

레조르신을 리용한 아질산이온의 분광광도정량

백현철, 김동일, 조광원

경애하는 최고령도자 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《대기오염과 함께 강하천과 호수, 바다오염을 막아야 합니다.》

아질산이온은 환경오염물질로서 과잉량 섭취하면 혈액속의 헤모글로빈이 산화되어 산소운반능력이 없는 메트헤모글로빈으로 넘어가므로 산소부족을 일으키며 심한 경우에는 메트헤모글로빈혈증을 일으킨다. 또한 단백질분해산물인 2급아민과 결합하여 발암성물질인 니트로소아민으로 넘어가 소화기계통에 암을 일으킬수 있다. 그러므로 사람들의 건강과 생태환경을 보호하기 위하여 아질산이온함량을 정확히 분석하는것이 중요하다.[1]

세계적으로 물과 공기, 토양을 비롯한 자연환경과 각종 남새, 식료품들에서 아질산이온을 분석하기 위한 여러가지 방법들이 개발되어 리용되고있다. 그중에서 제일 많이 연구개발된 분석방법은 분광광도분석법이다. 여기에는 비색정량분석법[2, 3, 9], 아질산이온의 축매작용을 리용하는 분석법[4-6], 아질산이온의 탈색작용을 리용하는 분석법[7, 10], 아질산이온에 의한 페놀유도체들의 니트로소화반응을 리용하는 분석법[8] 등이 있다.

우리는 짙은 류산매질에서 레조르신과 아질산이온의 착색반응을 리용하여 아질산이온을 신속정확히 정량할수 있는 분광광도분석법을 확립하였다.

실험 방법

시약으로는 분석순의 5% 레조르신용액, 류산(87%), 증류수를, 장치로는 분광광도계(《UV-2201》), 전자천평(《EB-3301-A》)을 리용하였다.

표준용액(1mg/mL)은 105~110℃에서 4h동안 건조시킨 아질산나트륨 0.150 0g을 증류수로 100.00mL 되게 희석하여 만들었다.

아질산이온 5 μ g이 들어있는 10mL들이 눈금플라스크에 레조르신용액 2mL, 류산 1.5mL를 넣고 인차 흔들어주면서 반응시킨다. 3~5min후 증류수를 눈금까지 채우고 흔든 다음 빈용액을 비교로 하여 흡광도를 측정하였다.

실험결과 및 해석

측정파장선택 착화합물의 빛흡수스펙트르는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 짙은 류산매질에서 레조르신과 아질산이온이 반응하여 생기는 착색착

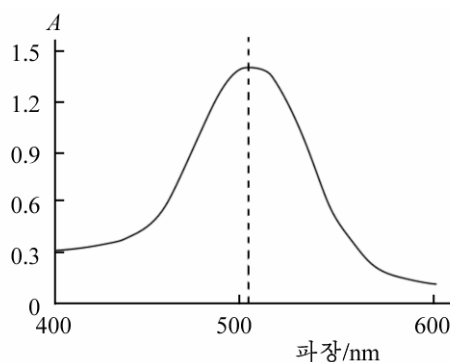


그림 1. 착화합물의 빛흡수스펙트르

화합물은 400~600nm의 보임빛영역에서 특징적인 빛흡수를 일으키며 505.6nm에서 최대흡수를 나타낸다. 우리는 최대흡수파장을 측정과장으로 선택하였다.

류산농도의 영향 아질산이온은 레조르신과 묶은 류산산성매질에서 반응하면 황색화합물이 생기지만 짙은 류산산성매질에서는 적색화합물이 생긴다.

류산농도에 따르는 흡광도변화는 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 레조르신과 아질산이온과의 반응은 류산농도에 크게 의존하는데 류산농도가 짙어짐에 따라 흡광도가 급격히 증가하다가 5.9~6.4mol/L(87% 류산 1.4~1.6mL에 해당)에서 최대로 되며 그 이상에서는 급격히 감소한다. 이것은 류산농도가 너무 묽거나 짙으면 505.6nm에서 최대 빛흡수를 가지지 않는 다른 화합물이 생기기때문이라고 볼수 있다. 따라서 우리는 87% 류산용액 1.5mL를 첨가하기로 하였다.

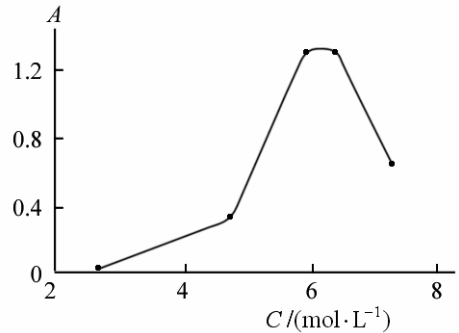


그림 2. 류산농도에 따르는 흡광도변화

레조르신첨가량의 영향 5% 레조르신용액첨가량에 따르는 흡광도변화는 그림 3과 같다.

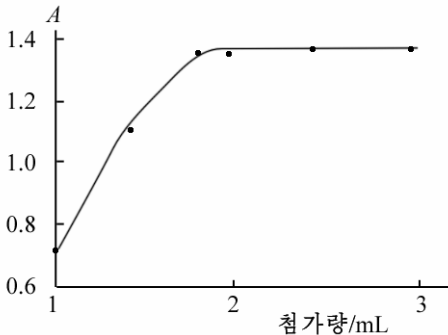


그림 3. 레조르신용액첨가량에 따르는 흡광도변화

그림 3에서 보는바와 같이 5% 레조르신용액첨가량이 1.8mL이상일 때 흡광도가 포화에 이른다.

우리는 5% 레조르신용액첨가량을 2mL로 하였다.

착색착화합물의 안정성 착색착화합물은 합성후 4h까지도 안정하였다. 즉 이 시간안에 흡광도를 측정하면 재현성있는 결과를 얻을수 있다.

또한 착색착화합물은 짙은 류산이 물에 풀리면 서 발생하는 뜨거운 열을 받으며 생성되므로 일단 생성된 착색착화합물은 10~35°C에서 안정하였다.

검량선작성 아질산이온표준용액으로 농도를 0~5μg/mL로 변화시키면서 흡광도를 측정하여 검량선을 작성하였다.(그림 4)

아질산이온의 농도와 흡광도사이의 상관결수는 0.993 3이고 검량선의 회귀방정식은 $A = 0.054 + 0.255C$ 이며 0.50~5.00μg/mL에서 선형성이 잘 만족된다. 검량선으로부터 계산한 몰흡수계수는 $1.2 \cdot 10^4 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$, 검출아래한계는 0.30μg/mL이다.

방법의 정확성검토 아질산이온이 각이한 량 들어있는 인공시료를 만들어 아질산이온함량을 정량한 결과는 표 1과 같다.

표 1에서 보는바와 같이 논문에서 제안한 방

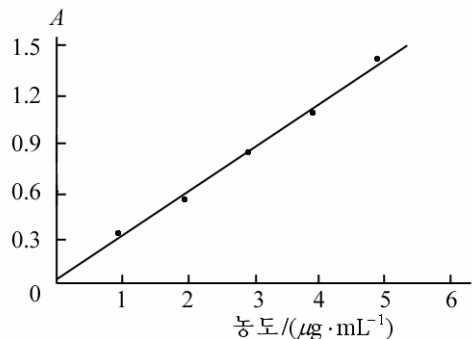


그림 4. 검량선

법으로는 다른 성분들의 영향이 없는 조건에서 2%이하의 상대오차를 가지고 아질산이온을 분석할수 있다.

공존이온의 영향 공존이온의 영향은 3μg/mL

표 1. 인공시료속의 아질산이온함량

첨가량/(mg · L ⁻¹)	찾은 량/(mg · L ⁻¹)	회수율/%
1.50	1.48	98.7
2.50	2.45	98.0
3.50	3.56	101.7

의 아질산이온이 들어있는 용액에서 5%의 상대오차를 줄 때까지 자연계와 식료품속에 흔히 있을수 있는 이온들을 첨가하는 방법으로 검토하였다. 결과 NO_3^- 은 4배, Cl^- , Br^- 은 각각 25배, Fe^{3+} 은 0.3배, Fe^{2+} 은 0.03배, Cu^{2+} 은 1.3배, Zn^{2+} 은 10배, Ca^{2+} 과 Mg^{2+} 은 100배이상 있어도 간섭하지 않는다. Cl^- 과 Br^- 의 간섭은 Ag_2SO_4 으로, Fe^{3+} 의 간섭은 류산안티몬(III)이나 수산화물형성으로 미리막을수 있다.

대상물분석 수도물과 강물에서 아질산이온을 분석하였다.

수도물에는 다른 이온들의 량이 방해한계아래이라고 보고 분리 및 엄폐시키지 않았다. 수도물시료 1L를 100.00mL 되게 농축하고 1.00mL씩 분취하여 분석한 결과 아질산이온이 검출되지 않았다.

표 2. 강물시료에서 아질산이온의 정량분석결과(mg/L)

No.	론문에서 제안한 방법	그리스법[3]
1	0.038	0.039
2	0.039	0.040
3	0.038	0.042
4	0.037	0.039
5	0.038	0.040
평균값	0.038	0.040
표준편차	$0.71 \cdot 10^{-3}$	$1.23 \cdot 10^{-3}$
변동결수/%	1.9	3.1

비지구 강물시료 5L를 하루동안 방치하였다가 누런띠려지로 려과하고 2L를 취하여 100.00mL 되게 천천히 농축하고 1.00mL씩 분취하여 분석한 결과는 표 2와 같다.

분석결과 두 방법에서

$$F_{4, 4, 0.05}=1.73 < F_0=6.39,$$

$$t_{8, 0.05}=1.79 < t_0=2.31$$

로서 정밀도와 정확도에서 차이가 없다.

맺 는 말

질은 류산산성매질에서 레조르신이 아질산이온과 작용하여 착색착화합물을 형성하는 반응을 리용하여 아질산이온을 분광광도법으로 정량분석하였다. 최적조건은 5% 레조르신 용액 2mL, 87% 류산용액 1.5mL, 측정과장 505.6nm이며 검출한계는 $0.35 \mu\text{g/mL}$ 이다.

참 고 문 헌

- [1] S. Biswas et al.; Talanta, **64**, 308, 2004.
- [2] G. M. Greenway et al.; Anal. Chim. Acta, **387**, 1, 1999.
- [3] K. Horita et al.; Analyst, **122**, 1569, 1997.
- [4] A. Kazemzadeh et al.; Microchem. J., **69**, 159, 2001.
- [5] A. A. Ensafi et al.; Anal. Chim. Acta, **382**, 15, 1999.
- [6] Y. Xuan Feng et al.; Talanta, **62**, 97, 2004.
- [7] V. V. Kumar et al.; Anal. Chim. Acta, **842**, 57, 2014.
- [8] J. Davis et al.; Talanta, **50**, 103, 1999.
- [9] 井上友昭; 分析化学(日), **59**, 35, 2010.
- [10] 池田知禾惠 等; 分析化学(日), **58**, 675, 2009.

Spectrophotometric Determination of Nitrite Ion using Resorcinol

Paek Hyon Chol, Kim Tong Il and Jo Kwang Won

We quantitatively analyzed nitrite ion with spectrophotometry by using the reaction that resorcinol acted with nitrite ion to form the colored complex in the undiluted sulphuric acid medium.

The optimum conditions are 5% resorcinol solution 2mL, 87% sulphuric acid solution 1.5mL, measuring wavelength 505.6nm and the detection limit is $0.35\mu\text{g/mL}$.

Key words: nitrite ion, resorcinol, spectrophotometry