 차례로 증류수에 녹이고 증류수를 가하며 전체를 50 mL가 되게 한다. 이 용액은 0.05 N 요오드용액이며 상온에서 적어도 1 일 방치한 후 사용한다. 요오드의 무게를 정확히 달면 이 표준용액의 표정은 필요 없으나 표정을 하고자 할 때는 녹말용액을 지시약으로 하여 티오황산나트륨 표준액 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, sodium thiosulfate solutions, 분자량: 158, 0.6 ~ 22.9 %)으로 표정한다.

4.2.2 눈금교정용 등가액

다음 식에서 구한 양의 요오드 표준액을 채취하고 여기에 흡수액을 가하여 1,000 mL로 한다.

$$V = \frac{C \times f}{v \times 1.2} \times 100 \quad (\text{식 1})$$

여기서 V : 요오드 표준액 채취량 (mL)

C : 개략오존농도 (v/v ppm)

f : 시료가스유량 (L/min)

v : 흡수액유량 (mL/min)

4.2.3 스펠조정용 등가액

4.2.2에 의해 제조된 눈금교정용 등가액으로 부터 이용액의 오존농도 상당값은 스펠가스를 사용하여 구하고 이 농도를 측정범위 (Range)의 최대눈금값의 약 90 %에 오는 것을 사용한다.

4.2.4 제로조정용 등가액

제로조정용 등가액은 흡수액을 그대로 사용한다.

5.0 시료채취 및 관리

스펠가스의 도입을 중지하고 시료대기의 설정 유량으로 도입해서 연속 측정을 한다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 검량선 작성방법

ES 01001에 따른다.

6.2 표시

측정기에는 다음 사항을 표시해야 한다.

6.2.1 제조업자명 또는 등록상표

6.2.2 제조업자가 부여한 측정기형명

6.2.3 제조번호

6.2.4 제조년월일

6.2.5 측정성분

6.2.6 측정범위

6.2.7 전원의 종류, 전압 (V), 주파수 (Hz), 및 소요전력 (W) 또는 피상전력 (VA)

6.2.8 필요에 따라서는 전송출력의 종류 및 사용서에 기재한 시험성적을 첨부할 것

7.0 분석절차

7.1 측정기의 설치

측정기의 설치장소는 다음과 같은 조건을 갖추어야 한다.

7.1.1 진동이 없을 것

7.1.2 고농도 부식가스, 분진 및 높은 습도를 함유한 바람이 직접 들어오지 말 것

7.1.3 습도가 높지 않을 것

7.1.4 온도가 40 °C 이하로 직사일광을 피하고 온도변화가 적을 것

7.1.5 전원의 전압 및 주파수의 변동이 적을 것

7.1.6 시료대기 채취관^[2]을 되도록 짧게 하고 또 빗물, 배출가스 등을 직접 흡인하지 말것

[2] 시료대기 채취관의 재질은 흡착성이 적은 4 불화에틸렌수지 등을 사용하는 것이 바람직하다.

7.2 교정 절차

측정기가 정상 상태에 도달하면 교정용 증가액으로 다음 방법에 의해 교정을 한다.

7.2.1 제로조정용 증가액을 측정셀에 넣고 지시가 안정되면 0 ppm을 나타내도록 영점 조정을 한다.

7.2.2 스펠조정용 증가액을 측정셀에 넣고 지시가 안정되면 소정의 오존농도를 나타내도록 스펠조정을 한다.

7.2.3 필요에 따라 7.2.1 및 7.2.2 조작을 반복하고 제로 및 스펠값이 일치될 때까지 실시한다.

7.3 측정 절차

7.3.1 장치의 각 부분을 점검하고 특히 가스가 새지 않는가를 확인한 다음 정해진 순서에 따라 전원을 넣고 측정계가 안정할 때까지 필요한 조정을 행한다.

7.3.2 측정계가 안정되면 제로가스 (zero gas)와 스펠가스 (span gas)를 사용하여 최저 눈금값과 최고 눈금값의 교정을 행한다.

7.3.3 시료를 도입하여 연속적으로 지시 또는 기록되도록 한다.

7.4 보수점검 절차

필요에 따라 정기적으로 다음 사항을 보수 점검한다.

7.4.1 여과지 교환

7.4.2 시료대기 유량의 작동 상황의 점검

7.4.3 냉각 제습기의 작동 상황의 점검

7.4.4 응축수의 배출 상황의 점검

7.4.5 가습기 수량의 점검

7.4.6 기록지의 교환

7.4.7 기록잉크의 보급

8.0 결과보고

측정 결과는 적절한 기록 매체 (컴퓨터 등)에 기록하여 보관하고 물 분율 농도로 보고한다.

9.0 참고자료 "내용 없음"

10.0 부록 "내용 없음"