

배출가스 중 암모니아 -

2021

자외선/가시선분광법 - 인도페놀법 (Ammonia in Flue Gas - UV/VIS Spectrometry - Indophenol Method)

1.0 개요

이 시험기준은 화학반응 등에 의하여 굴뚝 등에서 배출되는 배출가스 중의 암모니아를 분석하는 방법에 대하여 규정한다.

1.1 목적

분석용 시료 용액에 페놀-나이트로프루시드소듐 용액과 하이포아염소산소듐 용액을 가하고 암모늄 이온과 반응하여 생성하는 인도페놀류의 흡광도를 측정하여 암모니아를 정량한다.

1.2 적용범위

시료채취량 20 L인 경우 시료 중의 암모니아의 농도가 (1.2 ~ 12.5) ppm인 것의 분석에 적합하고, 이산화질소가 100 배 이상, 아민류가 몇십 배 이상, 이산화황이 10 배 이상 또는 황화수소가 같은 양 이상 각각 공존하지 않는 경우에 적용할 수 있다. 방법검출한계는 0.4 ppm이다.

2.0 용어정의 “내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 장치의 개요

일반적으로 사용하는 자외선/가시선분광 분석 장치는 그림 1과 같이 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

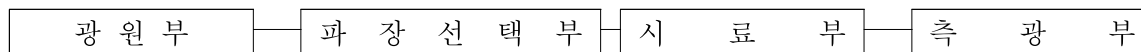


그림 1. 자외선/가시선분광 분석장치

3.2 구성장치

3.2.1 광원부

광원부의 광원에는 텅스텐램프 중수소방전관 등을 사용하며 점등을 위하여 전원부나 렌즈와 같은 광학계를 부속시킨다. 가시부와 근적외부의 광원으로는 주로 텅스텐램프를 사용하고 자외부의 광원으로는 주로 중수소 방전관을 사용한다. 또, 전원부에는 광원의 강도를 안정시키기 위한 장치를 사용할 때도 있다.

3.2.2 파장선택부

파장의 선택에는 일반적으로 단색화장치 (monochrometer) 또는 필터 (filter)를 사용한다. 단색장치로는 프리즘, 회절격자 또는 이 두 가지를 조합시킨 것을 사용하며 단색광을 내기 위하여 슬릿 (slit)을 부속시킨다. 필터에는 색유리 필터, 젤라틴 필터, 간접 필터 등을 사용한다.

3.2.3 시료부

시료부에는 일반적으로 시료액을 넣은 흡수셀과 대조액을 넣는 흡수셀이 있고 이 셀을 보호하기 위한 셀 홀더 (cell holder)와 이것을 광로에 올려놓을 시료실로 구성된다.

3.2.4 측광부

측광부의 광전측광에는 광전관, 광전자증배관, 광전도셀 또는 광전지 등을 사용하고

필요에 따라 증폭기 대수변환기가 있으며 지시계, 기록계 등을 사용한다. 또 광전관, 광전자증배관은 주로 자외내지 가시파장 범위에서, 광전도셀은 근적외 파장범위에서, 광전지는 주로 가시파장 범위 내에서의 광선측광에 사용된다. 지시계는 투과율, 흡광도, 농도 또는 이를 조합한 눈금이 있고 숫자로 표시되는 것도 있다. 기록계에는 투과율, 흡광도, 농도 등을 자동 기록한다.

3.2.5 광전분광광도계

파장선택부에 단색화장치를 사용한 장치로 구조에 따라 단광속형과 복광속형이 있고 복광속형에는 흡수스펙트럼을 자동기록할 수 있는 것도 있다. 또 광전분광광도계에는 미분측광, 2 파장측광, 시차측광이 가능한 것도 있다.

3.2.6 광전광도계

파장선택부에 필터를 사용한 장치로 단광속형이 많고 비교적 구조가 간단하여 작업 분석용에 적당하다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 흡수액

4.1.1.1 과산화수소 (1 + 9)

1 L 부피플라스크에 30 % 과산화수소수 (H_2O_2 , hydrogen peroxide, 분자량: 34.01, (29 ~ 32) %) 100 mL를 넣고 정제수로 채운다.

[주 1] 흡수액은 제조 후 어둡고 서늘한 곳에 보관하면 1 개월간은 안전하다.

4.1.1.2 붕산 용액 (5 g/L)

1 L 부피플라스크에 붕산 (H_3BO_3 , boric acid, 분자량: 61.84, 특급) 5 g을 넣고 정제수로 채운다.

4.1.2 수산화소듐 용액 (500 g/L)

100 mL 부피플라스크에 수산화소듐 (NaOH, sodium hydroxide, 분자량: 40, 특급) 50 g 을 넣고 정제수로 채운다.

4.1.3 페놀 - 나이트로프로시드소듐 용액

페놀-나이트로프로시드소듐 용액 ($\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, phenol-sodium nitroprusside, 분자량: 313.85, 99 %)은 페놀 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$, phenol, 분자량: 94.11, 특급) 5 g 및 나이트로프로시드소듐 ($\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, sodium nitroprusside, 분자량: 297.95, 99 %) 25 mg을 정제수에 녹여서 500 mL로 한다.

4.1.4 하이포아염소산소듐 용액

하이포아염소산소듐 용액 (NaClO , sodium hypochlorite, 분자량: 74.45, 유효염소 (50 ~ 100) g/L) 600/C (C: 유효염소 (g/L)) mL^㉑와 수산화소듐 (NaOH, sodium hydroxide, 분자량: 40, 특급) 15 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다. 이 용액의 유효염소

[1] 유효염소농도 (g/L) 측정: 하이포아염소산소듐 용액 V mL (보통 10 mL)를 200 mL 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 채운 다음, 이 액 10 mL를 취하여 마개 달린 삼각플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 100 mL로 한다. 아이오드화포타슘 (KI, potassium iodide, 분자량: 165.99, 99 %) (1 ~ 2) g 및 아세트산 (CH_3COOH , acetic acid, 분자량: 60.05) (1 + 1) 6 mL를 넣어 마개를 막고 흔들어 섞은 다음 암소에서 약 5 분간 방치한다. 유리된 아이오딘을 0.05 mol/L 싸이오황산소듐 용액 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, sodium thiosulfate, 분자량: 158.11)으로 적정한다. 종말점 부근에서 액이 옅은 황색으로 되면 녹말 용액 (10 g/L) 1 mL를 가하고 계속 적정하여 청색이 없어진 때를 종말점으로 한다. 따로 정제수 V mL를 취하여 바탕 시험을 하여 적정량을 보정한다.

$$C = a \times f \times \frac{200}{10} \times \frac{1}{V} \times 0.001773 \times 1000$$

여기서, C : 유효염소농도 (g/L)

a : 0.05 mol/L 싸이오황산소듐용액의 소비량 (mL)

f : 0.05 mol/L 싸이오황산소듐용액의 역가

V : 하이포아염소산소듐용액을 취한 양 (mL)

0.001 773 : 0.05 mol/L 싸이오황산소듐용액 1 mL에 해당하는 염소의 질량 (g)

는 0.6 g/L에 해당하며, 사용 시 조제한다.

4.1.5 0.05 mol/L 싸이오황산소듐 용액

0.1 mol/L 싸이오황산소듐 용액 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, sodium thiosulfate solutions, 분자량: 158.11) 500 mL를 취해 1 L 부피플라스크에 넣은 후 정제수로 표선까지 채운다.

4.1.5.1 표정

아이오딘산포타슘 (KIO_3 , potassium iodate, 분자량: 214.0, 99.7 %)을 130 °C에서 약 2 시간 건조한 다음 데시케이터 (실리카겔, silica gel)에서 식혀 (0.35 ~ 0.36) g을 0.1 mg까지 정확히 취하고 정제수에 녹여 정확히 250 mL로 한다. 이중 25 mL를 유리마개가 있는 삼각플라스크에 정확히 취하고 정제수를 가해 100 mL로 한다. 아이오드화포타슘 (KI , potassium iodide, 분자량: 164.9, 99 %) (1 ~ 2) g과 아세트산 (CH_3COOH , acetic acid, 분자량: 60.05) (1 + 1) 6 mL를 가한 후 바로 마개를 막고 조용히 흔들어 암소에 약 5 분간 방치한다. 유리된 아이오딘을 0.05 mol/L 싸이오황산소듐 용액 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, sodium thiosulfate solutions, 분자량: 158)으로 적정한다. 종말점 부근에서 액이 옅은 황색으로 되면 녹말 용액 (10 g/L) 1 mL를 가하고 계속 적정하여 청색이 없어진 때를 종말점으로 한다. 같은 방법으로 바탕 시험을 하여 적정량을 보정한다. 역가 (f)는 다음 식에 의하여 계산한다.

$$f = \frac{m \times \frac{25}{250}}{a \times 0.001783} \quad (\text{식 1})$$

여기서, f : 0.05 mol/L 싸이오황산소듐용액의 역가

m : 아이오딘산포타슘의 채취량 (g)

a : 0.05 mol/L 싸이오황산소듐용액의 적정량 (mL)

0.001783 : 0.05 mol/L 싸이오황산소듐용액 1 mL에 해당하는 아이오딘산포타슘의 질량 (g)

[주 2] 오랫동안 보관된 것은 표정하여 보정한다.

4.2 암모니아 표준용액

130 °C에서 건조한 황산암모늄 ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, ammonium sulfate, 분자량: 132.13) 2.949 g을 취하고 정제수에 녹인 후 1 L로 하여 암모니아 표준원액으로 하고 이 표준원액

을 다시 흡수액으로 1 000 배로 묽게 하여 암모니아 표준용액으로 한다. 이 암모니아 표준용액 1 mL는 기체상 NH_3 1 μL (0 °C, 760 mmHg)에 상당한다.

4.3 1 mol/L 황산 용액

1 L 부피플라스크에 황산 (H_2SO_4 , sulfuric acid, 분자량: 98.07, 특급) 55.6 mL를 분취한 후 부피플라스크의 표선까지 정제수를 가한다.

4.4 8 mol/L 수산화소듐 용액

1 L 부피플라스크에 수산화소듐 (NaOH, sodium hydroxide, 분자량: 40, 98 %) 320 g을 넣고 부피플라스크의 표선까지 정제수를 가한다.

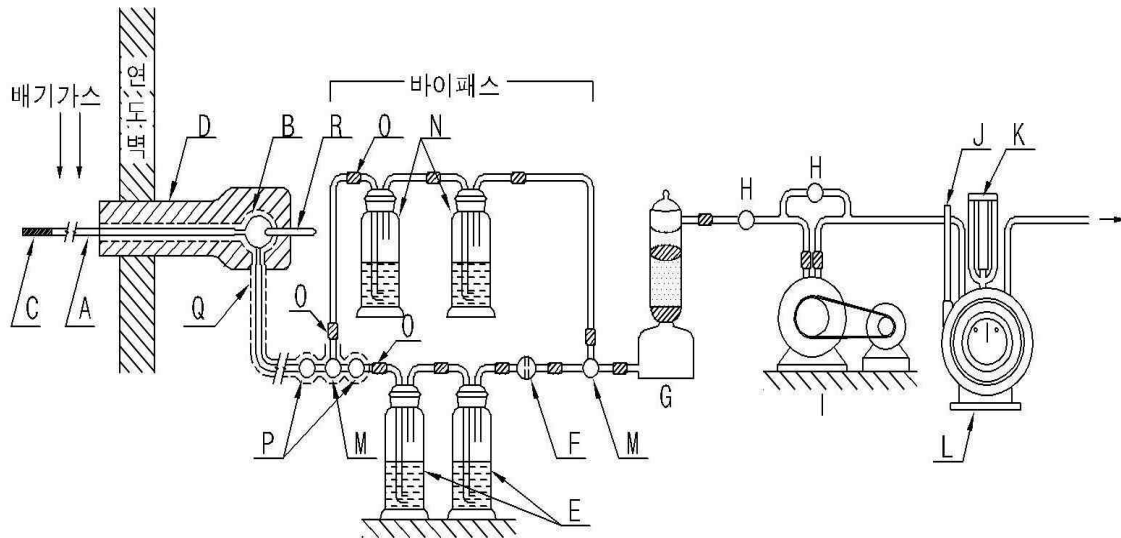
5.0 시료채취 및 관리

5.1 시료채취위치

시료의 채취위치는 대표할 수 있는 기체가 채취될 수 있는 점, 즉 기체의 유속이 현저하게 변화하지 않고 먼지 등이 쌓이지 않으며 수분이 적은 곳을 선택하여야 한다.

5.2 시료채취장치

시료채취장치는 다음 조건을 구비한 것으로 그 구성은 그림 2와 같다.



- 여기서, A : 시료가스 채취관 J : 온도계
 B : 여덫터 K : 압력계
 C : 여과지¹ L : 습식 가스미터 (1 회전 (1 ~ 5) L)
 D : 보온제 M : 3 방콕
 E : 흡수병 (부피 250 mL) N : 바이패스용 세척병²
 F : 유리필터 O : 실리콘 고무관
 G : 가스 건조탑 (입자상 실리카겔 또는 염화칼슘)
 H : 유량 조절 콕 P : 구면 갈아맞춤
 I : 밀폐식 흡입펌프 Q : 히터

¹ : 여과지로는 유리섬유여과지 또는 유리여과기를 쓴다.

² : 바이패스용 세척병에는 황산 (부피분율 10 %)을 적당량 넣는다.

그림 2. 시료채취장치의 구성 (예)

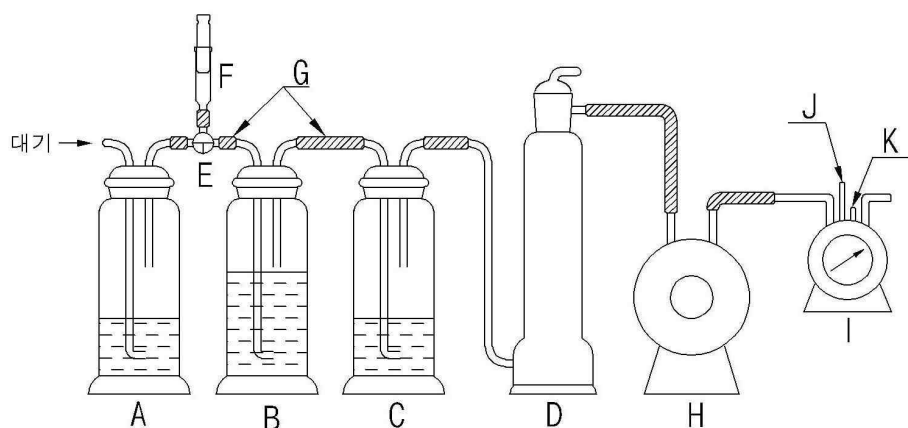
5.2.1 시료채취관은 배출가스 중의 암모니아 공존 성분¹에 의하여 부식되지 않는 재질, 예를 들면 유리관, 스테인리스강 재질 (stainless steel pipes), 석영관 및 플루오로수지관 등을 쓴다.

5.2.2 가스 중에 먼지가 섞여 들어가는 것을 막기 위하여 시료채취관의 적당한 곳에 여과재를 넣는다.

5.2.3 배관 중에 수분이 농축될 염려가 있을 때는 시료채취관으로부터 흡수병에 이르는 사이를 120 ℃ 이상 가열하여야 한다.

5.2.4 가열 부분에 있어서 배관 접속에는 채취관과 같은 재질 또는 실리콘 고무관을 쓴다.

염화수소, 황산화물, 질소산화물 등의 산성 성분이 분석 결과에 영향을 미칠 때는 황산화물 분석 방법에 따라 시료를 채취하고 흡수병을 실험실에 옮겨 그림 3과 같이 암모니아가스 추출장치를 사용하여 암모니아를 흡수액에 흡수시킨다.



- 여기서, A : 암모니아제거용 세척병 (황산 (1 mol/L)용액 50 mL)
 B : 흡수액 (시료가스 채취용액 약 120 mL)
 C : 암모니아 흡수병 (붕산용액 (5 g/L) 50 mL)
 D : 건조탑 (실리카겔)
 E : 플루오로수지제 3 방콕
 F : 플라스틱제 주사통 (수산화소듐 용액 (8 mol/L) 5 mL)
 G : 실리콘튜브 (수분농축이 되지 않게 주의하고 농축 시에는 가운)
 H : 흡입펌프
 I : 습식 가스미터 및 유량계
 J : 온도계
 K : 압력계

그림 3. 암모니아가스 추출장치 (예)

5.3 시료의 흡수

5.3.1 산성가스가 없는 경우

5.3.1.1 여과관 또는 여과구가 붙은 흡수병 1 개 이상을 준비하고 각각에 흡수병으로 봉산 용액 (5 g/L) 50 mL를 넣는다.

5.3.1.2 흡수병은 가능한 한, 채취 위치 근처에 놓는다.

5.3.1.3 흡수병에 시료가스를 주입하기 전에 바이패스를 사용하여 배관 속을 시료가스로 충분히 치환해야 한다.

5.3.1.4 시료가스의 흡입 속도는 (1 ~ 2) L/min 정도로 한다.

5.3.1.5 시료가스 채취량은 배출가스 중의 암모니아 농도에 따라 증감한다.

5.3.1.6 시료가스량의 측정에서는 시료가스의 부피 측정 위치에서 동시에 온도 및 압력을 측정해 놓는다.

5.3.2 산성가스가 있는 경우

5.3.2.1 흡수병 2 개 이상을 준비하여 각각에 흡수액으로 과산화수소 (1 + 9)를 50 mL 씩 넣고 흡수병은 여과판이 있는 부피 (150 ~ 250) mL의 것을 사용한다.

5.3.2.2 본 시험법의 5.3.1의 5.3.1.2 ~ 5.3.1.5 조작을 행한 후 흡수병을 암모니아 추출 장치에 접속한다.

5.3.2.3 유량 2 L/min 정도로 암모니아를 제거시킨 공기를 흡입한다.

5.3.2.4 다음에 3 방울을 사용하여 수산화소용액 (8 mol/L)을 가하여 pH 13 이상으로 하고 발생하는 암모니아 가스를 봉산용액에 흡수시킨다. 추출 시간은 약 100 분으로 한다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 시료채취 시 정도관리

6.1.1 유량측정

시료채취기의 유속의 변화는 시료채취기 주입부의 입자 크기 분리 특성을 변경시킬 수 있다. 정확한 유속과 유량이 측정되어야 하며 정확한 유량 조절 장치 및 유량 측정 장치로 오차를 최소화한다.

6.2 분석기기

6.2.1 설치

장치는 되도록 다음과 같은 조건을 구비한 실내에 설치한다.

6.2.1.1 전원의 전압 및 주파수의 변동이 적어야 한다.

6.2.1.2 직사광선을 받지 않아야 한다.

6.2.1.3 습도가 높지 않고 온도 변화가 적어야 한다.

6.2.1.4 부식성 가스나 분진이 없어야 한다.

6.2.1.5 진동이 없어야 한다.

6.2.2 분석 전 준비

6.2.2.1 측정 파장에 따라 필요한 광원과 광전측광 검출기를 선정한다.

6.2.2.2 전원을 넣고 잠시 방치하여 장치를 안정시킨 후 감도와 영점 (zero)을 조절한다.

6.2.2.3 단색화 장치나 필터를 이용하여 지정된 측정 파장을 선택한다.

6.3 방법검출한계 및 정량한계

각 실험실의 정량하한과 비슷한 농도의 분석대상 표준물질을 첨가한 시료를 7 개 준

비하여 각 시료를 7.0의 분석절차와 동일하게 전처리 및 분석한다. 방법검출한계 (MDL, method detection limit)는 얻어진 측정값들의 표준편차에 3.14를 곱한 값이고 정량한계 (MQL, minimum quantitation limit)는 얻어진 측정값들의 표준편차에 10을 곱한 값으로 산출한다. 측정한 방법검출한계는 시험방법에서 제시한 값 이하이어야 한다.

6.4 실험실의 정밀도 및 정확도

실험실의 정확도 (accuracy) 및 정밀도 (precision) 시험은 해당실험실이 본 시험방법을 수행할 능력이 있는지를 검증하기 위해 실시한다. 일정량의 표준물질을 첨가 (정량 범위 하한값의 (1 배 ~ 5 배) 농도)한 시료, 또는 유사한 매질의 인증표준물질 (CRM, certified reference material)를 이용하여 4 개 이상의 동일한 농도를 가진 시료를 준비하여 7.0과 동일한 절차로 전처리 및 분석하여 측정값들의 평균값과 표준편차를 구한다. 정확도는 첨가한 표준물질의 농도 또는 인증표준물질의 인증값에 대한 측정 평균값의 상대백분율 또는 회수율로써 나타내며, 정밀도는 측정값의 % 상대표준편차 (% RSD)로 산출한다.

$$\text{정확도 (\%)} = \frac{\bar{x}}{X_i} \times 100 \quad (\text{식 2})$$

$$\text{정밀도 (\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (\text{식 3})$$

여기서, s : 표준편차

X_i : 알고 있는 농도

\bar{x} : 평균 측정값

이와 같이 측정했을 때 정밀도는 10 % 이내, 정확도는 (75 ~ 125) % 이내이어야 한다. 또한 전처리를 제외한 분석과정에서의 정확도는 정확한 농도를 알고 있는 표준용액을 4 회 이상 분석하여, 동일한 방법으로 산출할 수 있다.

6.5 검정곡선의 작성 및 검증

정량범위 내에서 바탕시료를 제외한 3 개 이상의 농도에 대해 검정곡선을 작성하고 얻

어진 검정곡선의 결정계수 (R^2)가 0.98 이상 또는 감응인자의 상대표준편차가 20 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응인자의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 재작성 하도록 한다. 시료분석 과정 중, 검정곡선의 직선성을 검증하기 위하여 각 시료군마다 1 회씩의 검정곡선 검증을 실시하는 것이 바람직하다. 검증은 방법검출한계의 (5 ~ 50) 배 또는 검정곡선의 중간 농도에 해당하는 표준용액에 대한 측정값이 검정곡선 작성 시의 값과 10 % 이내에서 일치하여야 한다. 만약 이 범위를 넘는 경우, 검정곡선을 재작성하여야 한다. 이때 검정곡선 작성용 표준용액은 제조한 표준물질과는 다른 회사의 표준물질을 사용하여 조제하는 것이 바람직하다.

6.6 방법바탕시료의 측정

방법바탕시료 (method blank)는 실제시료와 동일한 방법으로 전처리·분석되어야 하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다. 시료군마다 1 개의 방법바탕시료를 측정 한다.

6.7 내부정도관리 주기

내부정도관리 주기는 방법검출한계, 정밀도와 정확도의 측정은 연 1 회 이상 측정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 변경, 분석 장비의 수리나 이동 등 주요 변동사항이 발생한 경우에는 수시로 실시한다. 검정곡선의 검증 및 방법바탕시료의 측정은 시료군 당 1 회 실시하여야 한다.

6.8 분석결과의 기재

6.8.1 일반사항

6.8.1.1 시료채취일

6.8.1.2 시료채취자명

6.8.1.3 시료채취방법

6.8.2 분석조건

6.8.2.1 채취 흡수액량

6.8.2.2 채취기체 유량

6.8.2.3 채취 시 여과지 사용 및 종류

6.8.2.4 사용 분석 장비 종류 및 제원

6.8.3 분석결과

6.8.3.1 성분의 확인방법은 암모니아의 발색 정도 등을 눈으로 확인한다.

6.8.3.2 표준시료 및 채취시료의 정량결과를 시료의 분석 결과와 검정곡선 결과로 나타낸다.

6.8.3.3 시료의 측정결과를 8.2 항에 따른 시료의 최종 결과 농도 결과 값으로 나타낸다.

6.8.4 정량조건

표준물질의 종류, 순도와 혼합물일 경우 농도 범위 및 제조방법을 명기한다.

7.0 분석절차

7.1 분석용 시료 용액의 제조

7.1.1 시료의 흡입이 끝난 후 전체 흡수병 속의 용액을 비커에 옮겨 담고 가열부분 이외의 채취관과 흡수병을 흡수액으로 씻는다.

7.1.2 비커 중 용액에 합한 후 250 mL 부피플라스크에 옮겨 담는다.

7.1.3 흡수액을 가하여 250 mL로 하고 이 용액을 분석용 시료용액으로 한다.

7.2 검정곡선의 작성

7.2.1 여러 개의 10 mL 부피플라스크에 암모니아 표준용액 (1 ~ 10) mL를 단계적으로 취하여 흡수액으로 표선까지 채운다. 바탕시료 및 조제한 검정곡선 작성용 암모니아 표준용액을 10 mL씩 유리마개가 있는 시험관에 취하고 여기에 페놀-나이트로프루시드 소듐 용액 5 mL씩을 가하고 잘 흔들어 섞은 다음 하이포아염소산소듐 용액 5 mL씩을 가한 다음 마개를 하고 조용히 흔들어 섞는다. 검정곡선 작성용 표준용액은 바탕시료를 제외하고 3 개 이상의 농도로 조제한다.

7.2.2 액온을 (25 ~ 30) °C에서 1 시간 방치한 다음 10 mm의 셀에 옮기고 광전분광광도계 또는 광전광도계로 640 nm 부근의 파장에서 흡광도를 측정한다.

7.2.3 검정곡선을 작성한 후 연속하여 시료를 분석한다. 최고농도를 벗어나는 시료에 대해서는 희석하여 재측정한다.

7.3 시료의 분석

7.3.1 분석용 시료용액 10 mL를 유리마개가 있는 시험관에 취하고 여기에 페놀-나이트로프루시드소듐 용액 5 mL씩을 가하고 잘 흔들어 섞은 다음 하이포아염소산소듐 용액 5 mL씩을 가한 다음 마개를 하고 조용히 흔들어 섞는다.

7.3.2 액온을 (25 ~ 30) °C에서 1 시간 방치한 다음 10 mm의 셀에 옮기고 광전분광광도계 또는 광전광도계로 640 nm 부근의 파장에서 흡광도를 측정한다.

7.3.3 현장바탕시료 10 mL를 현장바탕 시료용액으로 하고 분석용 시료용액 전처리 및 정량방법과 동일하게 시험한다.

8.0 결과보고

8.1 결과 값에 영향을 주는 인자

8.1.1 시료 중 암모니아의 농도가 12.5 ppm 이상일 때 가스 채취량을 줄이거나 또는 분석용 시료 용액을 흡수액으로 적당히 묽게 하여 분석한다.

8.1.2 암모니아 농도에 이산화질소, 아민류, 이산화황, 황화수소가 정해진 기준치보다 높을 때 영향을 줄 수 있다.

8.1.3 시약 조제 시 희석배수나 농도계수 등 정해진 기준치보다 오차범위 이상으로 초과하거나 미량일 때 영향을 줄 수 있다.

8.2 시료채취량

$$V_{s(\text{흡식})} = V \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{P_a + P_m - P_v}{760} \quad (\text{식 4})$$

$$V_{s(\text{전식})} = V \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{P_a + P_m}{760} \quad (\text{식 5})$$

여기서, V : 가스미터로 측정한 흡입가스량 (L)

V_s : 건조 시료가스 채취량 (L)

t : 가스미터의 온도 (°C)

P_a : 대기압 (mmHg)

P_m : 가스미터의 게이지압 (mmHg)

P_v : t °C에서의 포화수증기압 (mmHg)

8.3 농도의 계산 및 결과의 표기

시료가스 중의 암모니아 농도를 다음 식으로 소수점 둘째 자리까지 계산하고 소수점 첫째 자리로 표기한다.

$$C = \frac{(a - b) \times 25}{V_s} \quad (\text{식 6})$$

$$C' = C \times \frac{1}{10\,000} \quad (\text{식 7})$$

여기서, C : 암모니아의 농도 (ppm 또는 $\mu\text{mol/mol}$)

C' : 암모니아의 농도 (부피분율 %)

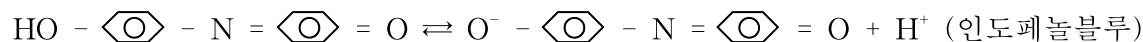
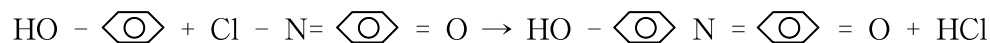
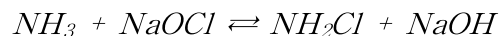
a : 분석용 시료용액의 암모니아 부피 (μL)

b : 현장바탕 시료용액의 암모니아 부피 (μL)

V_s : 표준상태 건조가스 시료채취량 (L)

Σ : 분석용 시료용액의 전체 부피 (250 mL)/분석용 시료용액 중 정량에 사용한 부피 (10 mL)

[주 4] 이 방법은 다음의 반응에 의한 발색을 이용하여 암모니아를 정량하는 것이다.



9.0 참고자료

9.1 한국산업표준 (KS), KS I 2200, "연도가스의 오염물질 측정방법", 산업표준심의회, (2014)

9.2 EPA Method CTM-027, "Procedure for Collection and Analysis of Ammonia in Stationary Sources", United States Environmental Protection Agency, (1997)

9.3 JIS K 0099, "Methods for determination of ammonia in flue gas", Japanese industrial standards committee, (2020)

9.4 악취공정시험기준, ES 09302.1a, "암모니아 - 봉산 용액 흡수법 - 자외선/가시선 분광법", 국립환경과학원, (2018)

10.0 부록

표 1. 시험기준 요약표

배출가스 중 암모니아 - 자외선/가시선분광법 - 인도페놀법 (Ammonia in Flue Gas - UV/VIS Spectrometry Indophenol Method)	
분자식 및 특징: NH_3 , 자극적인 강한 냄새가 나고 강염기성을 띄는 질소와 수소의 화합물	
정량범위: (1.2 ~ 12.5) ppm	
간섭물질: 이산화질소가 100 배 이상, 아민류가 몇 십 배 이상, 이산화황이 10 배 이상, 황화수소가 같은 양 이상	
시료채취	
방법: 임핀저법 (흡수병 부피: 250 mL)	
흡수액: 봉산 용액 (5 g/L) (50 mL × 2 개)	
흡입속도: (1 ~ 2) L/min	
표준채취량: 20 L	
이동: 해당 없음	
보관: 해당 없음	
분석용 시료용액: 250 mL (흡수액으로 표선 맞춤)	
Blank: 10 mL (현장바탕시료)	
측정	
방법: 자외선/가시선분광법	
물질: Ammonia (NH_3)	
표준물질: 암모니아 표준용액 (용액 1 mL = 기체 1 μL)	
검정곡선: 10 mL (표준용액 (1 ~ 10) mL에 흡수액으로 표선 맞춤)	
파장: 640 nm	
정도관리	
주기: 연 1 회 이상	
방법검출한계: 0.4 ppm	
정밀도: 상대표준편차 ± 10 % 이내	
정확도: (75 ~ 125) %	
검정곡선: 결정계수가 0.98 이상 또는 감응인자의 상대표준편차가 20 % 이내	
방법바탕시료: 방법검출한계 이하	