

측정분석기술

| 연재 |



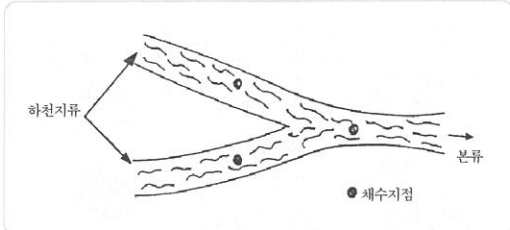
II. 시료채취 및 보존방법

5. 시료 채취지점

5-2. 하천수

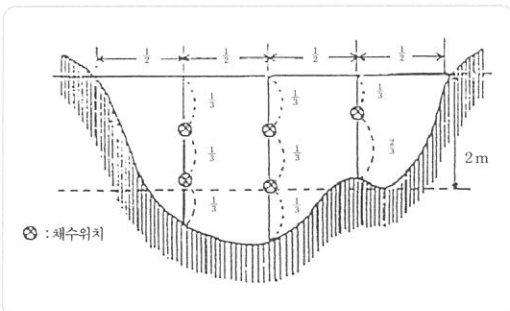
- 1) 하천수의 오염 및 용수의 목적에 따라 채수지점을 선정한다. 하천분류와 하천지류가 합류하는 경우에는 <그림 2>의 합류이전의 각 지점과 합류이후 충분히 혼합된 지점에서 각각 채수한다.

< 그림 2. 하천수 채수지점 >



- 2) 하천의 단면에서 수심이 가장 깊은 수면의 지점과 그 지점을 중심으로 하여 좌우로 수면 폭을 2등분한 각각의 지점의 수면으로부터 수심 2m 미만일 때에는 수심의 1/3에서, 수심이 2m 이상일 때에는 수심의 1/3 및 2/3에서 각각 채수한다 <그림 3>.

< 그림 3. 하천수 채수위치(단면) >



- 3) 기타 가), 나) 항 이외의 경우에는 시료채취 목적에 따라 필요하다고 판단되는 지점 및 위치에서 채수한다.

III. 측정항목별 측정분석기술

1. 용존산소(Dissolved Oxygen : DO) 측정

수중 용존산소는 수중에 존재하는 유기물에 의하여 주로 소비되며, 그외 무기화원성물질에 의해서도 소비된다. 따라서 용존산소의 감소는 수질의 오염상태를 예측할 수 있으므로 수질의 지표항목으로서 많이 이용되고 있다. 그러나 음용수나 생하수 등의 시료에 있어서는 큰 의미가 없기 때문에 측정할 필요가 없다.

수중에서 산소의 용해도는 기온, 기압, 용존염류 등에 따라 영향을 받게 되므로 순수수중에서 최대를 나타내며 염류농도가 높을수록 감소하게 된다. 또한, 같은 농도일 경우에도 용존염류의 종류에 따라 산소의 용해도가 각각 다르나 통상 용존산소량의 보정은 염소이온 농도를 기준으로 하고 있다.

수체내에서 소비된 용존산소량은 대기로부터의 산소 공급 및 조류 등의 광합성 작용에 따라 결정되며 여기에는 재폭기계수, 자정계수, 유기물량 등이 관여하게 된다. 일반적으로 오염 등 수서생물의 생존에 위험하지 않을 정도의 용존산소량은 포화백분율로서 30~50% 정도이며 그 이하에서는 생존이 어렵다. 호소나 저수지와 같은 정체수역의 경우 주간에는 조류의 활발한 광합성작용에 의하여 용존산소가 과포화 상태를 나타낼 수 있으며 야간에는 반대로 호흡작용에 의하여 용존산소를

소비하게 된다. 용존산소 측정방법은 적정법, Miller 법 및 격막전극법 등이 있으며, 현행 수질오염 공정시험 기준에서는 적정법과 격막전극법을 채택하고 있다.

1-1. 용존산소-적정법

(Dissolved Oxygen-Titrimetric Method)

1-1-1. 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 용존산소를 측정하기 위하여 시료에 황간망간과 알칼리성 요오드칼륨용액을 넣어 생기는 수산화제일망간이 시료 중의 용존산소에 의하여 산화되어 수산화제이망간으로 되고, 황산 산성에서 용존산소량에 대응하는 요오드를 유리한다. 유리된 요오드를 티오황산나트륨으로 적정하여 용존산소의 양을 정량하는 방법이다.

1-1-2. 기구 및 기기

가) 용존산소 측정병(300mL)

1-1-3. 시약 및 시액

가) 설펜민산(sulfamic acid, $\text{NH}_2\text{SO}_2\text{OH}$, 분자량 : 97.09)

나) 수산화나트륨용액(6M)

수산화나트륨(sodium hydroxide, NaOH , 분자량 : 40.00) 120g을 정제수에 녹여 50mL로 한다.

다) 아세트산

(acetic acid, CH_3COOH , 분자량 : 60.05)

라) 아자이드화나트륨용액

정제수 80mL에 아자이드화나트륨(sodium azide, NaN_3 , 분자량 : 65.01) 2g을 녹인 다음 정제수를 넣어 100mL로 한다.

마) 암모니아용액

28% 이상 암모니아용액(ammonium hydroxide, NH_4OH , 분자량 : 35.05)으로 한다.

바) 알칼리성 요오드화칼륨 아자이드화나트륨 용액

수산화나트륨 500g(또는 수산화칼륨[potassium hydroxide, KOH , 분자량 : 56.11] 700g)과 요오드화나트륨(sodium iodide, NaI , 분자량 : 149.90) 135g(또는 요오드화칼륨[potassium iodide, KI , 분자량

160.01] 150g), 아자이드화나트륨 10g을 정제수 약 800mL에 녹이고 1L로 하여 갈색병에 넣어 어두운 곳에서 보관한다. 이 용액은 산성에서 요오드를 유리한다. <주1> 이 시약을 산성화하면 위대한 산성 연무가 발생할 수 있다.

사) 전분용액

용해성 전분(starch) 2g, 살리실산(salicylic acid, $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$, 분자량 : 138.12) 0.2g을 정제수 10mL에 녹여 혼화하고, 이를 90°C 이상의 정제수 100mL 중에 넣고 1분간 끓인 다음 냉각하면서 정치한다. 상층액을 사용한다.

아) 칼륨명반용액

황산알루미늄칼륨·12수화물(aluminum potassium sulfate, $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 474.38) 10g을 정제수 100mL에 녹인다.

자) 플루오린화칼륨용액

플루오린화칼륨(potassium fluoride, KF , 분자량 : 58.10) 30g을 정제수 100mL에 녹인다.

차) 티오황산나트륨용액(0.025M)

정제수 약 800mL에 티오황산나트륨·5수화물(sodium thiosulfate pentahydrate, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 248.19) 6.205g을 녹인다. 수산화나트륨용액(6M) 1.5mL 또는 수산화나트륨 0.4g을 넣어 녹인 다음 이를 1L로 한다. 아이오딘용액으로 표정하여 사용한다.

1-1-4. 시료의 전처리

시료가 현저히 착색되어 있거나 현탁되어 있을 때에는 용존산소의 정량이 곤란하다. 또한 시료에 미생물 플록(floc)이 형성되었을 경우에도 정확한 정량이 이루어질 수 없다. 시료 중에 잔류염소와 같은 산화성 물질이 공존할 경우에도 용존산소의 정량이 방해받는다. 이러한 경우에는 다음과 같이 시료를 전처리 한다.

가) 시료가 착색 또는 현탁된 경우

- ① 시료를 마개 있는 1L 유리병에 기포가 생기지 않도록 가득 채운다.
- ② 칼륨명반 용액 10mL와 암모니아수 1~2mL를 주의하여 넣고 마개를 닫는다.

- ㉓ 약 1분간 조용히 흔들어 섞고 약 10분간 정지하여 현탁물을 침전시킨다.
- ㉔ 상등액을 고무 또는 비닐관 등을 이용하여 사이편식으로 용존산소 측정병의 아래로부터 침전물이 들어가지 않도록 주의하면서 조용히 가득 채운다.

나) 황산구리 - 설파민산법

(미생물 플록(floc)이 형성된 경우)

- ㉑ 시료를 마개 있는 1L 유리병에 기포가 생기지 않도록 가득 채운다.
- ㉒ 황산구리 - 설파민산 용액 10mL를 공기가 들어가지 않도록 주의하여 넣고 마개를 닫는다.
- ㉓ 이하 가)의 ㉑ ~ ㉔와 같은 방법으로 조작한다.

다) 산화성 물질을 함유한 경우(잔류염소)

- ㉑ 시료를 용존산소 측정병에 가득 채운다.
- ㉒ 알칼리성 요오드화칼륨 - 아지드화나트륨용액 1mL와 황산 1mL를 주의하여 넣고 마개를 닫는다.
- ㉓ 약 1분간 흔들어 섞고 여기에 황산망간용액 1mL를 넣어 다시 흔들어 섞는다.
- ㉔ 이 액 200mL를 삼각플라스크에 취하고 전분용액을 지시액으로 하여 0.025N 티오황산나트륨 용액으로 적정한다.
- ㉕ 적정에 소비된 값을 용존산소량 측정시 보정한다.

라) 산화성 물질을 함유한 경우(Fe(III))

- ㉑ Fe(III) 100~200mg/L가 함유되어 있는 시료의 경우, 황산을 첨가하기 전에 플루오린화칼륨 용액 1mL를 가한다.
- ㉒ 이하 과정은 산화성 물질을 함유한 경우(잔류염소)와 동일한 방법

1-1-5. 시험조작

가) 300mL BOD 병에 기포가 생기지 않도록 시료를 가득 채우고 마개를 닫는다.

나) 황산망간 용액 1mL와 알칼리성 요오드화칼륨 - 아지드화나트륨 용액 1mL를 조용히 넣고 마개를

닫은 다음 수회 병을 회전하면서 섞고 정치한다.

다) 100mL 이상 맑은층이 생기도록 침전물이 침전되면 마개를 열고 황산 2mL를 병목으로부터 신속히 넣고 마개를 닫는다.

라) 침전물이 완전히 용해될 때까지 병을 회전하면서 섞는다.

마) BOD병의 용액 200mL를 정확히 취하여 황색이 될 때까지 티오황산나트륨 용액(0.025M)으로 적정한 다음, 전분용액 1mL를 넣어 용액을 청색으로 만든다.

바) 이후 다시 티오황산나트륨용액(0.025M)으로 용액이 청색에서 무색이 될 때까지 적정한다.

1-1-6. 용존산소 농도 산정방법

$$DO(\text{mg/l}) = a \times f \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{1000}{V_1 - R} \times 0.2$$

a : 적정에 소비된 0.025M 티오황산나트륨 용액(mL)

f : 0.025M 티오황산나트륨용액의 규정도계수

V₁ : 전체시료량(용존산소 측정병 용량 : 300mL)

V₂ : 적정에 사용한 시료량(200mL)

R : 황산망간 용액과 알칼리성 요오드화칼륨 - 아지드화나트륨 용액 첨가량(2mL)

1-1-7. 용존산소 포화율 산정방법

용존산소량을 포화율로 나타낼 경우에는 <표 3>으로 부터 시료의 온도와 염소이온농도에 일치하는 값을 찾아내서 다음 식에 의하여 계산한다.

$$DO \text{ 포화율}(\%) = \frac{DO}{DO_t \times B/760} \times 100$$

DO : 시료의 용존산소량(mg/L)

DO_t : 순수증의 용존산소 포화량(mg/L)

B : 시료채취의 대기압(mmHg)

< 표 2. 정도관리 목표 값 >

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.1 mg/L

< 표 3. 수중의 용존산소 포화량 >

온도 (°C)	수중의 염소 이온량 [g Cl ⁻ /kg]					
	0	5.0	10.0	15.0	20.0	25.0
	수중의 용존산소 포화량 [mg ₂ /L]					
0.0	14.621	13.728	12.888	12.097	11.355	10.657
1.0	14.216	13.356	12.545	11.783	11.066	10.392
2.0	13.829	13.000	12.218	11.483	10.790	10.139
3.0	13.460	12.660	11.906	11.195	10.526	9.897
4.0	13.107	12.335	11.607	10.920	10.273	9.664
5.0	12.770	12.024	11.320	10.656	10.031	9.441
6.0	12.447	11.727	11.046	10.404	9.799	9.228
7.0	12.139	11.442	11.783	10.162	9.576	9.023
8.0	11.843	11.169	10.531	9.930	9.362	8.826
9.0	11.559	10.907	10.290	9.707	9.156	8.636
10.0	11.288	10.656	10.058	9.493	8.959	8.454
11.0	11.027	10.415	9.835	9.287	8.769	8.279
12.0	10.777	10.183	9.621	9.089	8.586	8.111
13.0	10.537	9.961	9.416	8.899	8.411	7.949
14.0	10.306	9.747	9.218	8.716	8.242	7.792
15.0	10.084	9.541	9.027	8.540	8.079	7.642
16.0	9.870	9.344	8.844	8.370	7.922	7.496
17.0	9.665	9.153	8.667	8.207	7.770	7.356
18.0	9.467	8.969	8.497	8.049	7.624	7.221
19.0	9.276	8.792	8.333	7.896	7.483	7.090
20.0	9.092	8.621	8.174	7.749	7.346	6.934
21.0	8.915	8.456	8.021	7.607	7.214	6.842
22.0	8.743	8.297	7.873	7.470	7.087	6.723
23.0	8.578	8.143	7.730	7.337	6.963	6.609
24.0	8.418	7.994	7.591	7.208	6.844	6.498
25.0	8.263	7.850	7.457	7.083	6.728	6.390
26.0	8.113	7.711	7.327	6.962	6.615	6.285
27.0	7.968	7.575	7.201	6.845	6.506	6.184
28.0	7.827	7.444	7.079	6.731	6.400	6.085
29.0	7.691	7.317	6.961	6.621	6.297	5.990
30.0	7.559	7.194	6.845	6.513	6.197	5.896