

지르코니움알리자린적비색법에 의한 물속의 불소정량

최선애, 김동일, 림진옥

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《먹는물생산에서 위생학적요구를 지키고 정제와 소독을 잘하여야 합니다. 먹는물의 질을 보장하는것은 사람들의 건강과 관련되는 매우 중요한 문제입니다.》(《김정일선집》증보판 제17권 98페이지)

현재 세계적으로 오염된 물로 인한 여러가지 질병이 계속 발생하여 사람들의 생명과 건강에 엄중한 피해를 주고있다. 따라서 음료수의 수질을 정상적으로 분석하고 대책을 세우는것은 병을 예방하고 사람들의 건강을 보호증진시키는데서 매우 중요하다.

자연수에서 불소는 불화나트륨, 불화칼시움의 형태로 조금 포함되어있다.

식료품, 화학제품, 유색금속 등 여러가지 대상물에서 미량의 불소를 정량하기 위하여 흡광광도법과 이온선택전극법이 많이 리용되고있다.[1-4] 그러나 이 방법들은 pH범위가 좁고 착색시간이 긴 결함이 있다.

불소는 몇가지 혼성착체를 제외하고는 착색화합물을 만들지 않으므로 보통 견고한 금속불화물착체를 만드는 금속이 여러가지 배위자와 결합하여 만든 착색화합물을 분해시켜 정량한다.

우리는 지르코니움알리자린착체가 불소에 의하여 안정한 불화지르코니움을 만들면서 탈색되는 성질을 리용하여 물속의 불소를 정량하였다.

실험 방법

시약으로는 100 μ g/mL 불소표준용액, 지르코니움알리자린적용액(알리자린적 : 염화지르코니움 1 : 1), 1 : 1 류산용액, 10% 수산화나트륨용액, 류산은가루, 1% 페놀프탈레인용액, 2차증류수를, 장치로는 자외가시선분광광도계(《UV-2201》), 증류장치를 리용하였다.

직접법 10mL들이 눈금플라스크에 일정한 량의 시료 또는 표준용액을 넣고 0.5mL의 지르코니움알리자린적용액을 넣는다. 눈금까지 증류수를 채우고 1h후 520nm에서 흡광도를 측정한다.

증류법 증발접시에 시료 200.0mL를 넣고 수산화나트륨용액으로 알칼리성을 보장한다. 이것을 총량이 30mL로 될 때까지 증발시킨 다음 플라스크에 넣고 1 : 1 류산 30~40mL, 해당한 량의 류산은가루를 넣어 잘 섞는다. 다음 플라스크를 증류장치와 연결하고 (140 \pm 5) $^{\circ}$ C로 가열한다.

증류가 끝나면 증류액의 일정한 량을 취하여 직접법에서와 같은 방법으로 정량한다.

실험결과 및 고찰

지르코니움알리자린적의 흡수스펙트럼 알리자린적과 지르코니움알리자린적의 흡수스펙트럼은 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 알리자린적에서는 421.5nm에서 최대흡수봉우리가 나타나며 지르코니움알리자린적에서는 524.1nm에서 최대흡수봉우리가 나타나는데 지르코니움과 알리자린적이 1 : 1인 경우 흡광도가 제일 크다.

지르코니움알리자린적의 안정성 지르코니움알리자린적을 제조한 다음 어두운 방에서 보관하면서 시간에 따르는 흡광도를 측정한 결과 6개월후에도 변화가 없다. 즉 지르코니움알리자린적을 제조한 다음 밤색병에 넣어 6개월동안 보관하여 쓸수 있다.

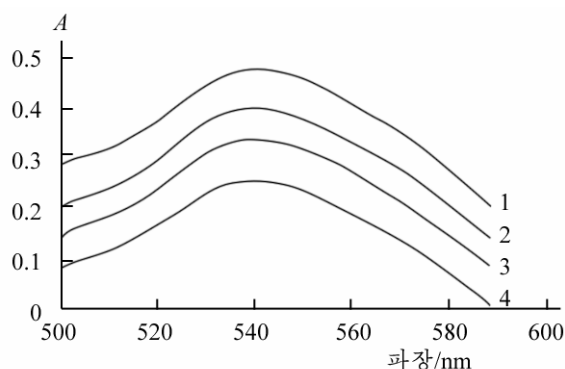


그림 2. 불소농도에 따르는 흡광도변화
1-4는 불소농도가 각각 0, 0.3, 0.6, 0.9 $\mu\text{g/mL}$ 인 경우

알리자린적에 불소를 넣은 후 시간에 따르는 흡광도변화는 그림 3과 같다.

그림 3에서 보는바와 같이 시간이 지남에 따라 흡광도가 작아지다가 1h후에는 거의 일정해진다.

방해원소의 영향 물속에는 불소이온과 반응하는 양이온들과 지르코니움이온과 반응하는 음이온들이 들어있다.

불소의 량을 0.4 $\mu\text{g/mL}$ 되게 취하고 공존원소들의 표준용액을 첨가하면서 흡광도에 미치는 방해성분들의 영향을 고찰하였다. 결과 Al은 0.7배, Fe(III)은 30배, 염소이온은 700배, 류산이온은 300

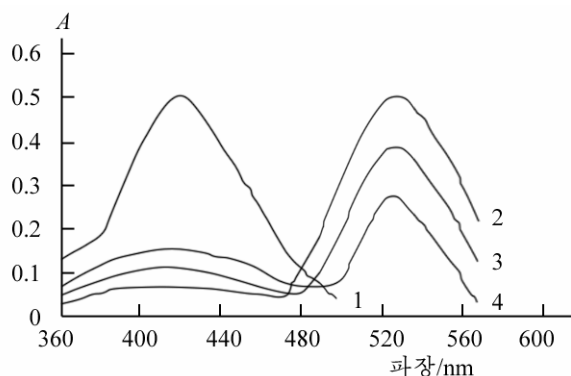


그림 1. 알리자린적과 지르코니움알리자린적의 흡수스펙트럼
1-알리자린적($2 \cdot 10^{-4} \text{mol/L}$), 2-4는 지르코니움과 알리자린적이 각각 1 : 1, 3 : 1, 1 : 3인 경우

불소농도에 따르는 흡광도변화 지르코니움알리자린적의 농도가 0.000 1mol/L일 때 불소농도에 따르는 흡광도변화는 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 불소농도가 짙어짐에 따라 흡광도는 작아지지만 봉우리 위치는 변하지 않는다. 이것은 불소이온이 색이 없는 지르코니움불화물착체를 형성하면서 지르코니움알리자린적착체를 부분적으로 분해시켜 용액의 색을 약화시키기때문이다.

불소첨가후 착화물의 안정성 지르코니움

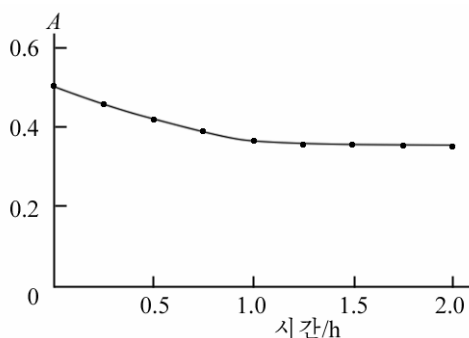


그림 3. 시간에 따르는 흡광도변화

배, 린산이온은 0.1배까지 영향을 주지 않았다. 염소의 방해작용은 염소 0.1mg에 대하여 0.5% 아비산나트륨용액 0.05mL를 넣어서 없앨수 있으며 여러가지 방해물질이 많이 들어있는 물은 미리 증류하여 없앨수 있다.

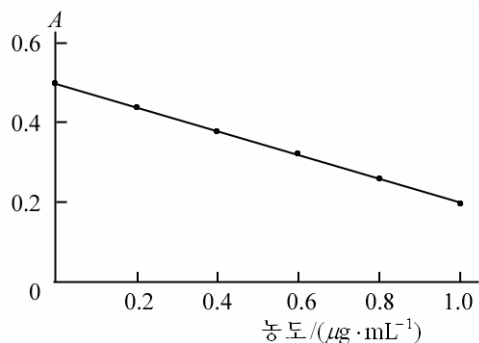


그림 4. 검량선

검량선의 선형범위 불소표준용액으로 검량선 (그림 4)을 작성한 결과 검량선의 방정식은 $y = -0.301x + 0.502 (R^2 = 0.9998)$ 이며 검출아래한계는 $0.01 \mu\text{g/mL}$ 이다.

대상물분석 각이한 장소에서 채취한 여러가지 물시료속의 불소이온을 검량선법과 표준첨가법으로 정량하고 이온선택전극법과 비교하였다.(표)

표. 여러가지 물시료속의 불소이온정량결과

시료명	채취장소	비색법				이온선택전극법	
		검량선법		표준첨가법		불소함량 $/(mg \cdot L^{-1})$	변동결수 $\%$
		불소함량 $/(mg \cdot L^{-1})$	변동결수/ $\%$	불소함량 $/(mg \cdot L^{-1})$	변동결수/ $\%$		
대동강물	지구	0.22	3.8	0.19	4.1	0.23	4.3
수도물	지구	0.13	4.1	0.15	4.3	0.16	4.9
바다물	지구	0.35	3.2	0.37	3.5	0.41	3.8
바다물	지구	0.30	3.0	0.31	2.9	0.38	3.2

정량결과는 6회 평균값

표에서 보는바와 같이 두 방법의 정밀도와 정확도에서는 차이가 없으며 변동결수는 5%이하이다.

맺는 말

지르코늄알리자린적비색법에 의한 불소정량방법을 확립하였다. 이 방법으로는 물속에 들어있는 불소를 변동결수 5%이하로 정량할수 있으며 검출아래한계는 $0.01 \mu\text{g/mL}$ 이다.

참고 문헌

- [1] 김일성종합대학학보(자연과학), 41, 10, 85, 1995.
- [2] 이성룡 등; 분석, 2, 28, 주체90(2001).
- [3] Alain Tressaud; Fluorine and the Environment, Elsevier, 25, 2006.
- [4] Leyu Wang et al.; Spectrochimica Acta, 88, 21, 2013.

주체106(2017)년 7월 5일 원고접수

Determination of Fluorine in Water by Zirconium-Alizarine Red Colorimetric Method

Choe Son Ae, Kim Tong Il and Rim Jin Ok

We established the determination method of fluorine by the zirconium-alizarine red colorimetric method.

Using this method, we can determine the fluorine contained in water under the coefficient of variation of 5% and the detection lower limit is $0.01\mu\text{g/mL}$.

Key words: fluorine, spectrophotometry