

## 바다물시료에서 미량질산이온의 비색정량

홍철, 박경순

물에 존재하는 질산이온의 양을 정확히 분석하는것은 양어장수질관리와 공장폐수처리 등 환경보호에서 중요한 문제로 나선다.

민물, 폐수 등에 들어있는 미량의 질산이온분석에는 보통 비색법, 불람메터법, 분광광도법 등[1-4]이 적용되고있다.

바다물에서 질산이온의 분석은 민물에서와 다른 특성을 가진다.

우리는 바다물에서 미량의 질산이온을 정량하기 위한 비색법을 확립하고 바다동물사육장의 바다물분석에 적용하였다.

### 실험 방법

기구로는 다기능광전비색계(《HI83200》), 분석천평( $\pm 0.1\text{mg}$ )을, 시약으로는 분석순의 초산, 아연분말, 그리스시약을 리용하였다. 질산이온표준용액의 농도는  $100\text{mg/L}$ (분석순의 질산나트륨을 증류수에 푼것)이다.

다기능광전비색계는 질산이온표준용액으로 미리 교정하여 질산이온농도( $\text{mg/L}$ )를 직접 현시하게 하였다.

물시료에 일정한 산도를 보장하고 환원제를 첨가하여 질산이온을 아질산이온으로 환원시킨 다음 그리스시약을 작용시키면 아조화합물이 생기면서 용액이 붉은색을 띤다.

비교용액으로는 질산이온을 제외한 나머지성분들의 용액을 리용하였다.

### 실험결과 및 고찰

질산이온을 아질산이온으로 환원시키기 위한 산도조절제와 환원제를 선택하기 위하여 여러가지 무기산들과 환원제들에 대한 예비실험을 진행하여 산도조절제로는 초산이, 환원제로는 아연분말이 적합하다는것을 확정하였다.

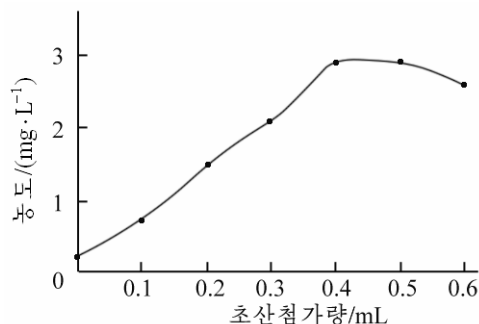


그림 1. 초산첨가량에 따른 질산이온의 농도변화

초산의 영향  $5\text{mg/L}$  질산이온표준용액  $10\text{mL}$ 에 아연분말  $0.5\text{g}$ , 그리스시약  $0.3\text{g}$ 을 첨가할 때  $0.3\text{mol/L}$  초산용액의 첨가량에 따르는 질산이온의 농도변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 초산첨가량이 많아짐에 따라 질산이온의 농도는 증가하다가  $0.4\sim 0.5\text{mL}$ 에서 최대가 되며 그 이상에서는 감소한다.

이것은 초산량이  $0.4\sim 0.5\text{mL}$ ( $\text{pH } 4.2\sim 4.4$ )일 때 환원반응이 잘 일어난다는것을 보여준다. 따라서 시

료용액 10mL에 첨가하는 0.3mol/L 초산용액의 량을 0.45mL로 하였다.

아연첨가량의 영향 5mg/L 질산이온표준용액 10mL에 0.3mol/L 초산용액 0.45mL, 그리스시약 0.3g을 첨가할 때 아연첨가량에 따르는 질산이온의 농도변화는 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 환원제인 아연의 첨가량이 많아짐에 따라 질산이온의 농도가 급격히 증가하다가 0.2~0.3g에서 최대로 되고 그 이상에서는 감소한다. 이것은 환원제의 량이 0.3g정도이면 충분하다는것을 보여준다. 따라서 아연첨가량을 0.3g으로 하였다.

그리스시약첨가량의 영향 5mg/L 질산이온표준용액 10mL에 0.3mol/L 초산용액 0.45mL, 아연분말 0.3g을 첨가할 때 그리스시약의 첨가량에 따르는 질산이온의 농도변화는 그림 3과 같다.

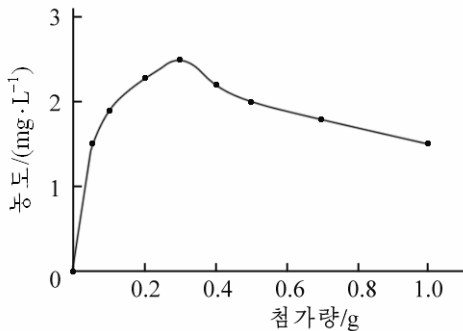


그림 2. 아연첨가량에 따르는 질산이온의 농도변화

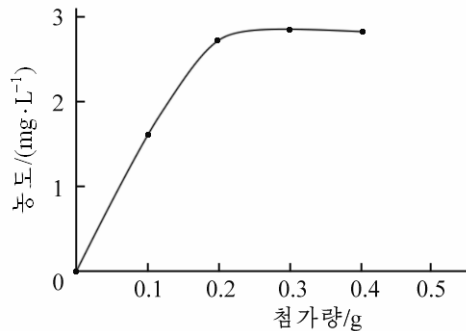


그림 3. 그리스시약첨가량에 따르는 질산이온의 농도변화

그림 3에서 보는바와 같이 시약첨가량이 많아짐에 따라 질산이온의 농도가 증가하다가 0.25g이상에서는 일정해진다. 따라서 발색제인 그리스시약의 첨가량을 0.3g으로 하였다.

반응시간의 영향 5mg/L 질산이온표준용액 10mL에 0.3mol/L 초산용액 0.45mL, 아연분말 0.3g을 첨가한 다음 일정한 속도로 교반하면서 반응시간에 따르는 질산이온의 농도변화를 측정한 결과는 그림 4와 같다.

그림 4에서 보는바와 같이 질산이온의 환원반응시간은 3min정도이면 충분하다. 따라서 반응시간을 3min으로 하였다.

발색시간의 영향 앞에서 설정한 조건에서 그리스시약을 넣어 발색시킨 다음 발색시간에 따르는 질산이온의 농도변화를 측정한 결과는 그림 5와 같다.

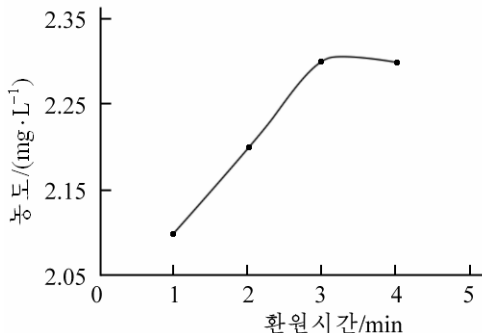


그림 4. 반응시간에 따르는 질산이온의 농도변화

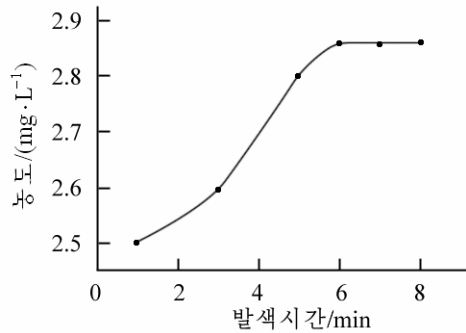


그림 5. 발색시간에 따르는 질산이온의 농도변화

그림 5에서 보는바와 같이 발색시간이 길어짐에 따라 질산이온의 농도는 증가하다가 6min 이상에서는 일정해진다. 따라서 발색시간을 6min으로 하였다.

검량선작성 표준용액계렬로 얻은 검량선은 그림 6과 같다.

검량선은 질산이온의 농도가 1.0~8.0mg/L일 때 선형성을 만족시키며 이때 회귀방정식은  $y=2.0367x+0.0624$ 이다. 확립된 비색법에 의한 질산이온의 검출한계와 정량한계는 각각 0.05, 0.15mg/L이다.

대상물분석 몇가지 바다물시료에서 질산이온을 정량한 결과는 표와 같다.

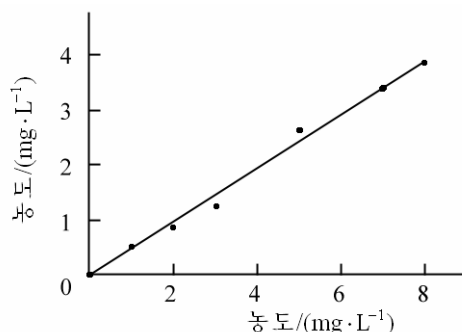


그림 6. 검량선

표. 바다물시료에서 질산이온의 정량결과

시료	농도/(mg · L <sup>-1</sup> )	상대표준편차/%
ㄱ-바다물	35.2	0.60
ㄴ-바다물	49.3	0.44
ㅇ-바다물	2.4	2.9
바다물시료 1	9.2	1.3
바다물시료 2	3.8	1.8

표에서 보는바와 같이 우리가 확립한 방법으로 바다물에서 질산이온의량을 정확히 정량할수 있다.

## 맺는말

바다물에서 미량의 질산이온을 정량하기 위한 비색법을 확립하였다. 이 방법은 초산성 매질에서 아연을 환원제로 리용하며 감도와 재현성이 좋고 간편한것으로 하여 바다동물사육장 등 현장분석에 유리한 특징을 가진다. 방법의 검출한계와 정량한계는 각각 0.05, 0.15mg/L이다.

## 참고문헌

- [1] 조광원 등; 분석, 2, 37, 주체105(2016).
- [2] R. L. Hamid et al.; Anal. Chim. Acta, 892, 153, 2015.
- [3] I. C. Santos et al.; Anal. Chim. Acta, 891, 171, 2015.
- [4] M. J. Moorcroft et al.; Talanta, 54, 785, 2001.

주체106(2017)년 4월 5일 원고접수

## Colorimetric Determination of Trace Nitrate Ion in Sea Water Sample

Hong Chol, Pak Kyong Sun

We established the colorimetric method for determination of trace nitrate ion in sea water sample. In this method, zinc as reducing agent in acetic medium is used, the sensitivity and reproducibility are good. The detection and quantitation limit are 0.05 and 0.15mg/L, respectively.

Key words: trace nitrate ion, sea water, colorimetric method