

## 분광광도법에 의한 글리세린정량

한광혁, 홍철

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《치술, 치약, 비누를 비롯한 여러가지 생활필수품을 떨어지지 않고 생산공급하자면 그에 필요한 원료, 자재를 제대로 대주어야 합니다.》(《김정일선집》 증보판 제12권 412페이지)

글리세린은 물감, 톱크, 기침약, 마취약, 치약 등 의약품과 화장품, 화약을 만드는데 없어서는 안될 기초원료이다. 글리세린은 비누생산공정에서 부산물로 많이 생기는데 그량을 보다 신속정확하게 분석하는 문제가 매우 중요하게 제기된다.

지금까지 글리세린은 고성능액체크로마토그래프법[2]이나 전기화학적방법[3], 형광분석법[4, 5] 등으로 감도높이 분석하였으며 생산공정에서는 밀도나 굴절률을 측정하는 방법으로 분석을 진행하였다.

우리는 분광광도법으로 미량의 글리세린을 정량할수 있는 합리적이고 실용적인 분석방법을 확립하기 위한 기초연구를 하였다.

### 실험 방법

기구로는 분광광도계(《JH-721》)를, 시약으로는 분석순의 50g/L  $\text{CuSO}_4$ , 50g/L  $\text{NaOH}$ , 0.1g/mL 글리세린을 리용하였다.

10mL 눈금플라스크에 일정한 량의 50g/L  $\text{CuSO}_4$ , 50g/L  $\text{NaOH}$ , 0.1g/mL 글리세린을 넣고 15min정도 진탕시킨 다음 려과하여 얻어진 동-글리세린착화합물(그림 1)용액[1]의 흡광도를 일정한 파장에서 측정한다.

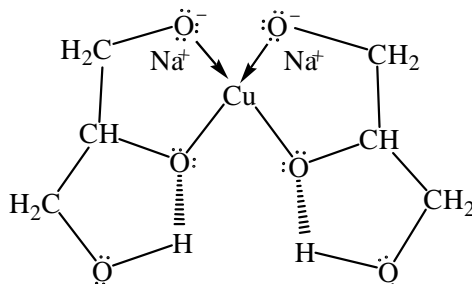


그림 1. 동-글리세린착화합물의 구조

### 실험결과 및 고찰

최적파장의 선택 10mL 눈금플라스크에 50g/L  $\text{CuSO}_4$  1mL, 50g/L  $\text{NaOH}$  3.5mL, 0.1g/mL 글리세린용액 0.1mL를 넣고 눈금까지 증류수를 채운 다음 15min정도 진탕시키고 려과한 동-글리세린착화합물용액에 대하여 400~700nm의 파장범위에서 흡광도를 측정하였다.

동-글리세린착화합물의 흡수스펙트르는 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 동-글리세린착화합물의 최대흡수파장은 630nm이다. 따라서 실험에서는 동-글리세린착화합물의 최대흡수파장을 630nm로 정하였다.

$\text{CuSO}_4$ 의 첨가량  $\text{CuSO}_4$ 은 측정과정에 색을 변화시키는 작용을 하는데 그 량은 실험에 필요한 리론량보다 파잉으로 하는것이 좋다. 50g/L  $\text{CuSO}_4$ 의 첨가량에 따르는 흡광도변화는 그림 3과 같다.

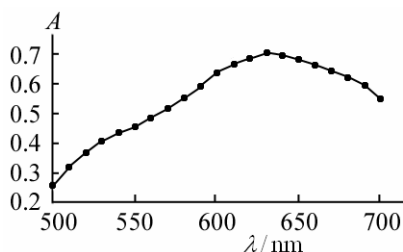


그림 2. 동-글리세린착화합물의 흡수스펙트럼

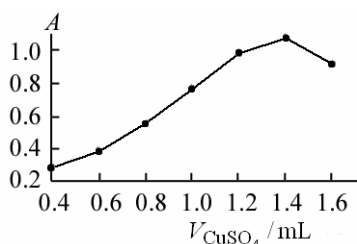


그림 3.  $\text{CuSO}_4$ 의 첨가량에 따르는 흡광도변화

그림 3에서 보는바와 같이 50g/L  $\text{CuSO}_4$ 의 양이 증가함에 따라 흡광도가 커지다가 1.4mL(용액에서  $\text{CuSO}_4$ 의 농도가 7.0g/L일 때)에서 최대로 되었으며 그 이상에서는 감소하였다. 따라서 50g/L  $\text{CuSO}_4$ 의 첨가량을 1.4mL로 정하였다.

$\text{NaOH}$ 의 영향  $\text{NaOH}$ 와  $\text{CuSO}_4$ 이 반응하여 생성된  $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 은 글리세린과 염기성매질에서 동-글리세린착화합물을 형성한다. 50g/L  $\text{NaOH}$ 의 첨가량에 따르는 흡광도변화는 그림 4와 같다.

그림 4에서 보는바와 같이  $\text{NaOH}$ 의 양이 증가함에 따라 흡광도가 점차 커지다가 2.5mL(용액에서  $\text{NaOH}$ 의 농도가 12.5g/L일 때)에서 최대로 되었으며 그 이상에서는 서서히 감소된다. 이것은  $\text{NaOH}$ 의 양이 적으면 동-글리세린착화합물이 충분히 생성되지 않으며 너무 많으면 자주색의  $\text{Cu}(\text{OH})_4^{2-}$ 이 형성되기때문이다. 따라서 50g/L  $\text{NaOH}$ 의 첨가량을 2.5mL로 정하였다.

발색시간의 영향  $\text{NaOH}$ 와  $\text{CuSO}_4$ 이 반응하면서 생긴  $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 현탁액이 글리세린과 충분히 반응할수 있도록 발색시키는것이 중요하다. 발색시간에 따르는 흡광도변화는 그림 5와 같다.

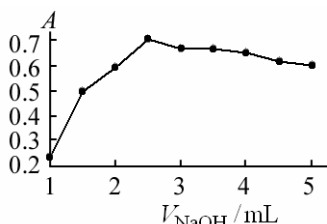


그림 4.  $\text{NaOH}$ 의 첨가량에 따르는 흡광도변화

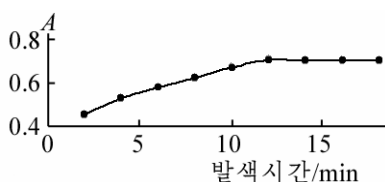


그림 5. 발색시간에 따르는 흡광도변화

그림 5에서 보는바와 같이 발색시간을 길게 할수록 흡광도가 증가하다가 12min이상부터는 거의 변화가 없다. 이로부터 발색시간을 12min으로 정하였다.

검량선 위에서 확립한 최적조건에서 얻은 검량선은 그림 6과 같다.

그림 6에서 보는바와 같이 검량선의 회귀방정식은  $A = 39.436C + 0.0204$  ( $R^2 = 0.999$ )이며 0.0025~0.02g/mL의 범위에서 글리세린의 농도와 흡광도사이에 선형관계가 성립한다.

방해성분의 영향 방해성분들의 영향을 검토한 결과 에틸렌글리콜은 글리세린과 같은 농도로 존재할 때 방해영향이 크게 나타났다.

또한 시료가 글리세린의 트리에스테르, 디에스테르,

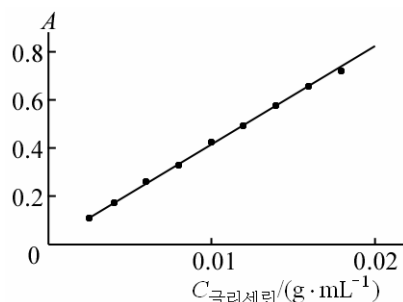


그림 6. 글리세린농도결정을 위한 검량선

모노에스테르를 포함하고있다면 그것들과 측정에서 리용되는 알카리가 반응하여 글리세린이 생기므로 분석에 영향을 미칠수 있다.

그러나 비누생산공정의 폐수와 같은 시료에는 우와 같은 물질들이 존재하지 않으므로 방해영향이 없다고 볼수 있다.

대상물분석 비누화과정에서 얻은 폐수를 20.00g 정확히 취하고 질은 염산 0.3mL를 첨가하여 pH를 6~7 되게 하고 교반한 다음 방치하고 려과하여 얻은 려액을 희석하여 25mL로 만들어 시료를 준비한다. 여기서 일정한 량을 취하여 분광광도법으로 우에서 확정한 최적조건에서 분석을 진행하였다.

비누화과정에서 얻은 용액에서 글리세린의 함량을 표준첨가법으로 분석하여 정확성을 검토하였다.(표 1)

표 1. 비누화시료에서 글리세린의 표준첨가회수를

함량/(g·mL <sup>-1</sup> )	분석결과		
	첨가량/(g·mL <sup>-1</sup> )	찾은 량/(g·mL <sup>-1</sup> )	회수률/%
0.056 6	0.025	0.024 4	97.6
		0.025 5	102
		0.024 6	98.4

표 1에서 보는바와 같이 회수률이 97.6~102%로서 분석의 정확성이 높다는것을 알수 있다.

또한 표 2에서 보는바와 같이 여러번 반복실험을 진행하여 얻은 결과 상대표준편차가 0.700%로서 정밀도가 매우 높다는것을 알수 있다.

표 2. 정밀도측정결과(n=5)

글리세린농도/(g·mL <sup>-1</sup> )	평균값/(g·mL <sup>-1</sup> )	표준편차/(g·mL <sup>-1</sup> )	상대표준편차/%
0.056 3	0.056 6	0.000 396	0.700
0.056 8			
0.057 1			
0.056 6			
0.056 1			

앞에서 언급한 실험방법대로 비누화과정에서 얻은 폐수에서 글리세린을 회수하기 전(시료 1)과 글리세린을 회수한 후(시료 2)의 분석결과는 표 3과 같다.

표 3. 대상물분석결과(n=5)

시료	글리세린함량/%
1	4.19±0.11
2	0.52±0.03

## 맺 는 말

글리세린정량을 위한 분광광도법의 최적조건은 측정파장 630nm, 초기용액에서 CuSO<sub>4</sub>의 농도 7.0g/L, NaOH의 농도 12.5g/L, 발색시간 12min이며 제기한 방법의 회수률은 97.6~102%, 상대표준편차는 0.700%이다.

## 참 고 문 헌

- [1] 민병훈 등; 유기화학, 김일성종합대학출판사, 231~234, 주체100(2011).
- [2] P. Lozano et al.; Fresenius J. Anal. Chem., **354**, 319, 1996.
- [3] C. Gilmaru Luca et al.; Analytica Chimica Acta, **366**, 193, 1998.
- [4] B. Rezaei et al.; Anal. Lett., **33**, 941, 2000.
- [5] S. Andrey et al.; Analytica Chimica Acta, **914**, 75, 2016.

주체108(2019)년 10월 5일 원고접수

## Determination of Glycerol by Spectrophotometry

*Han Kwang Hyok, Hong Chol*

The optimum conditions for determination of glycerol by spectrophotometry are as follows: the measurement wavelength is 630nm, the concentrations of  $\text{CuSO}_4$  and  $\text{NaOH}$  are 7.0g/L and 12.5g/L in the initial solution, respectively and coloring time is 12min.

The recovery and relative standard deviation of this method are 97.6~102% and 0.700%, respectively.

Keywords: glycerol, spectrophotometry