

## 흡착벗김 전압전류법적 지르코늄의 정량

최원형<sup>†</sup> · 이진식 · 김도훈 · 김종철

경성대학교 이과대학 화학과

(1993. 6. 17. 접수)

### Adsorptive Stripping Voltammetrical Determination of Zirconium

Choi Won Hyung<sup>†</sup>, Lee Jin Sik, Kim Do Hoon, Kim Jong Cheol

Department of Chemistry, Science College, Kyungseong University

Deayeon - Dong, Nam - Gu, Pusan 608 - 736, Korea

(Received Jun. 17, 1993)

**요약** : oxine을 리간드로 이용하여 흡착벗김 전압전류법으로 극미량의 지르코늄을 정량하는 방법을 연구하였다. 이때 지지 전해질은  $2.5 \times 10^{-3} \text{M}$  borax 완충용액을 사용하였고, oxine의 농도가  $4 \times 10^{-6} \text{M}$ 로 되도록 하여 실험하였다. accumulation potential을  $-0.2 \text{V}$ , accumulation time을 400sec로 하고 scan rate를  $4 \text{mV/sec}$ 로 하여 실험한 결과 지르코늄의 농도가  $1 \sim 100 \mu\text{g/L}$  범위에서 얻은 검정곡선은 직선성을 나타내었다.

**Abstract** : Adsorptive stripping voltammetric determination method of trace zirconium using oxine as a ligand was studied. Optimal conditions found to be  $2.5 \times 10^{-3} \text{M}$  borax buffer solution (pH 8.5) containing oxine concentration of  $4 \times 10^{-6} \text{M}$ . Accumulation potential was  $-0.2 \text{V}$ , accumulation time was 400sec and scan rate was  $4 \text{mV/sec}$ . Calibration plots for zirconium are linear over the range of  $1 \sim 100 \mu\text{g/L}$  in optimal condition.

**Key word** : Zirconium. Oxine. Adsorptive Stripping Voltammetry.

#### I. 서론

최근 초전도체 연구에 쓰이는 지르코늄은 공업적 용도가 증가하고 있으므로 극미량 분석법의 개발이 한층 더 필요하게 되었다. 지르코늄은 기화 또는 해리시키기 매우 어려운 내화성 산화물을 형성하여 자유 지르코늄 원자(free zirconium atoms)들을 생성시키기 어렵기 때문에 원자흡광법으로 분석하기가 어렵다.<sup>1</sup> 또 유·무기 시약과 지르코늄의 착물을 형성시킨 후에 UV-Vis 흡광광도법으로 분석할 수 있으나 검출 한계

가 매우 높아 미량의 지르코늄의 분석에는 적당하지 못하다.<sup>2-5</sup> 현재 지르코늄의 분석에는 일반적으로 X-선 형광법<sup>6</sup>이 많이 이용되고 있으며, 미량 범위의 분석으로는 유도결합 플리즈마 방출 분광법으로  $10^{-9} \text{M}$ 까지 분석이 가능하나 경제적 부담감이 매우 크다.<sup>7</sup>

일반적으로 지르코늄 화합물은 매우 안정한  $4^+$  산화 상태를 이루고 있기 때문에 산화환원 반응을 이용하는 전기화학적 분석법을 이용하기 어렵다. 따라서 안정한 상태를 환원시키려면 매우 높은 에너지가 필요하며, 수는 작업전극으로 지르코늄의 직접환원을 이용한

분석은 어렵고 단지 간접적인 측정만이 가능하다.<sup>8~9</sup>

지금까지 전기화학적 방법으로 지르코늄을 분석한 예를 들면, Zr-oxalic acid-cupferron-diphenylguanidine 화합물<sup>10</sup>과 Alizarin Red<sup>11</sup>를 이용한 보고가 있으나, 그 분석방법은 매우 복잡하므로 실용화하기에는 어려운 실정이다. 따라서 본 연구에서는 전이금속인 지르코늄에 비어 있는 4d 오비탈에 전자를 제공할 수 있는 8-hydroxyquinoline(oxine)를 리간드로 하여 전이금속인 지르코늄과 Zr-8-hydroxyquinoline 착물을 형성하고, 이 전기활성종이 수은전극에 흡착되는 성질을 이용한 흡착벗김 전압-전류법으로 미량 지르코늄의 분석법을 개발하였다.

## II. 실험

### 1. 장치

흡착벗김 전압-전류법(Adsorptive Stripping Voltammetry, AdSV) 장치로는 microprocessor polarographic unit가 장착된 polaroprocasseur (Tacussel electronique EGM 200T)를 사용하였다. 본 실험에서는 Ag/AgCl 전극(Tacussel TR 010)을 기준 전극으로 사용하였으며, 전해용액의 저항에 의한 ohmic drop( $iR$ )을 보상할 수 있도록 삼전극 방식을 채택하였고, 전해용기로는 10mL 용기(Tacussel CP 04)를 사용하였다. 이때 용기로부터의 흡착 등 오염을 방지하기 위하여 유해금속 측정용 질산과 황산(Junsei제)을 같은 부피 비율로 섞은 용액 속에 2시간 정도 끓여서 불순물을 용출시키고, 탈이온수로 끓여 3회 세척한 다음에 사용하였다.

### 2. 시약

지르코늄 표준용액은  $ZrCl_4$ (Junsei제, 특급) 2.5884g을 1N 질산에 녹여서 그 농도가 1000mg/L 되도록 하고 실험할 때마다 적당한 농도로 묽혀서 사용하였다. oxine(Junsei제, 특급) 표준용액은  $5.806 \times 10^{-3}$ g을 ethanol 25mL에 용해시킨 후, 일정량의 탈이온수를 첨가하여 그 농도를  $4 \times 10^{-4}$ M로 한것을 표준용액으로 사용하였다. 실험에 사용한 수은은 산화과정을 거친 다음 25~30mmHg의 압력에서 증류한 것을 사용하였다. 실험에 사용한 탈이온수는 1차 증류수를 필터, 활성탄, 이온 교환 수지 및  $0.45\mu m$  필터로 이루어져 있는

Millipore Milli-Q에 통과시켜서 18M ohm/cm 이상인 탈이온수를 사용하였다. 그리고 본 실험에 사용한 기타 시약들은 특급품을 정제하지 않고 그대로 사용하였다.

### 3. 실험방법

$2.5 \times 10^{-3}$ M borax(Junsei제, 특급) 지지전해질 용액 10mL에 oxine이  $4 \times 10^{-8}$ M가 되도록 넣고 전해액 중의 용존산소를 제거하기 위해 300초 동안 질소가스를 용액에 통과시켰다. 새로운 수은 방울을 0.5초 동안 성장시킨 후, accumulation potential을  $-0.2V$ 에 고정시키고, accumulation time을 400초로 하여 실험하였다. 이때 실험조건은 전해용기 속에 넣은 teflon

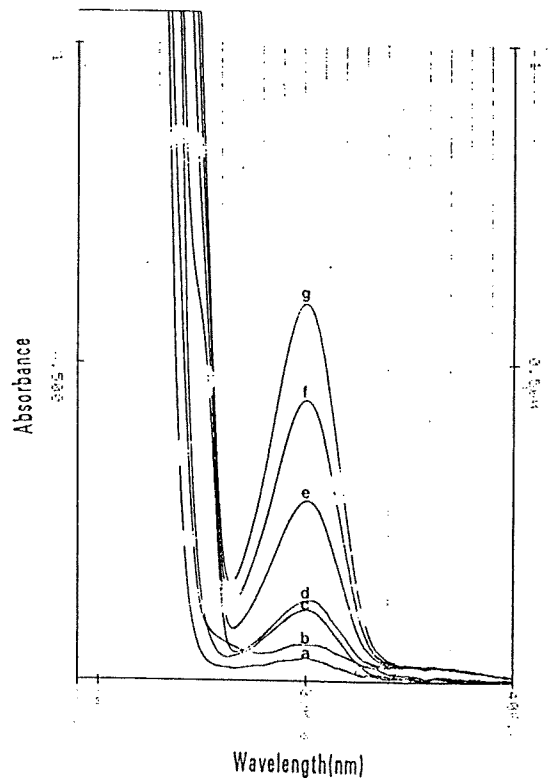


Fig. 1. UV-Vis spectra of zirconium-oxine complex.  
a)  $2.5 \times 10^{-3}$ M Borax, b) a)  $4 \times 10^{-5}$ M Oxine, c) b) 1mg/L, d) b) 10mg/L, e) b) 30mg/L, f) b) 50mg/L, g) b) 70mg/L Zr

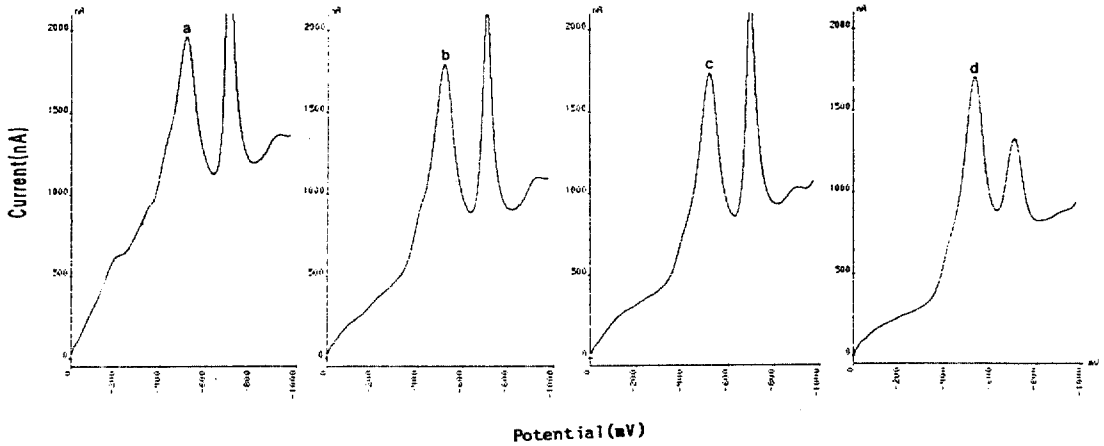


Fig. 2. Adsorptive stripping voltammograms for 100µg/L Zirconium at following accumulation potentials, a) 0, b) -0.1, c) -0.2, d) -0.3V.

oxine :  $4 \times 10^{-8}$  M, accumulation time : 400sec, scan rate : 2mV/sec, borax :  $2.5 \times 10^{-3}$  M

magnetic bar를 1500rpm으로 회전시켜 용액을 계속 교반하고, 용액의 교반을 20초 동안 멈춘 후 0.0V ~ -1.0V까지 double differential pulse (prepulse duration  $20 \times 10^{-3}$  초, pulse amplitude  $45 \times 10^{-3}$  V, pulse deration  $60 \times 10^{-3}$  초)를 주사시켜 실험하였다.

전해액 속의 용존산소를 제거하기 위하여 사용한 질소가스는 고순도급(99.95%)을 ammonium metavanadate의 염산 용액과 아연-수은 amalgam이 채워진 세척 병을 통과시킨 다음, 측정에 이용되는  $2.5 \times 10^{-3}$  M borax 용액을 넣은 세척병을 통과시킨 후 사용하였다.<sup>12</sup>

### III. 결과 및 고찰

#### 1. 지르코늄과 Oxine의 착물 형성반응의 확인

UV-VIS 분광법을 이용하여 지르코늄과 oxine의 착물 형성반응<sup>13</sup>을 확인하기 위하여  $2.5 \times 10^{-3}$  M borax 용액에  $4 \times 10^{-5}$  M이 되도록 oxine을 첨가하고, 지르코늄의 농도를 1mg/L부터 70mg/L까지 변화시키면서 지르코늄과 oxine의 착물형성반응을 예측할 수 있는 190nm~400nm 파장 범위에서 흡수 스펙트럼을 측정하여 Fig. 1에 나타내었다. Fig. 1에서 보듯이 300nm 부근에서 최대 흡광도를 측정할 수 있고, 지르코늄의 농도가 커짐에 따라서 흡광도가 증가하므로 Zr-oxine 착물이 형성됨을 알 수 있었다.

#### 2. Accumulation potential의 영향

AdSV를 이용한 분석에서 accumulation potential은 분석감도에 영향을 미치는 요인이다.<sup>14</sup> 따라서 accumulation potential의 변화에 따른 봉우리 전류값의 변화를 알아보기 위하여 지르코늄의 농도를 100µg/L,

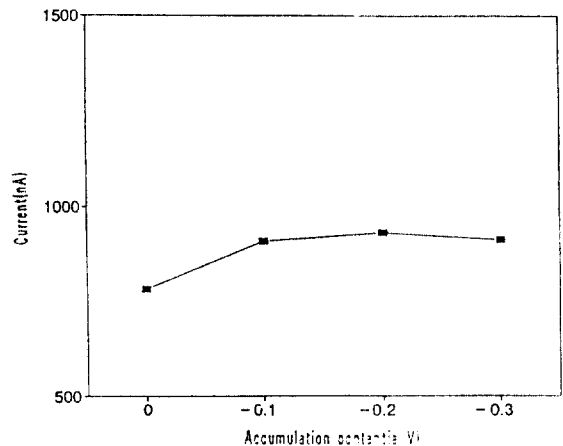


Fig. 3. The effect of accumulation potential on the adsorptive stripping peak current for 100µg/L zirconium.

oxine :  $4 \times 10^{-8}$  M, accumulation time : 400sec, scan rate : 2mV/sec, borax :  $2.5 \times 10^{-3}$  M

oxine의 농도를  $4 \times 10^{-8} \text{M}$ 로 일정하게 하고, accumulation potential을  $0.0\text{V} \sim -0.3\text{V}$ 로 변화시켜 가면서 voltammogram을 기록하였으며 그 중에서  $0.0\text{V}$ 와  $-0.3\text{V}$ 에서 기록한 voltammogram을 Fig. 2에 나타내었고, 이들 그림으로부터 accumulation potential 변화에 따른 붕우리 전류값의 변화를 Fig. 3에 나타내었다. Fig. 3으로부터 알 수 있는 바와 같이 accumulation potential을  $-0.1\text{V} \sim -0.3\text{V}$ 로 변화시켰을 때 붕우리 전류값의 변화는 거의 없었으며, stripping potential  $-0.2\text{V}$ 와  $-0.4\text{V}$  부근에서 나타나는 oxine 자체의 붕우리와의 완전한 분리를 위하여 accumulation potential을  $-0.2\text{V}$ 로 일정하게 유지시키면서 실험하였다.

### 3. Accumulation time의 영향

Accumulation time의 변화에 의해 일어나는 붕우

리 전류값의 변화를 알아보기 위하여  $2.5 \times 10^{-3} \text{M}$  borax 지지 전해질에  $4 \times 10^{-8} \text{M}$  oxine과  $100 \mu\text{g/L}$  지르코늄을 첨가한 후, accumulation time을 100초에서 600초까지 변화시키면서 기록한 voltammogram들을 Fig. 4에 나타내고, 그 중에서 100~400초에서 얻은 붕우리 전류값을 Fig. 5에 나타내었다. Fig. 4에서  $-0.2\text{V}$ 에서 나타나는 붕우리의 전류값은 지르코늄의 농도가 증가함에 따라 감소함을 볼 수 있다. 따라서 이 붕우리는 지르코늄과 반응하고 남은 oxine의 붕우리로서 예상된다. Fig. 5에서 알 수 있는 바와 같이 accumulation time이 증가할수록 붕우리 전류값은 증가하나 400초 이후에는  $-0.4\text{V}$ 에서 나타나는 oxine 자체 붕우리와의 분리능이 떨어져 지르코늄의 붕우리에 oxine 붕우리가 합쳐지는 현상을 볼 수 있었다. 따라서 본 실험에서는 accumulation time을 400초로 고정하여 실험하였다.

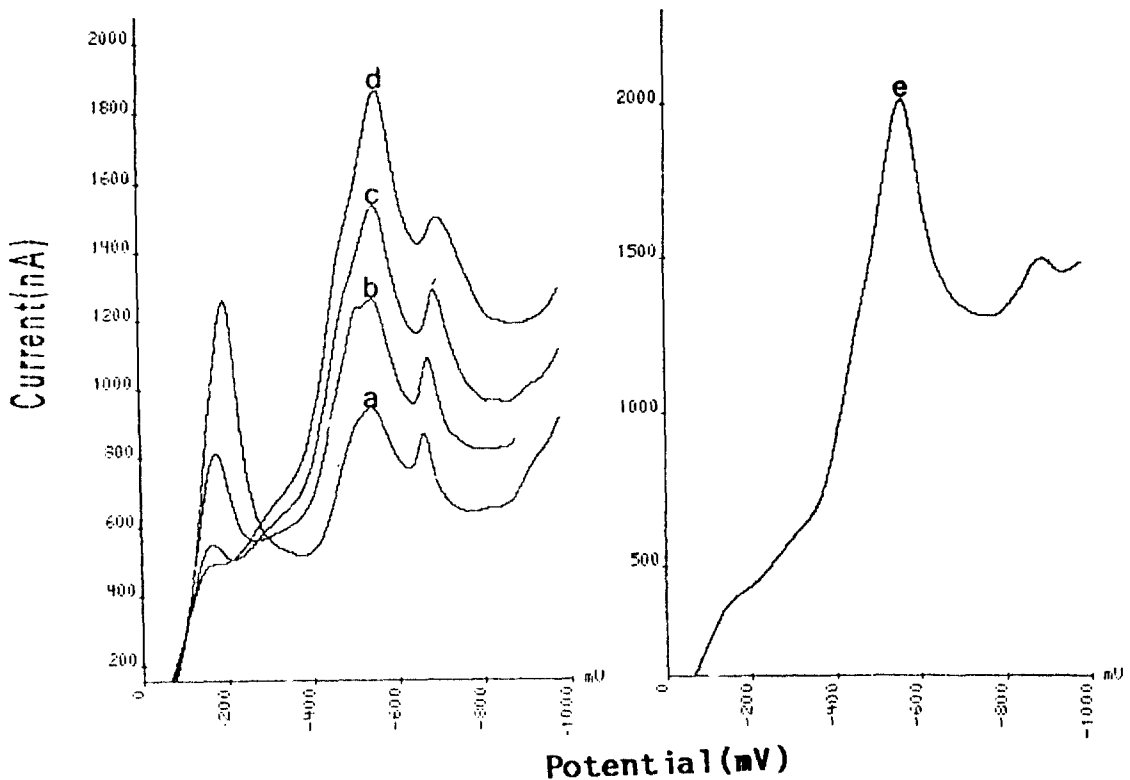


Fig. 4. Adsorptive stripping voltammograms for  $100 \mu\text{g/L}$  zirconium at following accumulation time, a) 100, b) 200, c) 300, d) 400, e) 600sec.

oxine:  $4 \times 10^{-8} \text{M}$ , accumulation potential:  $-0.2\text{V}$ , scan rate:  $2\text{mV/sec}$ , borax:  $2.5 \times 10^{-3} \text{M}$

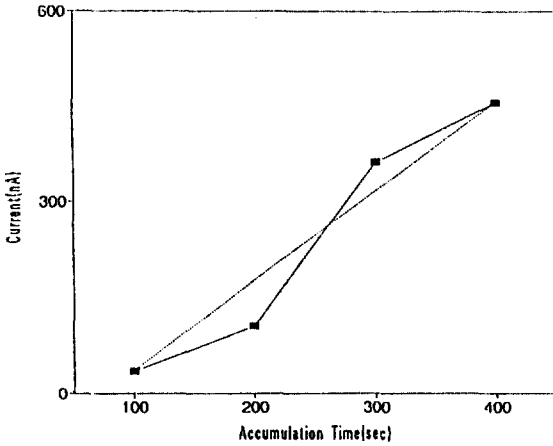


Fig. 5. The effect of accumulation time the adsorptive stripping peak current for 100µg/L zirconium.  
oxine:  $4 \times 10^{-8}$  M, accumulation potential: -0.2 V, scan rate: 2mV/sec, borax:  $2.5 \times 10^{-3}$  M

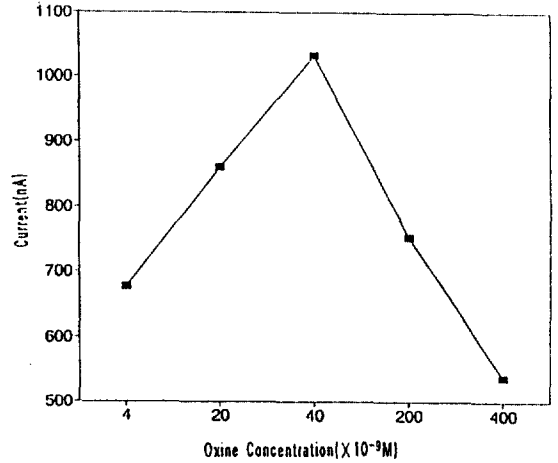


Fig. 6. The effect of oxine concentration on the adsorptive stripping peak current for 100µg/L zirconium.

accumulation potential: -0.2V, scan rate: 2mV/sec, accumulation time: 400sec, borax:  $5 \times 10^{-3}$  M

4. Oxine 농도의 영향

지르코늄은 전기화학적으로 비활성이기 때문에 수은전극을 사용한 지르코늄의 전기화학적 분석은 매우 어렵다. 따라서 전극에 대한 전기적 활성이 큰 유기화합물과 지르코늄의 착물을 형성시켜 전기화학적 활성을 높이고 감도를 증가시킨 후, 전기화학적으로 분석하는 예가 알려져 있다.<sup>10-11</sup> 따라서 매달린 수은 전극(HMDE)를 작업전극으로 하여 oxine과 지르코늄의 착물을 형성시킨 후에 분석하였다.

Oxine의 농도가  $4 \times 10^{-9} \sim 4 \times 10^{-7}$  M이 되도록 첨가하여 봉우리 전류를 측정 한 결과를 Fig. 6에 나타내었다. Fig. 6에서  $4 \times 10^{-8}$  M oxine을 첨가하였을 때 가장 높은 전류값을 나타내었으며, oxine의 농도가 그 이상이 되면 전류값은 오히려 감소함을 보여 주었다. 이러한 전류값의 감소는 oxine과 지르코늄의 착물이 전극계면에서 탈착되기 때문이다. 지르코늄과 반응하고 남은 oxine 분자나 물분자와 착물간의 교환반응에 의해서 일어나는 adsorption blocking effects로 생각된다.<sup>15</sup>

따라서 본 실험에서는 oxine의 농도를  $4 \times 10^{-8}$  M로 고정하여 실험하였다.

5. 지지전해질의 pH 변화에 따른 영향

전기화학적 분석에서는 전극반응이 일어나는 전위

범위에서 경쟁반응이나 부반응이 일어나지 않는 지지 전해질을 선택하여야 한다.<sup>16</sup> 이와 같은 조건을 만족시키는 지지전해질은 부반응의 한계전류값을 감소시킴으로써 지르코늄의 확산전류 비율을 증가시키게 되고 균일한 표면 반응이 일어나도록 한다. 본 실험에서는 이러한 조건을 만족시키는 지지전해질을 선택하기 위하여 질산, 과염소산, piperazine-N,N-bis[2-ethanesulfonic acid](PIPES), 그리고 탄산염 완충용액을 이용하여 실험하였으나, borax를 지지전해질로 사용하였을 때 가장 좋은 결과를 얻을 수 있었으며, 또한 지지전해질의 pH 변화에 따른 봉우리 전류의 변화를 알아보기 위하여 지지전해질의 pH를 7.5, 8.5, 그리고 9.9로 변화시켰을 때 얻은 voltammogram을 Fig. 7에 나타내었다. Fig. 7에서 보는 바와 같이 지지전해질의 pH가 8.5일 때 oxine의 봉우리와 분리가 잘 일어나는 것을 볼 수 있다. 따라서 본 실험에서는 지지전해질의 pH를 8.5로 고정시켜 실험하였다.

6. Scan rate의 영향

Scan rate가 봉우리 전류에 미치는 영향을 조사하기 위하여 scan rate를 2~6mV/sec로 변화시켜 가면서

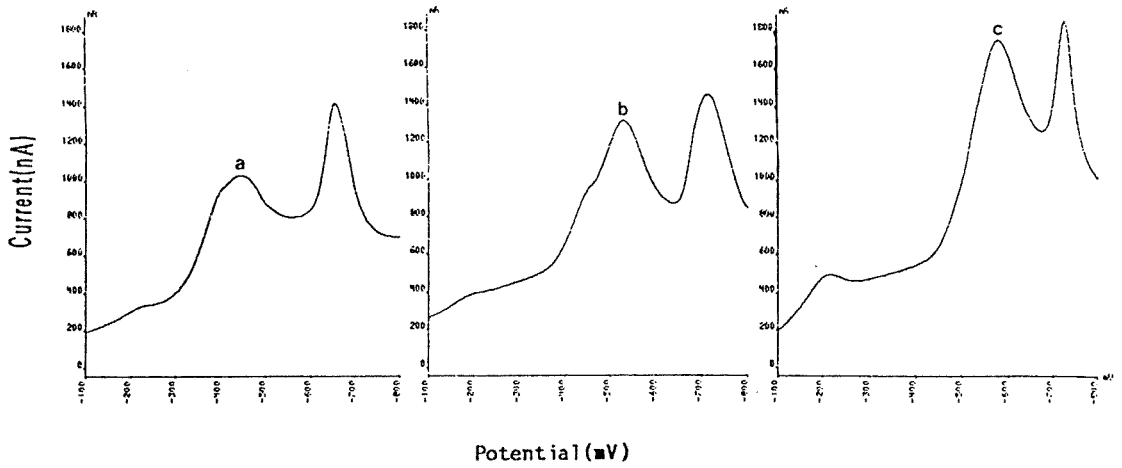


Fig. 7. Adsorptive stripping voltammograms with pH variation for 30 $\mu$ g/L zirconium, a) 7.5, b) 8.5, c) 9.9. accumulation time: 400sec, scan rate: 2mV/sec, accumulation time: 400sec, borax: 2.5 $\times 10^{-3}$ M

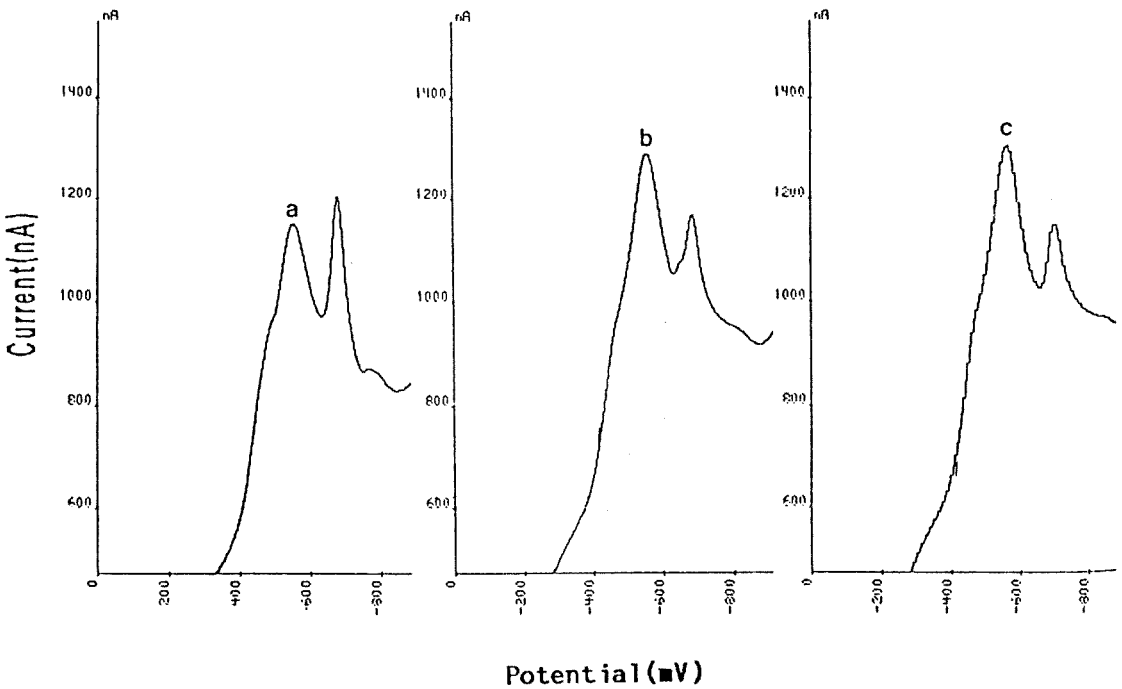


Fig. 8. Adsorptive stripping voltammograms with scan rate for 30 $\mu$ g/L zirconium, a) 2, b) 4, c) 6mV/sec. accumulation potential: -0.2V, oxine: 4 $\times 10^{-8}$ M, accumulation time: 400sec, borax: 2.5 $\times 10^{-3}$ M

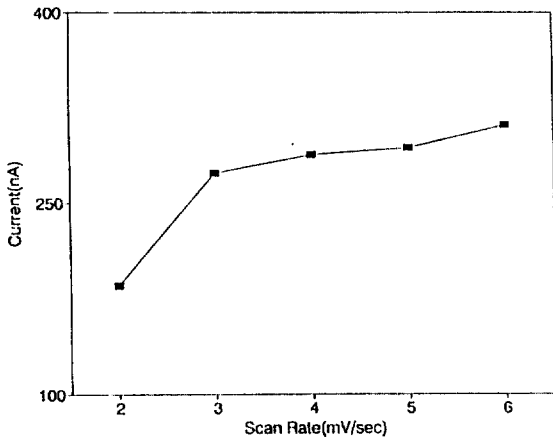


Fig. 9. The effect of the scan rate on the adsorptive stripping peak current for  $30\mu\text{g/L}$  zirconium.

accumulation potential:  $-0.2\text{V}$ , oxine:  $4 \times 10^{-8}\text{M}$ , accumulation time:  $400\text{sec}$ , borax:  $2.5 \times 10^{-3}\text{M}$

얻은 voltammogram을 Fig. 8에 나타내었다. scan rate의 변화에 따른 전류값의 변화를 plot하여 Fig. 9에 나타내었다. Fig. 8에서 나타냈듯이  $4\text{mV/sec}$ 에서 분석감도와 분해능이 가장 좋았고 scan rate가  $4\text{mV/sec}$ 보다 빠를 경우에는 봉우리 모양이 거칠어져서 smooth mode를 사용하여야만 하므로 본 실험에서는 scan rate를  $4\text{mV/sec}$ 로 고정하고 실험하였다.

### 7. 작업전극인 수은의 성장기간에 따른 봉우리값의 변화

수은 전극의 성장기간에 따른 봉우리 전류값의 변화를 알아보기 위하여 전해용기 속의 magnetic bar의 교반속도를  $1500\text{rpm}$ 으로 일정하게 유지하고 수은 pool에 주어지는 압력을 일정하게 유지하면서 성장 시간을  $0.1, 0.5, 0.8$ 초로 변화시켜 가면서 얻은 voltammogram을 Fig. 10에 나타내고, 성장시간에 따른 전류값의 변화를 Fig. 11에 나타내었다. Fig. 11에서 보듯이 성장 시간을  $0.5$ 초로 하여 실험하였을 때 가장 좋은 결과를 얻을 수 있었으며, 그 이상의 시간에서는 시간의 증가에 따른 전류값의 증가를 볼 수 없었다. 따라서 본 실험에서는 수은전극의 성장 속도를  $0.5$ 초로 하고 실험하였다.

### 8. Equilibrium time의 영향

Equilibrium time 변화에 따른 봉우리 전류값의 변화를 알아보기 위하여 equilibrium time을  $0\sim 30$ 초까지 변화시켜 가면서 봉우리 전류값을 측정하여 Fig. 12에 나타내었다. Fig. 12에서 보는 바와 같이 equilibrium time을  $10$ 초 이상 주었을 때 큰 전류값의 변화를 볼 수는 없었으나 equilibrium time이  $20$ 초일 때 가장 높은 전류값을 얻을 수 있었다. 따라서 본 실험에서는 equilibrium time을  $20$ 초로 하여 실험하였다.

### 9. 최적 조건에서의 검정곡선의 작성

지금까지 AdSV를 이용하여 조사한 최적의 분석조건에서 지르코늄을 정량하였다. 지르코늄 표준용액을 희석하여 그 농도를  $1\sim 150\mu\text{g/L}$ 까지 변화시켜 가면서 전류값을 측정한 결과를 Fig. 13에 나타내었다. 지르코늄의 농도가  $100\mu\text{g/L}$  이상일 때 전류값의 변화는 없었다.

따라서  $100\mu\text{g/L}$  이상의 농도에서 측정된 전류값이 한계전류로 생각되어지며 이 현상은 전극 표면에 지르코늄 착물이 포화상태가 되어 일어나는 현상이라 생각된다. 전극 표면이 포화상태가 되면 분석 목적물의 농도에 관계없이 일정한 전류값이 측정된다.<sup>17</sup> 최적 조건에서 작성된 검정곡선의 상관계수는  $0.9985$ 였다.

### 10. 공존 이온의 영향

전기화학적 방법을 이용한 지르코늄의 정량에 영향을 미치리라 예상되는 이온들에 대한 영향을 조사하였다.

①  $\text{Ca}^{2+}, \text{Na}^{2+}, \text{Mg}^{2+}$ 를 지르코늄의 농도에 비하여  $10$ 배 이상 첨가하였을 때 아무런 영향을 미치지 않았고,  $\text{Sr}^{2+}$ 은 첨가 농도가  $10\mu\text{g/L}$ 까지는 영향이 없으나, 그 이상의 농도에서는 지르코늄의 반파전위와 동일한 전위값에서 약간의 전류값 상승이 일어났다.

②  $\text{Fe}^{3+}$ 를 첨가할 경우 지르코늄의 반파전위보다 더 양전위인  $-0.375\text{V}$ 에서 봉우리가 나타났고  $1\sim 5\mu\text{g/L}$ 까지는 전류값의 상승이 일어났고,  $10\mu\text{g/L}$  이상의 농도에서는 봉우리 전류값이 감소하는 현상이 나타나면서  $\text{Fe}^{3+}$ 의 농도의 증가에 따라 지르코늄의 봉우리 전류값은 일정하게 증가한다.

③  $\text{Be}^{2+}$ 를 첨가하였을 때  $-0.730\text{V}$ 에서 그 농도가  $50\mu\text{g/L}$  이상일 때에 영향이 나타나는 것을 확인할 수

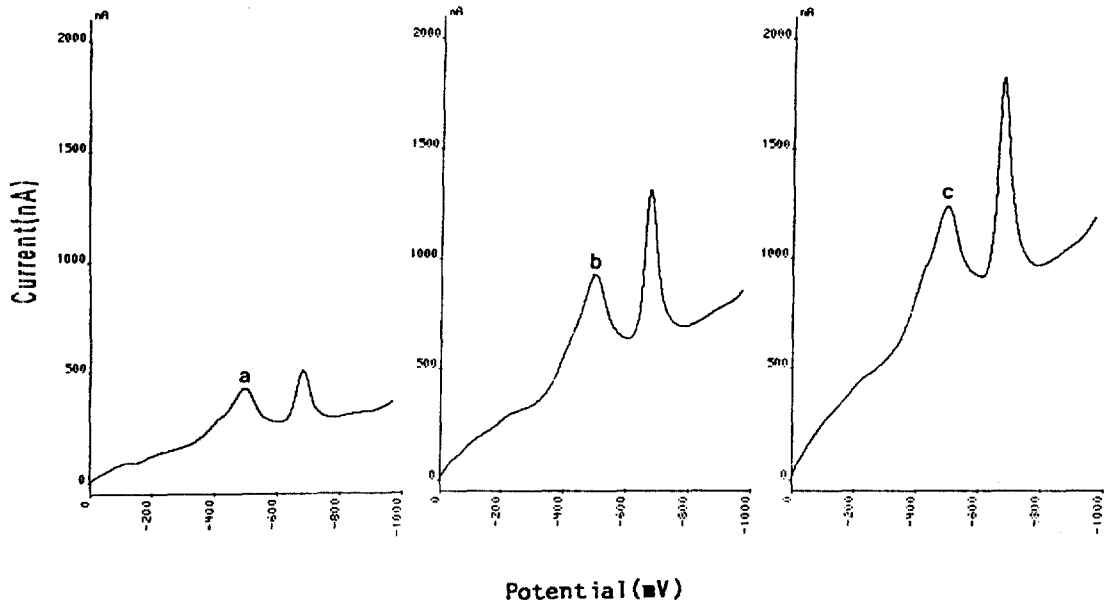


Fig. 10. Adsorptive stripping voltammograms with mercury growing time for  $30\mu\text{g/L}$  zirconium.

a) 0.1, b) 0.5, c) 0.8 sec, accumulation time: 400sec, accumulation potential:  $-0.2\text{V}$ , borax:  $2.5 \times 10^{-3}\text{M}$   
 scan rate:  $4\text{mV/sec}$ , oxine:  $4 \times 10^{-8}\text{M}$

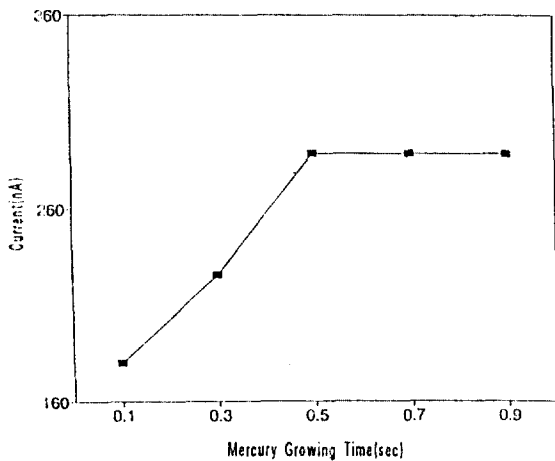


Fig. 11. The effect of the mercury growing time on the adsorptive stripping peak current for  $30\mu\text{g/L}$  zirconium.

accumulation potential:  $-0.2\text{V}$ , oxine:  $4 \times 10^{-8}\text{M}$ , accumulation time: 400sec, borax:  $2.5 \times 10^{-3}\text{M}$ , scan rate:  $4\text{mV/sec}$

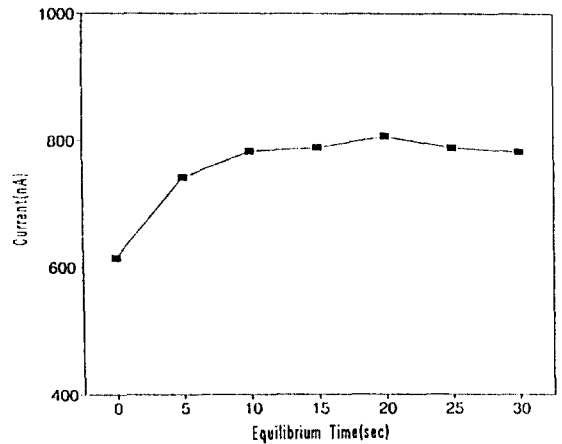


Fig. 12. The effect of equilibrium time on the adsorptive stripping peak current for  $30\mu\text{g/L}$  zirconium.

accumulation potential:  $-0.2\text{V}$ , oxine:  $4 \times 10^{-8}\text{M}$ , accumulation time: 400sec, borax:  $2.5 \times 10^{-3}\text{M}$



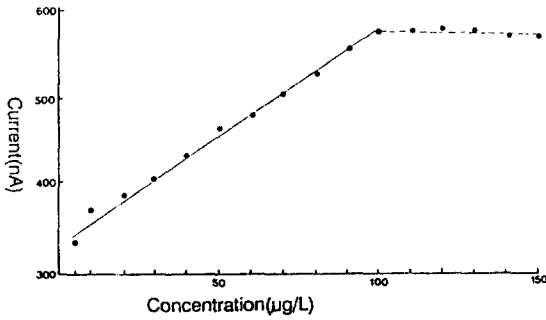


Fig. 13. The calibration curve for change of the zirconium concentration.

accumulation potential:  $-0.2V$ , oxine:  $4 \times 10^{-8}M$ , accumulation time:  $400sec$ , borax:  $2.5 \times 10^{-3}M$  scan rate:  $4mV/sec$ .

있었다.

④  $Pb^{2+}$ 의 경우에는 지르코늄의 봉우리보다 음전위인  $-0.655V$ 에서 봉우리가 발생하며 첨가한 농도가  $5 \sim 10 \mu g/L$  범위에서는 지르코늄의 봉우리가 감소하면서 oxine의 봉우리 앞부분이 서서히 증가하는 voltammogram이 얻어졌다.  $50 \mu g/L$  이상에서는  $-0.655V$  전위에서의 봉우리의 상승이 확인되며 상대적으로 지르코늄의 봉우리는 감소한다. 이때 가리움제로서  $7.13 \times 10^{-5}M$  EDTA를 첨가하였을 때 납과 지르코늄의 봉우리는 완전히 사라지고  $-0.133V$ 에서 납과 EDTA 착물의 봉우리가 새로이 생성된다. 따라서 EDTA의 첨가시 지르코늄의 봉우리가 완전히 사라지는 것으로 보아 oxine과 지르코늄 착물을 완전히 파괴한다고 생각된다.

⑤  $Bi^{3+}$ 의 경우  $1 \mu g/L$ 부터 계속적으로 농도를 증가시킬 때 지르코늄의 반파전위에서의 봉우리 전류가 일정하게 증가하는 것을 볼 수 있었다.

$Fe^{3+}$ ,  $Bi^{3+}$ , 그리고  $Sr^{2+}$  이 공존할 경우 극미량 지르코늄 분석에 큰 영향을 미친다.

#### IV. 결론

지금까지 지르코늄은 전기화학적 방법에 의한 분석은 매우 복잡하고 실용화하기가 어렵다. oxine을 ligan-

드로 사용하여 실용화 가능한 지르코늄의 전기화학적 분석법 개발을 목적으로 실험을 행하였다. adsorptive stripping voltammetry를 적용시킴으로써 지르코늄의 농도가  $1 \sim 100 \mu g/L$  사이의 넓은 농도 범위에서 양호한 직선의 검정곡선을 얻을 수 있었다. 공존하는 알칼리 금속과 알칼리토금속의 영향을 받지는 않으나,  $Fe^{3+}$ ,  $Bi^{3+}$ 와  $Sr^{2+}$ 들이 공존할 경우 이들의 영향을 많이 받는 단점을 가지고 있다.

Adsorptive stripping voltammetry를 이용한 실제 시료 중의 지르코늄 함량의 조사에서 공존 이온의 분리가 선행적으로 이루어진다면 극미량 범위의 분석에도 적용이 가능하리라 생각한다.

#### 참고문헌

1. R. J. Seymour and C. R. Bass, *Anal. Chem.*, **54**, 1037(1982).
2. S. Greenfield, H. McGeachin and P. P. Smith, *Talanta*, **22**, 195(1975).
3. M. Gallego, M. Valarcel and M. Garcia-Vargas, *Anal. Chim. Acta*, **138**, 311(1982).
4. H. J. G. Challis, *Analyst*, **94**, 94(1969).
5. K. Mukaya, Y. Yokoyama and S. Ikeda, *Anal. Chim. Acta.*, **48**, 349(1969).
6. E. Ricci, *Anal. Chem.*, **52**, 1708(1980).
7. J. Wang, P. Tuzhi and K. Varughese, *Talanta*, **34**, 561(1987).
8. A. Harto and P. Sanchez Batanero, *Analisis*, **10**, 229(1982).
9. *Idem.*, *ibid.*, **11**, 84(1983).
10. H. Ye and Y. He, *Talanta*, **31**, 638(1984).
11. H. E. Zittel and T. M. Florence, *Anal. Chem.*, **39**, 320(1967).
12. William M. Peterson and Ronald V. Wong, EG & G Princeton Applied Research Application Note, 13(1981).
13. 이길상, 유킬레이트 시약론, 동명사, 151(1986).
14. J. Wang, EG & G Princeton Applied Research Application Note, 21(1985).
15. Allen J. Bard, *Anal. Chem.*, **34**(2), 266(1962).
16. 최원형, 이종무, 분석과학회, **5**(1), 17(1992).
17. Allen J. Bard and Larry R. Faulker, *Electrochemical methods*, John Wiley & Sons, 534(1980).