

두파장분광광도법에 의한 치약속의 불소정량

김 동 일

경애하는 최고령도자 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《과학연구부문에서는 과학기술로 경제발전의 길을 열고 과학기술로 경제를 이끌어 나가야 한다는 관점과 입장을 가지고 우리 경제의 자립성과 주체성을 강화하며 인민생활을 향상시키기 위한 과학기술적방안과 실행대책을 명확히 세우고 집행해나가야 합니다.》

현재 세계적으로 이삭기를 방지하고 이발법랑질을 보호하기 위하여 치약생산과정에 불화나트륨을 비롯한 불화물을 첨가하고있는데 여기서 중요한것은 치약중의 불소함량을 정확히 평가하는것이다. 불소는 주로 불소이온선택전극법과 분광광도법으로 분석[1-4]하고 있는데 이 방법들은 재현성이 나쁘고 방해원소의 영향을 크게 받는것으로 하여 대상물에서 불소를 반드시 증류분리할것을 요구하고있다.

우리는 불소를 증류분리함이 없이 방해원소들을 염폐하고 두파장분광광도법을 리용하여 치약중의 불소를 정량하기 위한 연구를 하였다.

실 험 방 법

장치로는 자외가시선분광광도계(《UV-2201》), 원심분리기(《Allegra X-12 Centrifuge》), 초음파분해기, 마개달린 눈금시험관, 분석천평을, 시약으로는 알리자린S용액(알리자린S 0.007g을 10mL의 증류수에 푼것), 염화지르코니움용액(염화지르코니움 0.03g을 증류수 25mL에 풀었다.), 알리자린S-지르코니움용액(알리자린S용액과 염화지르코니움용액을 넣고 질은염산 5mL를 첨가한 다음 증류수로 100mL 되게 한것), 3% 수산화바리움용액, 4mol/L 염산용액을 리용하였다.

실험방법은 다음과 같다.

치약 0.3g을 평량하여 마개가 달린 눈금시험관에 넣고 4mol/L 염산용액 3mL, 증류수 5mL를 넣은 다음 초음파분해기에서 5min간 분해한다. 이것을 50mL 눈금플라스크에 넣고 3% 수산화바리움용액으로 눈금을 맞춘 다음 원심분리기에서 원심분리한다. 일정한 량의 상등액을 분취하여 5mL의 눈금플라스크에 넣고 알리자린S-지르코니움용액 1mL를 첨가한 다음 증류수로 눈금을 맞춘다. 1h후에 520과 650nm에서 흡광도를 측정한다.

실험결과 및 해석

흡수스펙트럼의 특성 알리자린S용액과 알리자린S-지르코니움용액, 알리자린S-지르코니움용액(1:1)에 30 μ g의 불소(F^-)를 첨가한 용액의 흡수스펙트르는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 알리자린S용액의 흡수스펙트르는 420nm에서, 알리자린S-지르코늄용액(1:1)의 흡수스펙트르는 520nm에서, 알리자린S-지르코늄용액(1:1)에 $30\mu\text{g}$ 의 불소를 첨가한 용액의 흡수스펙트르는 420과 520nm에서 최대흡수를 나타낸다. 그리고 불소의 양이 증가함에 따라 520nm의 흡수는 작아지고 420nm의 흡수는 증가한다.

따라서 2개의 흡수파장중에서 520nm파장의 퇴색효과를 명백히 측정하기 위하여 520nm와 650nm파장(배경)을 분석파장으로 선정하였다.

착화합물의 형성에 미치는 산도의 영향 알리자린S와 지르코늄이온은 산성매질에서 적색착화합물을 형성하며 이 착화합물용액에 불소이온을 넣으면 지르코늄은 불소이온과 색이 없는 착화합물을 형성하므로 알리자린S-지르코늄착체는 분해된다. 실험조작대로 착색 및 퇴색반응이 진행될 때 불소이온의 농도를 고정하고 염산의 농도를 변화시키면서 흡광도변화를 측정하였다.(그림 2)

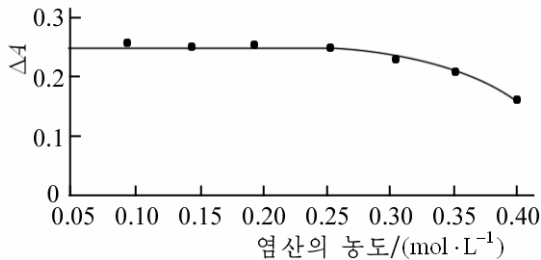


그림 2. 염산의 농도에 따른 착화합물의 흡광도변화
 F^- 의 량 $30\mu\text{g}$

향 실험조작대로 착색 및 퇴색반응이 진행될 때 불소이온의 농도를 고정하고 각이한 온도에서 시간에 따르는 착화합물의 흡광도변화를 측정하였다.(그림 3)

그림 3에서 보는바와 같이 착체형성반응은 80°C 에서 12min, 60°C 에서 30min, 25°C 에서 60min이 지나야 완성된다는것을 알수 있다. 따라서 착체형성시간을 25°C 에서 60min으로 정하였다.

검량선 우의 방법으로 불소표준용액을 리용하여 작성한 검량선은 그림 4와 같다.

검량선의 선형구간은 $2\sim 10\mu\text{g/mL}$ 이며 회귀방정식은 $\Delta A = -0.0045C_{\text{F}^-} + 0.2801$, 회귀결수는 0.9987이다.

방해성분의 영향 일반적으로 치약에는 연마제로 탄산칼슘, 린산칼슘, 류산칼슘 등이, 계면활성제로 모노글리세리드, 라우릴류산나트륨 등이 포함되어있다.

그리하여 우리는 치약중에 있을수 있는 류산이온, 린산이온, 염소이온, 칼슘이온, 마

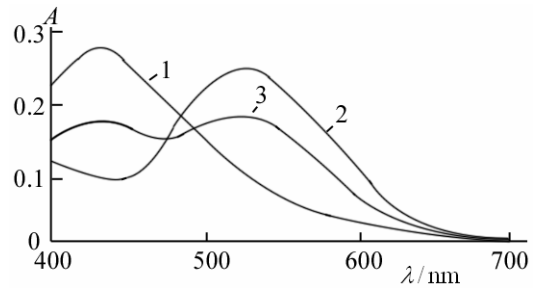


그림 1. 용액의 흡수스펙트르

1-알리자린S용액, 2-알리자린S-지르코늄용액(1:1), 3-알리자린S-지르코늄용액(1:1)+ $30\mu\text{g F}^-$

그림 2에서 보는바와 같이 착화합물의 흡광도변화는 염산의 농도가 0.05mol/L 부터 0.25mol/L 인 구간에서 0.002로서 매우 작으며 그 이후부터는 감소하는데 이것은 알리자린S-지르코늄착체가 불소에 의하여 분해되는것이 아니라 염산에 의하여 분해되기때문이다. 따라서 염산의 농도를 0.1mol/L 로 정하였다.

착화합물형성에 미치는 형성온도와 시간의 영

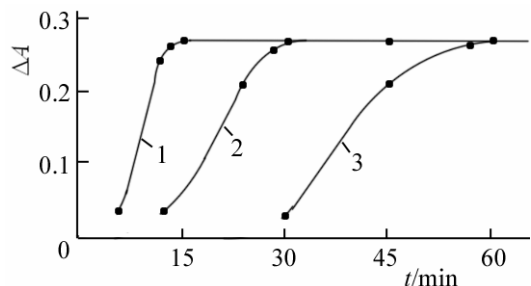


그림 3. 각이한 온도에서 시간에 따르는 착화합물의 흡광도변화

1-3은 온도가 각각 $80, 60, 25^\circ\text{C}$ 인 경우

그네시움이온의 영향을 검토하였다. 우의 방법에 따라 $30\mu\text{g}$ 의 불소를 $\pm 5\%$ 의 상대오차를 가지고 분석할 때 불소정량에 미치는 몇가지 이온들의 방해한계비는 표 1과 같다.

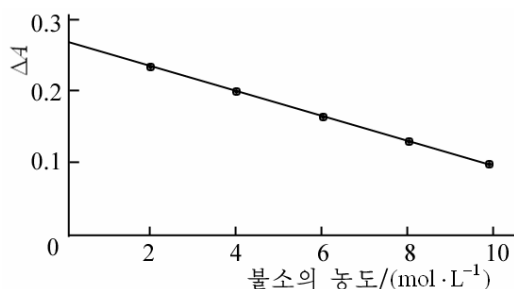


그림 4. 불소의 검량선

표 1. 불소정량에 미치는 몇가지 이온들의 방해한계비

이온	방해한계비
Mg^{2+}	200
Ca^{2+}	100
PO_4^{3-}	150
Cl^-	26
SO_4^{2-}	120

대상물분석 치약중의 불소함량을 실험방법대로 결정하고 불소이온선택전극법과 비교하였다.(표 2)

표 2. 치약중의 불소정량결과

구분	분광광도법	불소이온선택전극법
실험값/ $(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$	1 134	1 096
	1 086	1 027
	1 057	1 016
	1 116	1 047
평균값/ $(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$	1 098	1 044
표준편차/ $(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$	33.87	35.52
변동계수/%	3.1	3.4

표 2에서 보는바와 같이 두 방법의 정밀도($F_0=0.91 < F_{6,0.05}=9.28$)와 정확도($t_0=0.61 < t_{6,0.05}=2.446$)에서는 차이가 없으며 변동계수는 4%이하이다.

맺는말

두과장분광광도법으로 치약속의 불소를 정량하기 위한 최적조건(측정파장 $\lambda_1=520\text{nm}$, $\lambda_2=650\text{nm}$, 염산의 농도 0.1mol/L , 착체형성시간은 25°C 에서 60min)을 찾고 치약속의 불소를 변동계수 4%이하로 정량하였다.

참고문헌

- [1] 김일성종합대학학보(자연과학), 63, 11, 104, 주체106(2017).
- [2] 조선민주주의인민공화국 국가규격 8692.6-90.
- [3] Leyu Wang et al.; Spectrochimica Acta, 88, 21, 2013.
- [4] Alain Tressaud; Fluorine and Enviroment, Elsevier, 25~32, 2006.

Determination of Fluorine in Toothpaste by Two-Wavelength Spectrophotometry

Kim Tong Il

We established the determination method of fluorine by two-wavelength spectrophotometry. Using this method, we can determine fluorine in toothpaste with the coefficient of variation less than 4%.

Key words: fluorine, spectrophotometry