

## 산화작용을 리용한 아질산이온의 간접분광광도분석

백현철, 조광원, 김동일

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《공기와 물을 비롯한 환경을 보호하기 위한 연구사업을 잘하여야 인민들의 건강을 보호하고 그들에게 보다 위생문화적인 생활조건을 마련하여줄수 있습니다.》(《김정일선집》증보판 제11권 42페이지)

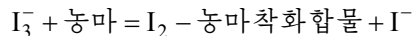
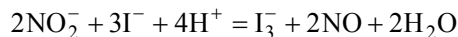
식료품방부제 및 착색제로 리용되고있는 아질산이온과 질산이온의 동태를 정상적으로 감시하고 대책하는것은 사람들의 건강과 생태환경을 보호하는데서 나서는 중요한 문제이다. 세계적으로 여러가지 아질산이온과 질산이온분석방법들이 개발되어 리용되고있는데 아질산이온분석에는 비색분석법[1, 6], 아질산이온의 특성반응을 리용하는 화학분석법[2-4, 7], 분광광도분석법[5] 등이 있다.

우리는 아질산이온의 산화작용을 리용하여 간접비색정량분석할수 있는 분광광도분석법을 확립하였다.

### 실험 방법

시약으로는 분석순급의 아질산이온표준용액(1mg/mL), 2% KI용액, 0.3% 농마용액, 1% 젤라틴용액, 0.2mol/L 초산용액, 증류수를, 장치로는 자외가시선분광광도계(《UV-2201》), 전자천평(《EB-3301-A》)을 리용하였다.

아질산이온은 0.024~0.048mol/L 초산성매질에서 요드이온을 산화시켜 요드를 유리시키는데 여기에 농마를 작용시키면 0.08% 젤라틴매질에서  $I_2$ -농마착화합물이 생긴다.



$I_2$ -농마착화합물은 약 50min동안 안정하게 존재한다. 이 시간에 공백시료를 비교로 하여 585nm에서 흡광도를 측정하면  $NO_2^-$ 을 정량분석할수 있다.

아질산이온이 들어있는 25mL들이 눈금플라스크에 0.2mol/L 초산용액 5mL, 2% KI용액 3mL를 넣고 흔든 다음 어두운 곳에서 5min동안 방치한다. 여기에 1% 젤라틴용액 2mL를 넣고 흔든 다음 0.3% 농마용액 5mL를 넣고 눈금까지 증류수로 채운다. 공백시료를 비교로 하여 585nm에서 흡광도를 측정하고 검량선으로 아질산이온의 농도를 결정한다.

### 실험결과 및 해석

측정파장선택 요드-농마착화합물의 빛흡수스펙트르는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 선택한 계에서 요드-농마착화합물은 보임빛영역에서 빛흡

수를 일으키며 585nm에서 최대흡수를 나타낸다. 따라서 최대흡수와광을 측정과장으로 정하였다.

산종류와 농도의 영향 아질산이온의 산화작용을 리용한 분석에서는 류산이나 염산, 질산은 쓸 수 없다. 그것은 류산이나 염산을 쓸 때 적당한 조건에서도 유리요드의 생성속도가 너무 빠르고 흡광도가 계속 변하므로 재현성이 부족하며 질산은 산화작용을 하기때문이다.

우리는 약산인 초산을 선택하고 첨가량에 따르는 흡광도를 측정하였다.(그림 2)

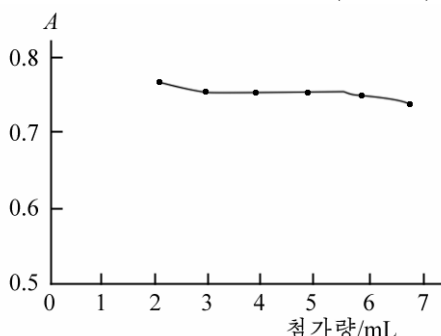


그림 2. 초산첨가량에 따르는 흡광도변화

그림 3에서 보는바와 같이 1% 젤라틴용액첨가량이 1~4mL일 때 흡광도변화가 거의 없다. 이것은 젤라틴의 계면활성작용으로 요드이온의 산화가 억제된다는것을 보여준다.

젤라틴용액을 첨가하지 않고 착색시킬 때에는 흡광도가 계속 커지는데 이것은 계에 있는 NO에 의하여 NO<sub>2</sub>이 생길수도 있고 기타 다른 요인에 의하여 유리요드가 계속 생기기때문이다.

우리는 1% 젤라틴용액첨가량을 2mL로 하였다.

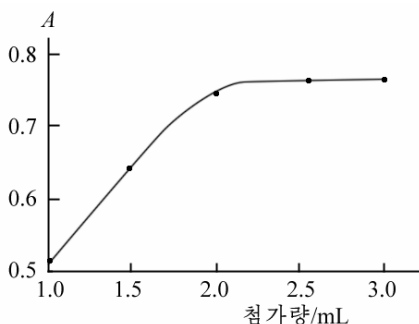


그림 4. KI용액첨가량에 따르는 흡광도변화

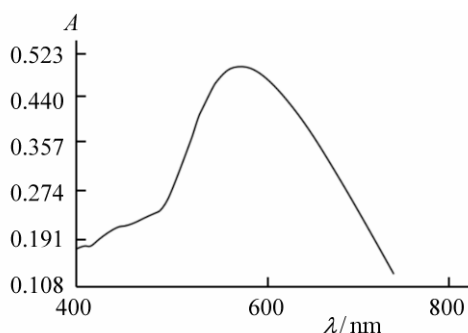


그림 1. 요드-농마착화합물의 빛 흡수스펙트럼

그림 2에서 보는바와 같이 초산첨가량이 3~6mL일 때 즉 0.024~0.048mol/L의 초산성매질에서 흡광도가 일정하며 그 이상에서는 작아진다. 그것은 초산첨가량이 많아짐에 따라 요드이온의 산화속도가 떨어지기때문이라고 볼수 있다. 따라서 초산첨가량을 5mL(산도 0.04mol/L)로 하였다.

1% 젤라틴용액첨가량의 영향 시료에 0.2mol/L 초산용액 5mL, 2% KI용액 3mL를 넣고 5~6min동안 방치한 후 1% 젤라틴용액을 일정한 량 첨가하고 흡광도를 측정하였다.(그림 3)

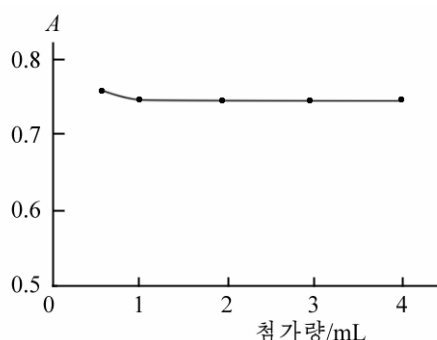


그림 3. 젤라틴용액첨가량에 따르는 흡광도변화

2% KI용액첨가량의 영향 2% KI용액첨가량을 달리하면서 흡광도를 측정한 결과는 그림 4와 같다.

그림 4에서 보는바와 같이 KI용액첨가량 2.2mL 이상에서는 흡광도가 포화되어 더이상 커지지 않는다. 따라서 우리는 2% KI용액첨가량을 3mL로 하였다.

0.3% 농마용액첨가량의 영향 0.3% 농마용액첨가량에 따르는 흡광도변화는 그림 5와 같다.

그림 5에서 보는바와 같이 농마용액첨가량 5mL 이상에서는 흡광도가 포화된다.

우리는 0.3% 농마용액첨가량을 5mL로 하였다.

착화합물의 색안정성 생성된 요드-농마착화합물의 색은 50min정도 안정하다.(그림 6) 따라서 이 시간안에 흡광도를 측정하면 재현성있는 결과를 얻을수 있다.

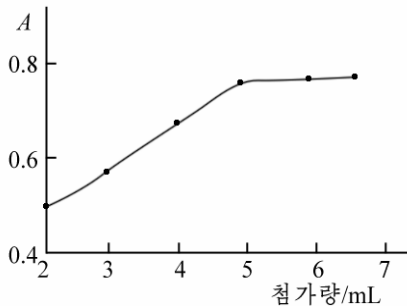


그림 5. 농마용액첨가량에 따르는 흡광도변화

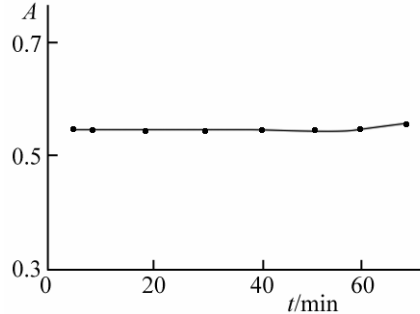


그림 6. 착화합물의 색안정성

온도의 영향 10~30℃에서 분석계는 온도의 영향을 거의 받지 않는다.

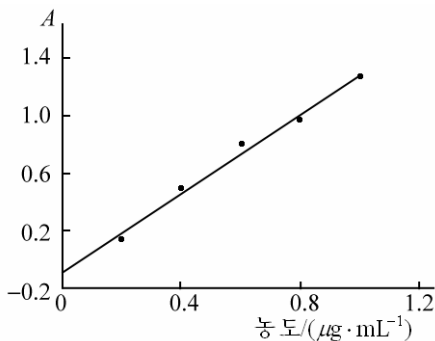


그림 7. 검량선

검량선작성 아질산이온표준용액으로 검량선을 작성하였다.(그림 7)

검량선의 회귀방정식은  $A = 1.364 5C_{NO_2^-} - 0.084 5$  ( $R=0.986$ )이다. 검량선은 0.12~1.00μg/mL에서 선형성을 잘 만족시키며 검출한계는 0.08μg/mL이다.

정확성검토 방법의 정확성은 NO<sub>2</sub><sup>-</sup> 표준용액을 가지고 첨가법으로 검토하였다.(표 1)

표 1에서 보는바와 같이 5%이하의 상대오차를 가지고 정량분석할수 있다.

표 1. 인공시료분석

No.	넣은 NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> 농도/(μg·mL <sup>-1</sup> )	찾은 NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> 농도/(μg·mL <sup>-1</sup> )	상대오차/%
1	0.20, 0.20, 0.20	0.19, 0.19, 0.20	3.4
2	0.50, 0.50, 0.50	0.50, 0.51, 0.50	1.7
3	0.90, 0.90, 0.90	0.89, 0.89, 0.91	4.9

공존이온의 영향 이온들의 영향은 0.4μg/mL의 아질산이온용액에 5%의 상대오차를 줄 때까지 자연계와 식품속에 흔히 들어있는 이온들을 각각 첨가하는 방법으로 검토하였다. 결과 Cu<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Hg<sup>2+</sup>, Al<sup>3+</sup>은 1 100배, Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup>, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>은 2 020배, 아스코르빈산은 30배까지 방해하지 않으며 NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, Fe<sup>2+</sup>은 방해한다는것을 알수 있다.

대상물분석 콩우유가루속에 있는 다른 이온들은 분석에 방해되지 않으므로 단백질만 침전분리하였다. 콩우유가루 1g을 평량하여 100mL들이 비커에 넣고 15mL의 뜨거운 증류수를 넣은 다음 80~90℃의 물욕에서 10~15min동안 우려낸다. 여기에 단백질침전제로 0.75g의 트리클로로초산을 넣고 혼든 다음 방치한다. 용액이 다 풀리면 방온도까지 식혀서 눈금플라스크에 넣고 눈금까지 증류수를 채우고 혼든 다음 방치한다. 단백질이 침전되면 상등액에서 일정한 양을 분취하여 분석조작대로 NO<sub>2</sub><sup>-</sup>을 정량하였다.(표 2)

두 방법을 대비한 결과  $F_{(4, 4, 0.05)}=6.39>F_0=1.14$ ,  $t_{(8, 0.05)}=2.31>t_0=1.69$ 로서 95%의 믿음성을 가지고 정밀도와 정확도에서 차이가 없다.

### 맺 는 말

아질산이온의 산화제적성질을 리용하여 요 드이온을 산화시키고 젤라틴매질에서 농마를 작용시켜 생긴 요드-농마청색착화합물의 흡광도를 측정하여 아질산이온을 간접분광광도분석하는 방법을 확립하였다. 최적조건은 0.2mol/L 초산용액 5mL, 2% KI용액 3mL, 방치시간 5min, 1% 젤라틴용액 2mL, 0.3% 농마용액 5mL, 측정파장 585nm이다. 이 조건에서 검량선의 선형범위는 0.12—1.00 $\mu\text{g/mL}$ , 검출한계는 0.08 $\mu\text{g/mL}$ 이다.

표 2. 콩우유가루에서  $\text{NO}_2^-$  정량결과( $\mu\text{g/g}$ )

No.	확립한 방법	그리스법[1]
1	0.29	0.29
2	0.28	0.28
3	0.30	0.27
4	0.29	0.29
5	0.30	0.29
평균값	0.29	0.28
표준편차	0.008 7	0.010
변동계수/%	3.00	3.57

### 참 고 문 헌

- [1] M. N. Abbas et al.; Anal. Chim. Acta, **410**, 185, 2000.
- [2] Y. X. Feng et al.; Talanta, **62**, 97, 2004.
- [3] Z. Q. Zhang et al.; Anal. Chim. Acta, **370**, 59, 1998.
- [4] V. V. Kmar et al.; Anal. Chim. Acta, **842**, 57, 2014.
- [5] B. Rodjana et al.; Talanta, **64**, 1259, 2004.
- [6] 井上友昭; 分析化学(日), **59**, 35, 2010.
- [7] 池田知穂 等; 分析化学(日), **58**, 675, 2009.

주체105(2016)년 8월 5일 원고접수

## Indirect Spectrophotometry of Nitrite Ion using Its Oxidization

Paek Hyon Chol, Jo Kwang Won and Kim Tong Il

A nitrite ion oxidizes iodine ion to iodine in  $\text{CH}_3\text{COOH}$  solution. The iodine reacts with starch to form iodine-starch complex in 0.08% gelatin medium. A nitrite ion can be indirectly analyzed by measuring absorbance of iodine-starch complex at 585nm. The detection limit of nitrite ion is 0.08 $\mu\text{g/mL}$ .

Key words: nitrite ion, indirect spectrophotometry