총 질소(T-N)

총 질소(T-N) 실험목적

1. 호소 및 하천의 조류의 이상증식으로 인한 현상인 부영양화의 원인물질

2. 질소화합물의 농도측정에 대한 기준방법을 규정

3. 물속에 존재하는 질소화합물은 다음과 같은 형태로 존재
   - 유기질소(단백질, 아미노산, 핵산 등)
   - 무기질소(암모니아성질소, 아질산성질소, 질산성질소)

4. 물속에 존재하는 여러가지 형태의 질소를 모두 합한 질소의 총량을 구하는 방법

총 질소(T-N) 실험방법

총 질소(T-N)	1) 자외선/가시선분광법-산화법
	2) 자외선/가시선분광법-카드뮴,구리환원법
	3) 자외선/가시선분광법-환원증류,킬달법

1) 자외선/가시선분광법-산화법

시료 중 모든 질소화합물을 알칼리성 과황산칼륨을 사용하여 120℃ 부근에서 유기물과 함께 분해하여 질산이온으로 산화시킨 후 산성상태로 하여 흡광도를 220nm에서 측정하여 총질소를 정량하는 방법

총 질소(T-N) 실험방법

2) 자외선/가시선분광법-카드뮴,구리환원법

시료 중 모든 질소화합물을 알칼리성 과황산칼륨의 존재하에120℃ 부근에서 유기물과 함께 분해하여 질산이온으로 산화시킨 후 질산이온을 다시 카드뮴-구리환원 칼럼을 통과시켜 아질산이온으로 환원시키고 아질산성질수의 양을 구하여 총질소로 환산하는 방법

3) 자외선/가시선분광법-환원증류,킬달법

시료에 데발다합금을 넣고 알칼리성에서 증류하여 시료 중의 무기질소를 암모니아로 환원 유출시키고 다시 잔류시료 중의 유기질소를 킬달 분해한 다음 증류하여 암모니아로 유출시켜 각각의 암모니아성질소의 양을 구하고 이들을 합하여 총질소로 정량하는 방법

총 질소(T-N): 자외선/가시선분광법-산화법

1) 목적

시료 중 모든 질소화합물을 알칼리성 과황산칼륨을 사용하여 120℃ 부근에서 유기물과 함께 분해하여 질산이온으로 산화시킨 후 산성상태로 하여 흡광도를 220nm에서 측정하여 총질소를 정량하는 방법

2) 적용범위

- 지표수, 지하수, 폐수 등에 적용
- 비교적 분해되기 쉬운 유기물을 함유하고 있거나 자외부에서 흡광도를 나타내는 브롬이온이나 크롬을 함유하지 않는 시료에 적용

3) 간섭물질

- 자외부에서 흡광도를 나타내는 모든 물질이 분석을 방해할 수 있음
- 브롬이온 농도 10mg/L, 크롬 농도 0.1mg/L 정도에서 영향을 받음
- 해수와 같은 시료에는 적용 불가능

총질소(T-N): 검정곡선 작성

분석절차

1) 검정곡선(검량선) 작성

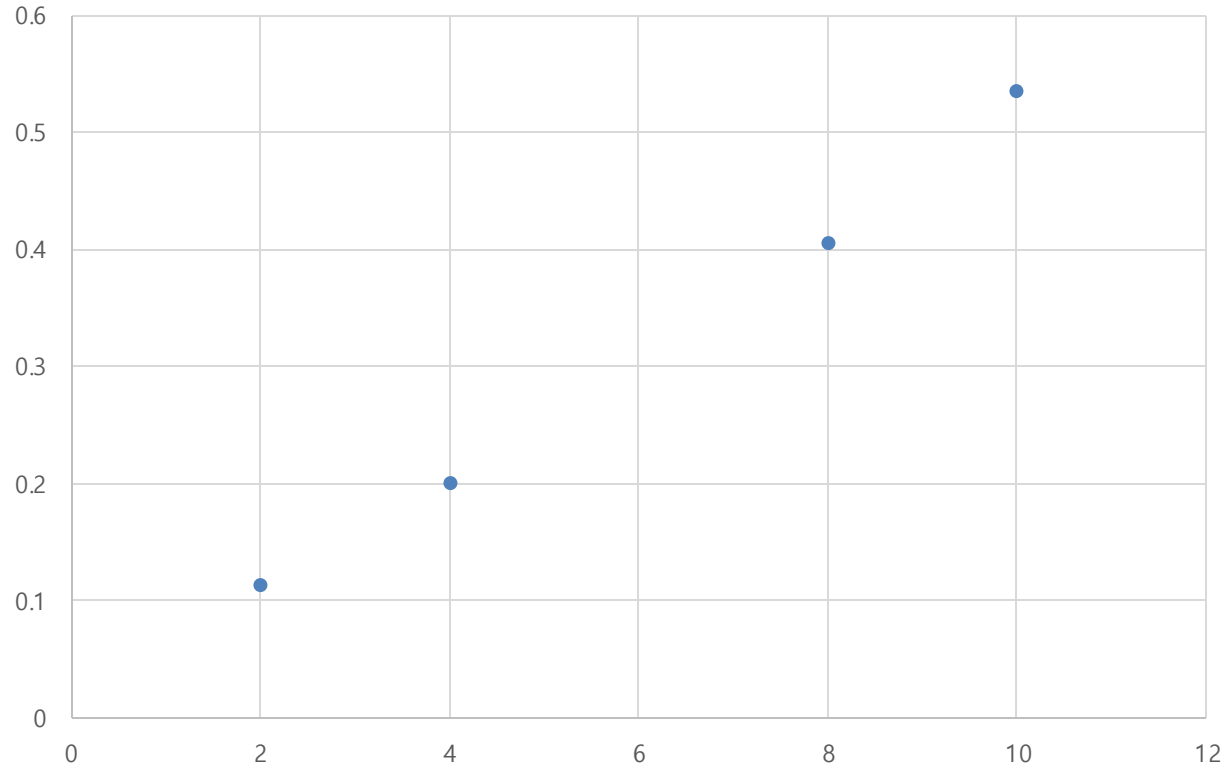
2) 시료분석

검정곡선(검량선)작성

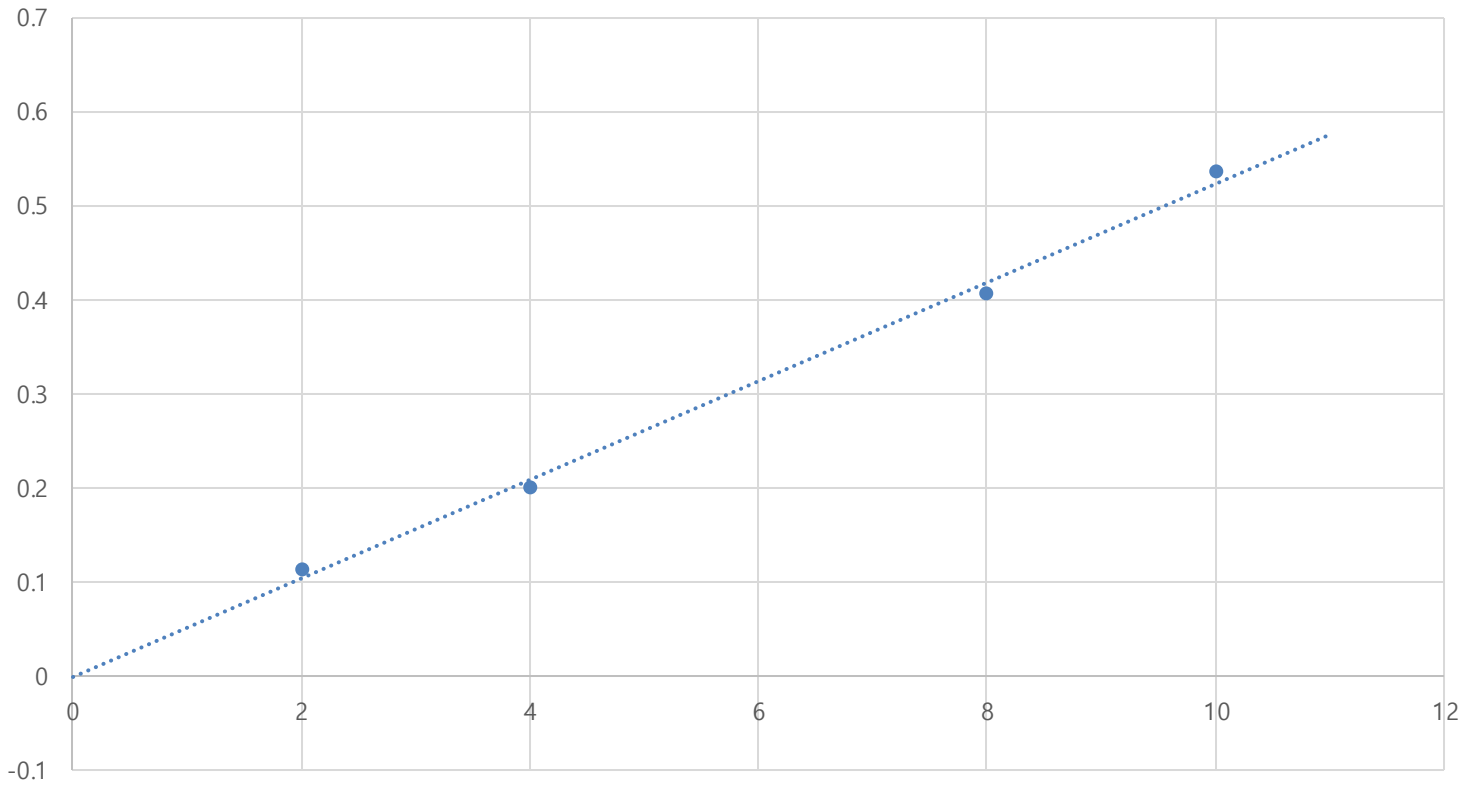
- 기계나 사람이 손으로 기록한 측정데이터를 직선으로 표시한 선
- 농도에 따라 상대적 수치나 측정하고자 하는 변수를 x,y좌표상에 표시
- 이 점들을 수학적으로 직선이 되게 함

미지의 시료가 있을 때 기준물질의 검정곡선을 바탕으로 미지의 시료 농도를 알 수 있음

총질소(T-N): 검정곡선 작성



총질소(T-N): 검정곡선 작성



총질소(T-N): 검정곡선 작성

- 필요시약

1. 표준원액(0.1mg NO3-N/mL)

105 ℃에서 건조(약4시간)한 질산칼륨(표준시약) 0.722g + 증류수 = 1000mL제조

2. 표준용액(0.02mg NO3-N/mL)

표준원액(0.1mg NO3-N/mL) 20mL + 증류수 = 100mL제조

3. 염산(1+500)

염산0.2mL + 증류수 = 100mL제조

- 필요장비

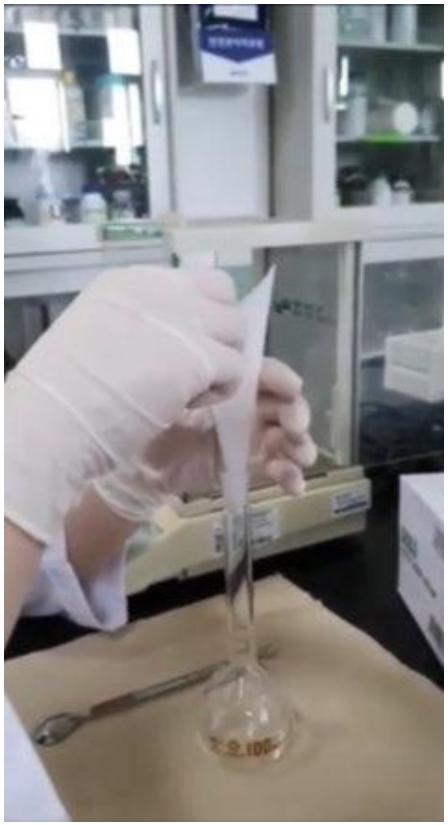
분광광도계, 전자저울, 그 외 초자기기

총질소(T-N): 검정곡선 작성

- 분석절차

1. 표준원액(0.1mg NO3-N/mL)

105 ℃에서 건조(약4시간)한 질산칼륨(표준시약) 0.722g + 증류수 = 1000mL제조



총질소(T-N): 검정곡선 작성

- 분석절차

2. 표준용액(0.02mg NO3-N/mL)

표준원액(0.1mg NO3-N/mL) 20mL + 증류수 = 100mL제조

총질소(T-N): 검정곡선 작성

- 분석절차

3. 염산(1+500)

염산0.2mL + 증류수 = 100mL제조

총질소(T-N): 검정곡선 작성

- 분석절차

4. 표준용액을 2,4,8,10 mL채취하여 100mL 플라스크에 투입 후 증류수로 표선 맞추기

2mL 4mL 8mL 10mL

총질소(T-N): 검정곡선 작성

- 분석절차

5. 앞에 과정에서 만든 용액을 25mL씩 분취하여 50mL 플라스크에 투입
   그 후 염산(1+500) 5mL씩 투입

총질소(T-N): 검정곡선 작성

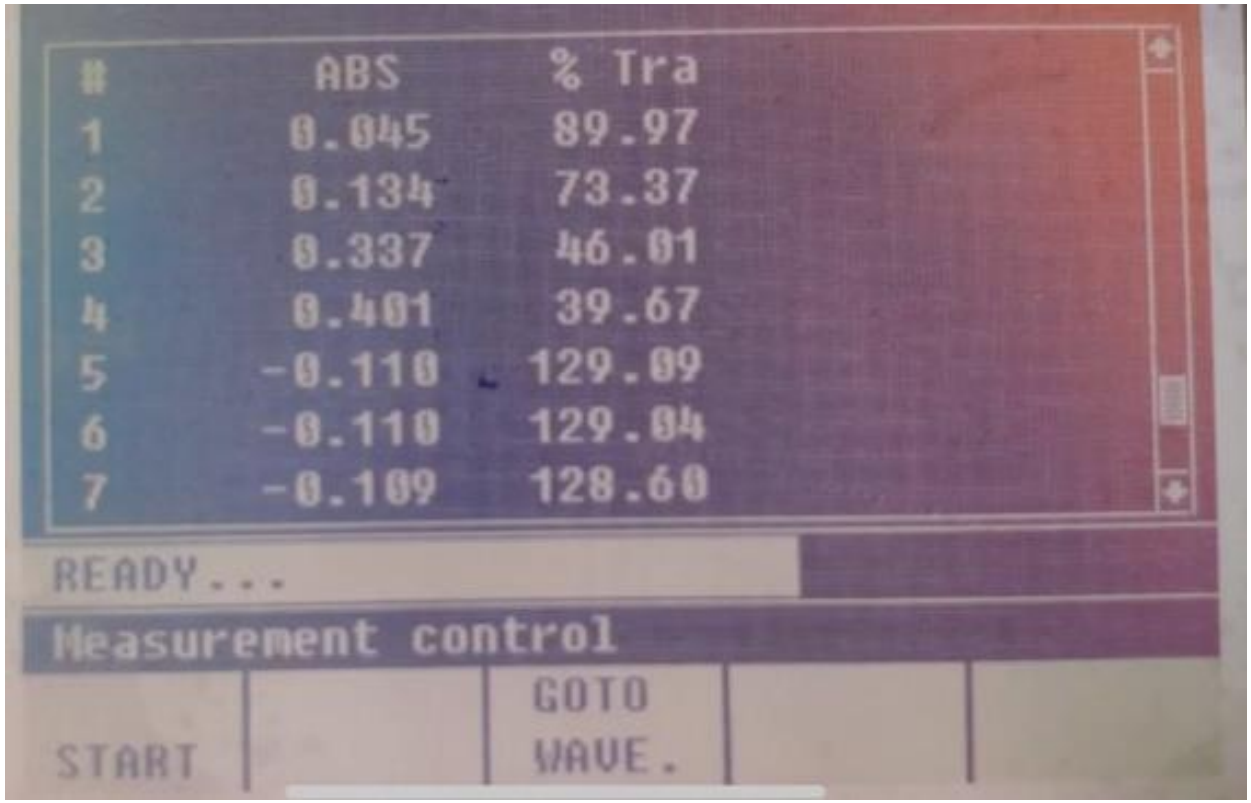
- 분석절차

6. 석영셀 세척 후 흡광도 측정

총질소(T-N): 검정곡선 작성

- 분석절차

7. 측정된 흡광도 기록

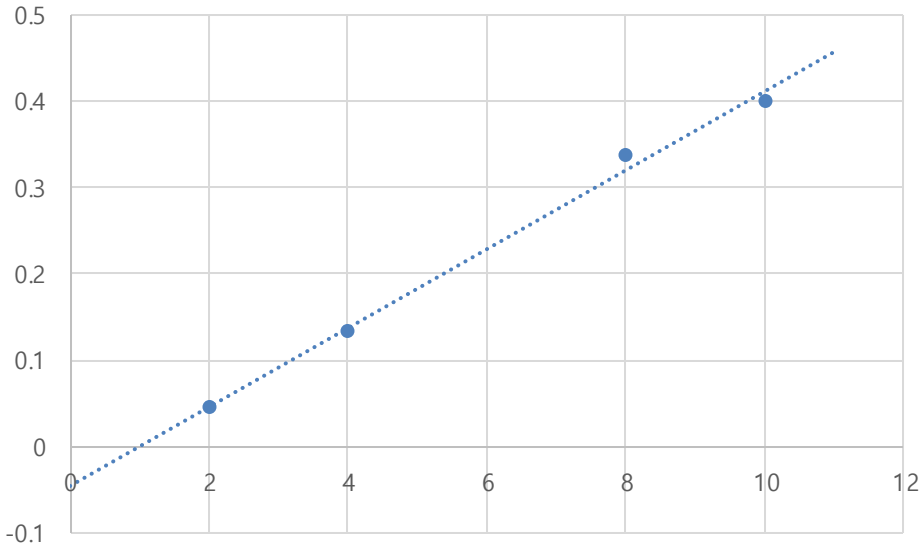


총질소(T-N): 검정곡선 작성

- 회귀직선 및 상관계수

7. 회귀직선식(Y=AX+B)

검량시료량	흡광도
2mL	0.045
4mL	0.134
8mL	0.337
10mL	0.401



총질소(T-N): 검정곡선 작성

- 회귀직선 및 상관계수

7. 검량시료의 질소양(X축)을 구하여 검량선을 작성한다.

$$y = aX + b$$

$$\text{기울기 } a = \frac{n\sum xy - \sum x \sum y}{n\sum x^2 - (\sum x)^2}, \quad \text{절편 } b = \frac{\sum x^2 \sum y - \sum xy \sum x}{n\sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$\text{상관계수(correlation coefficient) } R = \frac{n\sum xy - \sum x \sum y}{\sqrt{[n\sum x^2 - (\sum x)^2]\ [n\sum y^2 - (\sum y)^2]}}$$

총질소(T-N): 검정곡선 작성

- 회귀직선 및 상관계수

7. 검량시료의 질소양(X축)을 구하여 검량선을 작성한다.

$$\frac{0.02mg}{ml} \text{ X } \frac{2ml}{100ml} X \text{ 25ml= } 0.01\text{mg}$$

$$\frac{0.02mg}{ml} \text{ X } \frac{4ml}{100ml} X \text{ 25ml= } 0.02\text{mg}$$

$$\frac{0.02mg}{ml} \text{ X } \frac{8ml}{100ml} X \text{ 25ml= } 0.04\text{mg}$$

$$\frac{0.02mg}{ml} \text{ X } \frac{10ml}{100ml} X \text{ 25ml= } 0.05\text{mg}$$

총질소(T-N): 검정곡선 작성

- 회귀직선 및 상관계수

7. 회귀직선식(Y=AX+B)

검량시료량(mL)	흡광도		X(mg)	Y	XY	X^2	Y^2
2mL	0.045		0.01	0.045	0.00045	0.0001	0.002025
4mL	0.134		0.02	0.134	0.00268	0.0004	0.017956
8mL	0.337		0.04	0.337	0.01348	0.0016	0.113569
10mL	0.401		0.05	0.401	0.02005	0.0025	0.160801
		∑	0.12	0.917	0.03666	0.0046	0.294351

총질소(T-N): 검정곡선 작성

- 회귀직선 및 상관계수

7. 회귀직선식(Y=AX+B)

검량시료량(mL)	흡광도		X(mg)	Y	XY	X^2	Y^2
2mL	0.045		0.01	0.045	0.00045	0.0001	0.002025
4mL	0.134		0.02	0.134	0.00268	0.0004	0.017956
8mL	0.337		0.04	0.337	0.01348	0.0016	0.113569
10mL	0.401		0.05	0.401	0.02005	0.0025	0.160801
		∑	0.12	0.917	0.03666	0.0046	0.294351

$$\text{기울기 } a = \frac{n\sum xy - \sum x \sum y}{n\sum x^2 - (\sum x)^2},$$

$$\text{절편 } b = \frac{\sum x^2 \sum y - \sum xy \sum x}{n\sum x^2 - (\sum x)^2}$$

a= 9.15 b=-0.0452

총질소(T-N): 검정곡선 작성

- 회귀직선 및 상관계수

7. 회귀직선식(Y=AX+B)

검량시료량(mL)	흡광도		X(mg)	Y	XY	X^2	Y^2
2mL	0.045		0.01	0.045	0.00045	0.0001	0.002025
4mL	0.134		0.02	0.134	0.00268	0.0004	0.017956
8mL	0.337		0.04	0.337	0.01348	0.0016	0.113569
10mL	0.401		0.05	0.401	0.02005	0.0025	0.160801
		∑	0.12	0.917	0.03666	0.0046	0.294351

$$\text{상관계수(correlation coefficient)}\ R = \frac{n\sum xy - \sum x \sum y}{\sqrt{[n\sum x^2 - (\sum x)^2]\ [n\sum y^2 - (\sum y)^2]}}$$

R=0.9952

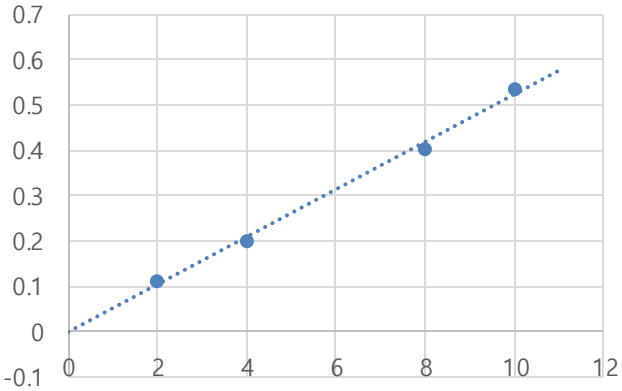
총질소(T-N): 검정곡선 작성

- 과제

총질소 검정곡선 실험 한 결과 다음과 같은 결과가 나왔다.

회귀직선식 및 상관계수를 구하시오

검량시료량	흡광도
2mL	0.112
4mL	0.200
8mL	0.405
10mL	0.535



$$y = aX + b$$

$$\text{기울기 } a = \frac{n\sum xy - \sum x \sum y}{n\sum x^2 - (\sum x)^2}, \quad \text{절편 } b = \frac{\sum x^2 \sum y - \sum xy \sum x}{n\sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$\text{상관계수(correlation coefficient) } R = \frac{n\sum xy - \sum x \sum y}{\sqrt{[n\sum x^2 - (\sum x)^2]\,[n\sum y^2 - (\sum y)^2]}}$$

검량시료량(mL)	흡광도		X(mg)	Y	XY	X^2	Y^2
2mL	0.112						
4mL	0.200						
8mL	0.405						
10mL	0.535						
		∑					