

## Cinchonidine으로 변성된 Carbon Paste 전극을 사용한 은이온의 정량

金信姬 · 元美淑<sup>†</sup> · 沈允輔\*  
부산대학교 자연과학대학 화학과  
<sup>†</sup>기초과학지원센터 부산분소  
(1994. 6. 2 접수)

### Determination of Ag(I) Ion with a Chemically Modified Carbon Paste Electrode Containing Cinchonidine

Sheen-Hee Kim, Mi-Sook Won<sup>†</sup>, and Yoon-Bo Shim\*  
Department of Chemistry, Pusan National University, Pusan 609-735, Korea  
<sup>†</sup>Pusan Branch, Korea Basic Science Center, in Pusan National University  
Pusan 609-735, Korea  
(Received June 2, 1994)

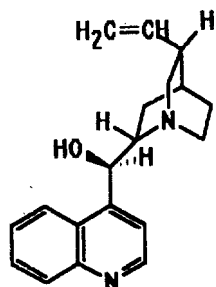
**요 약.** Ag(I) 이온의 정량을 위해 cinchonidine으로 변성된 탄소 반죽전극(carbon paste electrode: CPE)을 제작하여 순환 전압-전류법 및 시차펄스 전압-전류법(differential pulse voltammetry: DPV)을 사용하여 정량하였다. Ag(I) 이온의 검출한계는 순환 전압-전류법으로는  $1.0 \times 10^{-6} M$ , 시차펄스 전압-전류법에서는  $8.0 \times 10^{-9} M (\pm 0.6\%)$ 이었다. Ag(I) 이온의 최적 분석조건은 pH 7, 담그는 시간은 20분, 그리고 탄소 분말에 대한 cinchonidine의 함량은 50%(w/w)였다. 방해 작용이 예상되는 다른 여러 종류의 금속 이온에 대하여 실험한 결과 Hg(II) 이온을 제외한 다른 금속 이온 용액에서는 25% Ag(I) 이온 전류 크기가 감소하였다. 또한 Mn(II) 이온이 존재할 때 pH 9에서 큰 방해 작용을 나타내었다.

**ABSTRACT.** Electrochemical determination of Ag(I) ion was carried out by cyclic voltammetry (CV) and differential pulse voltammetry (DPV) with the carbon paste electrode (CPE) containing cinchonidine. The detection limit for Ag(I) ion was shown to be  $1.0 \times 10^{-6} M$  in conventional CV and up to  $8.0 \times 10^{-9} M (\pm 0.6\%)$  using DPV. The optimum analytical condition of Ag(I) ion was determined as follows: pH 7, 20 minutes of deposition time, and 50% (w/w) cinchonidine to carbon powder composition of electrode. The interference effect of various metal ions added to the deposition solution was also studied. The peak current of Ag(I) ion except Hg(II) ion was decreased roughly 25% compare to Ag(I) ion only. When Mn(II) ion was present in sample solution at pH 9, shown a large interference effect.

### 서 론

지금까지 알려진 전기화학적 방법중 감도가 좋고 상대적인 방해작용이 적은 방법으로는 벗김 전압-전류법(stripping cyclic voltammetry)이 사용되고 있다. 이 방법은 극미량의 금속이나 무기물의 분석에 사용되며, 분석하고자 하는 양이온이나 음이온을 고체전극을 이용하여 일정전위에서 사전농축(preconcentration)시킨 다음 역전위를 가하여 벗김법으로서

목적성분을 검출하며, 극미량의 금속을 정량하는데에도 이용된다. 최근에 많은 연구자들이 미량 금속 정량분석을 위한 새로운 사전 농축 방법을 보고하고 있다. 새로운 방법중의 하나가 CME(chemically modified electrode)법인데, 이 방법은 전극표면을 원하는 어떤 특정한 성질을 지닌 화합물로 변성시켜 전극의 선택성과 감도를 높이는 방법이다. 또한 다른 분석법들에 비해 경제적이며 실험이 쉽게 이루어질



CINCHONIDINE

수 있다는 점이 이 실험법의 장점이다. 특정한 분석조건에서 분석물에 대한 여러가지 사전농축/벗김법<sup>12</sup>이 개발되고 있으며, 많은 연구자들이 금속정량에 대한 새로운 사전농축/벗김법을 보고하고 있다.

현재까지 화학적 분석을 위한 변성된 CPE를 사용한 몇몇 연구가 진행되었다<sup>3-5</sup>. 본 연구실에서도 2-iminocyclopentane dithiocarboxylic acid로 변성된 CPE로 Ag(I) 이온의 정량<sup>6</sup>, *l*-sparteine을 사용한 CPE로 Hg(II) 이온 정량<sup>7</sup>, di(2-imino cyclopentylidene mercaptomethyl) disulfide를 사용한 Cu(I) 이온정량<sup>8</sup>, *l*-sparteine을 사용한 Co(II) 이온의 정량<sup>9</sup> 및 humic acid를 사용한 CPE로 Pb(II), Cu(II) 및 Hg(II) 이온들의 동시 정량<sup>10</sup> 결과를 보고한 바 있다. 본 실험에서 이용한 변성체는 cinchonidine으로 이는 cinchonine과 광학이성질체의 관계에 있으며 금속과 착물을 형성하며<sup>11</sup> 고분자 합성의 단위체<sup>12</sup>로도 이용되고 있다. Cinchonidine은 때때로 같은 금속에 대해 서로 다른 구조를 가진 착물을 형성할 수 있는 킬랄중심을 갖고 있으며 드물게는 cinchonine 금속 착물을 플라로그래피를 이용해 정량한 경우도 있었다<sup>13</sup>.

본 실험에서는 CME의 선택성과 감도가 좋은 사전농축/벗김법의 장점을 이용하여 Ag(I) 금속이온에 대한 보다 좋은 센서로서의 응용 가능성을 조사하였다. 연구에서는 cinchonidine을 변성체로 사용하여 일정량의 탄소 분말과 섞어 탄소 반쪽 전극을 제작하여 Ag(I) 이온에 대한 미량분석을 실시하였다. 그리고 사용된 양극 벗김 전압-전류법(anodic stripping voltammetry: ASV)에서 최적 분석조건을 찾기 위해 시료용액의 pH 변화, 분석용액의 농도, 전극면에서의 착물형성 시간, 주사속도 등을 변화시켜 그 영향을 검토하였으며 전극표면에서 착물형성에 영향을 미칠 것으로 예상되는 Hg(II), Cd(II), Cu(II), Pb(II), Fe

(III), Cr(II), V(IV), Tl(I), As(II) 그리고 Mn(II) 이온 등에 대한 방해작용을 조사하였다. 또한 순환 전압-전류법(cyclic voltammetry: CV) 및 시차펄스 전압-전류법(differential pulse voltammetry: DPV)를 이용하여 검량선을 작성하고 검출한계를 조사하였다.

## 실 험

### 시 약

변성체로 사용한 (-)-cinchonidine(98% Aldrich Co.)과 cinchonine(Wako Pure Chemical Industries)은 더 이상의 정제를 하지 않고 50°C에서 24시간 감압 건조시킨 후 데시케이터에 보관하여 사용하였다. AgNO<sub>3</sub>(Junsei Chemical Co.) 및 실험에 사용된 다른 모든 시약은 특급시약을 정제없이 사용하였으며 모든 실험에 탈이온화된 증류수를 사용하였다.

### 기 기

모든 측정은 삼전극법으로 실험하였으며 CV, ASV 및 DPV는 EG & G PAR Model 273 Potentiostat/Galvanostat를 이용하였다. 측정 결과는 Kipp & Zonen Model BD90 X & Y 기록계 및 컴퓨터를 이용하여 기록하였다. 기준전극은 SCE를 사용하였으며, 나선형 백금전극을 보조전극으로, 작업전극은 직접 제작한 CPE를 사용하였다.

### 전 극

질소를 통기시킨 99.9% 특급 시약용 에탄올(Fluka Co.)을 가열한 후 특급시약용 탄소 분말(Fluka Co.) 5g을 넣고 잘 저어주면서 에탄올을 증발시키는 과정을 4회 반복하여 정제한 후 90~100°C의 진공건조기에서 24시간 방치하여 건조시킨 탄소 분말을 얻어 질소가류하의 데시케이터에 보관한 후 전극제작에 사용하였다. 변성되지 않은 전극은 탄소분말 5g에 nujol oil 3 ml(Sigma Co.)의 비율로 막자사발에서 잘 혼합하여 사용하였고, 탄소 분말에 대한 cinchonidine의 무게비를 10~70%로 변화시켜 가면서 여러 구성비의 혼합 분말을 만들었다. 전극의 몸체는 1 ml 폴리 에틸렌 주사기(Φ<sub>id</sub>=4.95 mm) 끝을 칼로 잘라 사용하였으며, 몸체의 지지를 위해 피스톤을 그대로 이용하였다.

### 분석과정

용액제조. 모든 측정용액은 1.0×10<sup>-2</sup> M Ag(I)

이온 용액을 측정직전에 필요한 농도로 희석시켜 사용하였고, 질소를 10분간 통과시켜 용액내 용존 산소를 제거하였다.

**전극활성과정.** 매끄러운 종이면을 이용하여 전극표면을 매끄럽게 한 후 실험을 하기전 변성된 또는 변성되지 않은 전극면을  $1.0 \times 10^{-2} M$  Ag(I) 용액 50 ml에 3분간 담구어 Ag(I) 이온을 사전농축한 다음  $0.1 M$   $KNO_3$  용액으로 옮겨  $+0.7 V$ 에 2분간 일정전위를 가한 후  $-0.3 \sim +0.7 V$ 의 범위에 걸쳐 주사시키는 과정을 5회 이상 반복하였다. 이 과정을 새로 생성된 전극면에 대해 2~3회 실시하였다.

**사전농축/벗김과정.** 사전농축 용액은 실온( $20 \pm 0.1^\circ C$ )으로 항온시켰으며 자석젓개로 일정하게 교반시키면서 Ag(I) 이온을 포함한 완충용액에서 Ag(I) 이온을 전극면에 사전농축하였다. 사전농축된 전극을 꺼내어 증류수로 씻은 후  $0.0 V \sim +0.7 V$ 의 전위 범위를 벗김주사속도  $100 mV/sec$ 로 측정용액에서 실험하였다. 사전농축/정량과정을 20회 이상 실시한 후 전극 위의 피스톤을 눌러 반축을 밀어내어 일정부분을 제거하고 위의 전극활성과정을 거쳐 다음 실험에 사용하였다.

### 결과 및 고찰

Fig. 1은 전극면에 Ag(I) 이온을 pH 7 phosphate 완충용액에서 5분간 사전농축시켰을 때 나타나는 전기화학적 거동을 전류-전압곡선으로 나타내었다. (a)와 (b)는 변성되지 않은 전극의 순환 전압-전류 곡선이고, (c)와 (d)는 cinchonidine을 50%(w/w) 포함한 변성된 전극의 전류-전압곡선이다. (a)와 (c) 그림은 Ag(I) 이온이 없는 용액에서 얻은 전압-전류곡선이다. 그리고 (b) (변성되지 않은 전극)와 (d) (변성된 전극)는  $1.0 \times 10^{-5} M$  Ag(I) 이온 용액에 사전농축시킨 후  $0.1 M$   $KNO_3$  용액에서 벗김 전압-전류법으로 측정한 것이다. (b)와 (d) 모두  $0.4 V$  부근에서 Ag(I) 이온의 산화파가 보이지만 그 상대적 민감도에 있어 상당한 차이를 나타내었다. 여기서 이 산화파가 Ag(I) 금속에 의한 파임을 확인하기 위해, 금속의 농도를 높여가는 방법과 전극을 담그는 시간을 늘려가는 실험을 통해 이 산화파의 높이가 높아졌으므로  $+0.4 V$  근처에서 나타나는 산화파가 Ag

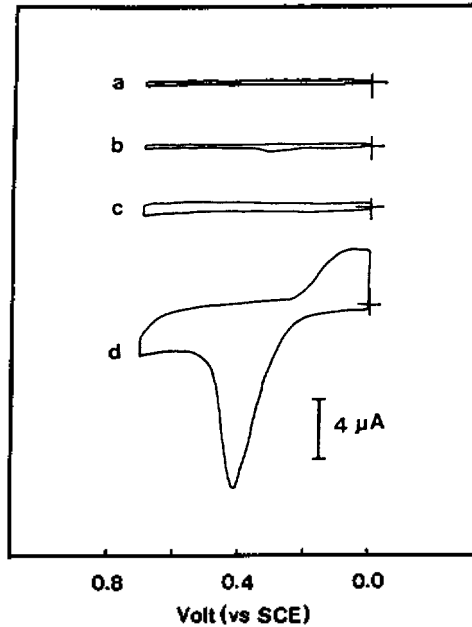


Fig. 1. Cyclic voltammograms of the carbon paste electrodes; (a and b): the plain carbon paste electrodes, (c and d): the chemically modified electrodes. Electrodes were exposed for 5 minutes to (a and c): blank (a and c) and (b and d):  $1.0 \times 10^{-5} M$  Ag(I) ion solution.

(I) 이온에 의한 것임을 알 수 있었다.

그리고 Fig. 2에서 보는 바와 같이 이 산화파는  $0.0 V$  근처의 환원파를 지나야 나타나는 산화파임을 알 수 있었으며,  $-0.4 V$ 까지 갈수록 환원되는 Ag(I) 이온의 양이 많아져 더 큰 산화파가 나타난다. 이는 전극표면의 cinchonidine과 용액내의 Ag(I) 금속 이온이 착물을 형성한 후 환원된 Ag가 전극면에서 산화되어 벗겨져 나오는 과정에 의한 벗김파임을 알 수 있다.

한편 cinchonidine 변성전극의 사전농축 재현성 실험은  $1.0 \times 10^{-4} M$  Ag(I) 이온이 포함된 pH 7 phosphate 완충용액에서 5분간 흡착시킨 다음 증류수로 씻은 후 벗겨내는 과정을 5회 반복실험한 결과  $\pm 4.08\%$ 의 표준편차를 나타내었다. 그리고 한 번 활성화된 전극은 pH 5 이상의 용액과  $-0.3 \sim +0.7 V$ 의 전위범위에서 최소 2시간 이상 최대 5시간까지 안정하게 쓸 수 있다. 활성을 잃어버린 전극은 전극의 끝부분을 잘라내고 전극활성과정을 되풀이하여 사

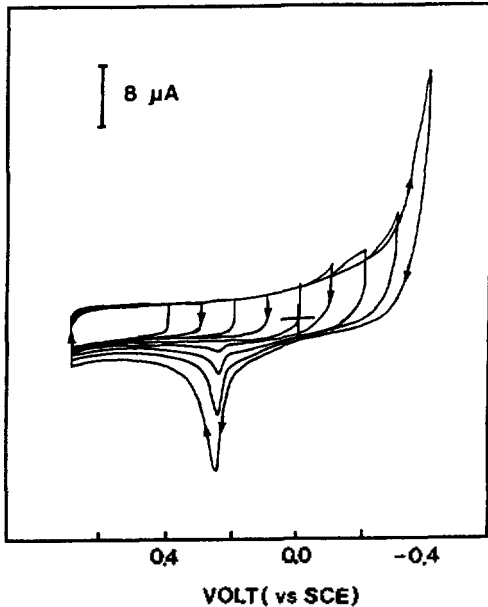


Fig. 2. Cyclic voltammograms of 50% (w/w) CME and a variation of applied potential. The concentration of Ag(I) ion was  $1.0 \times 10^{-5} M$ , deposition time = 5 minutes and pH = 7.

용하였다.

Ag(I) 이온의 ASV에 의한 분석조건을 검토하기 위해 탄소분말에 포함된 cinchonidine의 무게비율 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70%(w/w)로 전극을 제작하여  $1.0 \times 10^{-5} M$  Ag(I) 이온용액에서 5분간 흡착시키고  $0.1 M KNO_3$  지지전해질 용액하에서 얻은 ASV(주사속도 100 mV/sec)의 결과를 Fig. 3에 나타내었다. 모든 조성의 전극이 Ag(I) 이온을 감지하지만 전극 내의 cinchonidine 비율이 높아질수록 착물형성이 가능한 자리가 많아져서 산화파의 높이가 증가한다. 그러나 cinchonidine을 60% 이상 포함한 전극에서는 Ag(I) 이온에 의한 산화파의 감소 현상이 나타나는데 이는 전극내 cinchonidine의 함량이 증가될수록 금속과 착물을 형성하는 양이 많아지지만 cinchonidine에 의한 전극자체의 저항이 커져서 감도를 오히려 감소시켰다고 여겨진다. 따라서 본 실험에서는 최적의 전극조성을 50%(w/w) cinchonidine 변성전극으로 결정하였으며 이후의 모든 실험은 50% 변성전극으로 진행하였다.

최적 분석조건을 만족시키는 pH를 찾아내기 위해

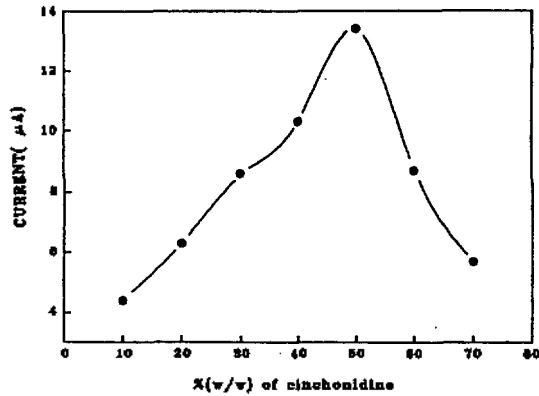


Fig. 3. Plot of peak height vs. electrode composition (cinchonidine/graphite w/w %). The concentration of Ag(I) ion was  $1.0 \times 10^{-5} M$ . Deposition time = 5 minutes, scan rate = 100 mV/sec, and pH = 7.

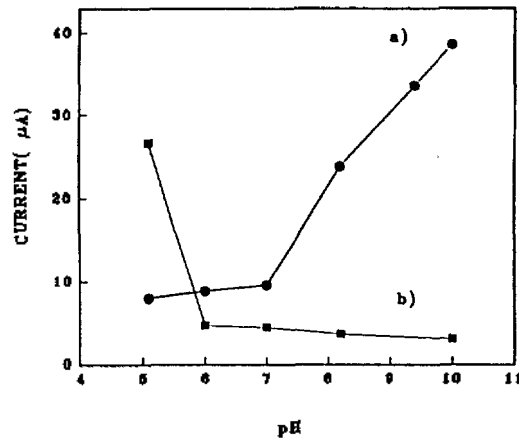


Fig. 4. Effect of pH solution on peak height. The concentration of Ag(I) ion was  $1.0 \times 10^{-5} M$ , scan rate = 100 mV/sec, and deposition time = 5 minutes. (a) separate medium, (b) buffer solution.

pH를 바꿔가면서 산화파의 높이를 관찰하였고 결과를 Fig. 4에 나타내었다. 착물형성은 완충용액에서 실시하고 측정은  $0.1 M KNO_3$  용액속에서 실시한 것(●)과 사전농축과 측정을 둘 다 완충용액에서 행한 것(■)이 나타나 있는데 전체적인 산화파의 높이를 비교하면 착물형성과 측정을 분리한 것의 Ag(I) 산화파의 크기가 더 크다. 이는 고전적인 사전농축방법(시료용액에서의 농축시킨 다음 역전위를 가해 벗겨내는 방법)보다 본 실험에서 사용된 착물형성과 측정의 분리체제가 더 효율적임을 암시한다. 그 이

Table 1. Buffer solution system

pH	Solution system
5	Acetic acid/acetate
6, 7	$\text{KH}_2\text{PO}_4/\text{NaOH}$
8~10	Boric acid/ $\text{KNO}_3/\text{NaOH}$

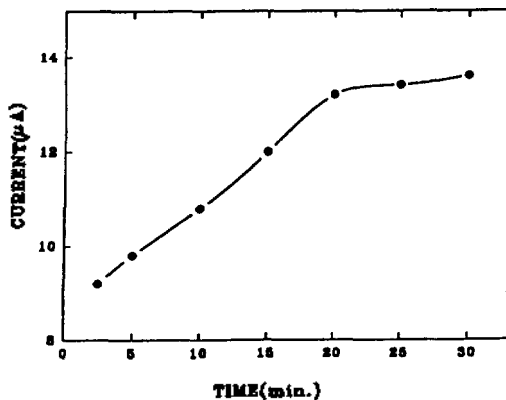


Fig. 5. Effect of deposition time on peak height of  $1 \times 10^{-5} M$  Ag(I) ion; scan rate=100 mV/sec, pH=7, and deposition time=5 minutes.

유는 선택적으로 착물을 형성시킨 후, 벗김법을 실시하는데 방해가 될 수 있는 완충용액의 매트릭스 효과를 제거하므로 산화파의 크기가 훨씬 증가되기 때문이다. 또 pH 5 이하에서는 전극면이 녹아내리는 현상이 나타나서 전극으로 사용할 수가 없었으며 (cinchonidine이 산에 녹는다), pH 8 이상의 완충용액에서는 전극면이 매끈한 상태를 유지하지 못하고 거칠어져 오랫동안 쓸 수가 없었다. 따라서 산화파의 크기는 대체적으로 pH가 커질수록 증가하지만 전극의 안정성이 가장 좋은 pH 7에서 실험을 행하였다.

Fig. 5는 전극반응시 착물형성 시간이 산화파의 크기에 미치는 영향을 알아보기 위해  $1.0 \times 10^{-5} M$  Ag(I) 이온 용액을 만들어서 pH 7 완충용액에서 실험하였다. 전극을 사전농축시키는 시간을 2.5, 5, 10, 15, 20, 25 그리고 30분으로 증가시키면서 착물을 형성시킨 후, 주사 속도를 100 mV/sec로 하여 AVS에 의한 산화파의 높이를 조사한 결과, 착물형성 시간이 증가할수록 Ag(I) 이온이 전극면에 많이 축적되어 산화파의 크기가 증가되지만, 20분이 지나면 전극면의 활성자리가 포화되어 산화파의 증가폭이 크게 줄어들었다. 따라서, 최적 분석조건으로 착물형성

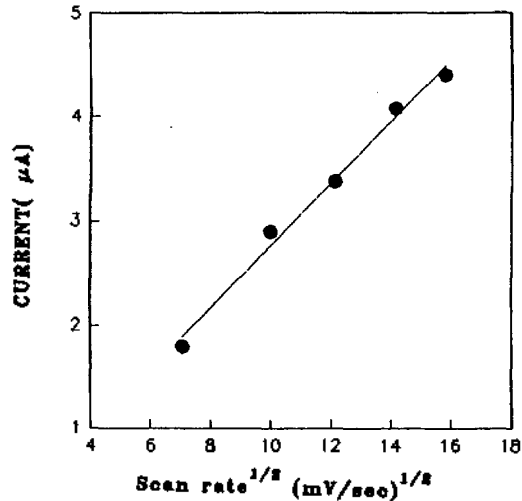


Fig. 6. Plot of peak height according to the change of scan rate; pH=7 and deposition time=5 minutes. The concentration of Ag(I) ion was  $1.0 \times 10^{-5} M$ .

시간은 20분으로 결정하였다.

또한, 주사속도에 의한 산화파의 크기 변화를 조사한 결과, Fig. 6에서 나타낸 바와 같이 주사속도( $v$ )가 증가함에 따라 Ag(I) 이온에 의한 산화파도 증가하였는데,  $v^{1/2}$ 에 대해 산화파의 전류값이 직선적으로 비례하는 것으로 보아 전극면에서 Ag(I) 이온의 착물이 형성된 후 벗겨지는 양극과가 확산 지배 과정임을 알 수 있었다.

한편 cinchonidine 변성전극으로 Ag(I) 이온을 정량할 때 cinchonidine과 Ag(I) 이온의 착물형성을 방해하거나 cinchonidine과 Ag(I) 착물의 산화파에 겹쳐서 나타날 것으로 예상되는 여러 금속이온들의 방해작용을 검토하여 Fig. 7에 나타내었다. 시료용액에 방해작용이 예상되는 여러 종류의 금속들과 Ag(I) 이온을 함께 넣고 착물형성 시간은 5분, 주사속도는 100 mV/sec로 하였으며, 사용한 금속이온들은 Mn(II), Mg(II), Tl(I), Hg(II), Cu(II), Cd(II), Pb(II), Fe(II), As(II) 그리고 V(IV)이고 농도는 모두  $1.0 \times 10^{-5} M$ 이었다. 실험결과 pH가 증가할수록 다른 금속에 의한 방해작용이 크게 나타났다. 주된 원인은 Hg(II) 이온이었는데 방해작용이 최소 17%( $\approx$  pH 10)에서 최대 75%( $\approx$  pH 5)였다. 한편 Hg(II) 이온을 제외한 다른 금속이온들은 pH 7에서 25%의 방해작용을 나타내었으며, pH 5~8 사이에서 Ag(I) 이온과

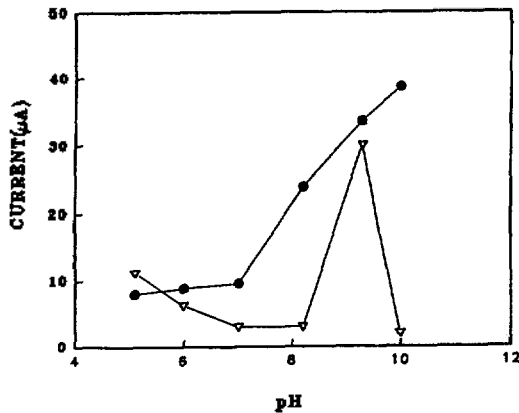


Fig. 7. Interference of other metal ions on the analysis of test ion according to pH. Scan rate = 100 mV/sec and deposition time = 5 minutes, (●)  $1.0 \times 10^{-5} M$  Ag(I) ion, (▽)  $1.0 \times 10^{-5} M$  Ag(I) + Mn(II), Mg(II), Ti(I), Hg(II), Cu(II), Cd(II), Pb(II), Fe(III), and V(IV) ions.

Hg(II) 이온의 산화파가 분리되어 나타났다. pH가 증가할수록 두 산화파들이 겹쳐져 나타났으며, pH 10 완충용액에서는 Ag(I) 이온의 산화파 위치에서 하나의 파로 나타났다. pH 9에서 나타나는 특이한 산화파의 증대 현상은 Mn(II)와 cinchonidine의 착물 형성에 기인한 것이며 다른 pH의 완충용액에서는 Ag(I) 이온의 흡착을 방해하는 이온으로 존재한다. 그러나 pH 9에서는 Mn(II)과 cinchonidine의 착물이 Ag(I)와의 착물형성량을 증가하였다.

$1.0 \times 10^{-6} M$  이하의 낮은 Ag(I) 이온농도에서는 기존의 CV법으로는 정량하기 어려우므로 DPV에 의한 ASV를 실시하였다. Fig. 8에  $1.0 \times 10^{-8} M$  Ag(I) 이온 농도에 대한 대표적인 DPV 곡선을 나타내었다 (펄스 높이: 0.03 V, 펄스 넓이: 0.05 sec, conditioning voltage: -0.3 V, conditioning time: 20 sec).

Ag(I) 이온의 미량 정량을 위한 ASV의 분석조건을 요약하면, 변성전극의 제조는 cinchonidine/탄소 분말 함량비를 50%(w/w)로 하여 nujol oil과 혼합시켰다. 변성전극의 사전농축과정은 phosphate 완충용액 pH 7, 착물형성 시간은 20분이었으며, 흡착된 cinchonidine 변성전극은 0.1 M  $KNO_3$  지지 전해질, 용액속에서 0.0 ~ +0.7 V의 전압주사범위에서 100 mV/sec의 범깃 주사속도로 전압-전류곡선을 측정하였다. 범깃 전압-전류법 중 DPV 실험시의 조건으로 펄스 높이는 0.03 V, 펄스 넓이는 0.05 sec, condition-

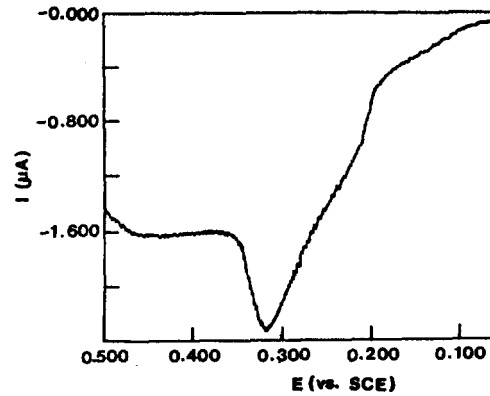


Fig. 8. Differential pulse voltammogram obtained with cinchonidine CME during for 20 minutes preconcentration of a  $1.0 \times 10^{-8} M$  Ag(I) ion (The DPV measuring conditions were as follows: pulse height = 0.03 V, pulse width = 0.05 sec, conditioning voltage = -0.3 V, conditioning time = 20 sec and pH = 7).

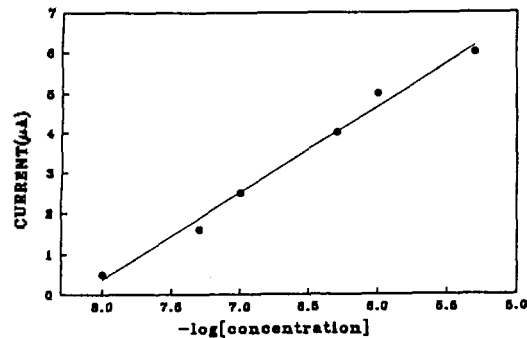


Fig. 9. Calibration curve for Ag(I) ion by DPV from standard solution (The DPV measuring conditions were as follows: pulse height = 0.03 V, pulse width = 0.05 sec, conditioning voltage = -0.3 V, conditioning time = 20 sec, deposition time = 20 minutes, and pH = 7).

ing voltage는 -0.3 V였으며 conditioning time은 20초였다. 최적 분석조건을 토대로 하여 검량선을 작성한 결과를 Fig. 9에 나타내었다.  $1.0 \times 10^{-5} M$ 과  $1.0 \times 10^{-8} M$  사이의 Ag(I) 이온 농도에서 직선성을 볼 수 있으며 최소자승법에 의한 직선의 식은  $I(\mu A) = 17.19 - 2.09[-\log M]$  ( $M$ : Ag(I) 이온의 농도)이고 상관계수(correlation coefficient,  $r$ )는 0.993이었다. 그리고 Ag(I) 이온의 검출한계는  $8.0 \times 10^{-9} M (\pm 0.6 \%)$ 로 나타났다.

본 실험에서는 두 화합물로 만든 각각의 변성전

극에 대해 Ag(I) 이온에 대하여 농도에 따른 감응 특성 등을 조사하였으나 두 변성전극이 모두 감응은 하지만 어떤 특성(농도에 대한 산화파의 전류값과  $E_p$  값, 전압-전류곡선의 형태)의 차이가 없었다. 그리고 Hg(II) 이온에 대해서는 cinchonidine 변성 전극에서 보다 cinchonine 변성전극이 더 좋은 감도를 나타내었다.

### 결 론

Ag(I) 이온의 미량 정량을 위한 양극 벗김 전압-전류법에 의한 분석조건을 요약하면, cinchonidine 변성전극의 조성(% w/w)은 cinchonidine/탄소분말 함량비를 50%로 nujol oil과 혼합하였다. 전극의 사전농축과정은 phosphate 완충용액 pH 7, 흡착시간은 20분이었다. Ag(I) 이온을 사전농축시킨 cinchonidine 변성전극으로 0.1 M KNO<sub>3</sub> 지지 전해질 용액에서 전압범위는 0.0~+0.7 V, 벗김 주사속도는 100 mV/sec로 ASV를 얻었다. 시차펄스 전압-전류법 조건으로 펄스 높이는 0.03 V, 펄스 넓이는 0.05 sec, conditioning voltage는 -0.3 V였으며 conditioning time은 20초였다. 최적분석조건을 토대로 하여 검량선을 작성하였으며 Ag(I) 이온 농도의 직선성은  $1.0 \times 10^{-5} M \sim 1.0 \times 10^{-8} M$  사이에서 나타났다. 최소자승법에 의한 직선의 식은  $I(\mu A) = 17.19 - 2.09 [-\log M]$  ( $M$ : Ag(I) 이온의 농도)이고, 상관계수( $r$ )는 0.993이었다. 본 실험의 Ag(I) 이온의 검출 한계는  $8.0 \times 10^{-9} M (\pm 0.6\%)$ 로 얻어졌다.

본 연구는 기초과학연구 지원(BSRI-93-307) 연

구비에 의한 것으로 이에 감사를 포함한다.

### 인 용 문 헌

1. Ballarin, B.; Brumlik, C. J.; Lawson, D. R.; Liang, W.; Van Dyke, L. S.; Martin, C. R. *Anal. Chem.* **1992**, *64*, 2647.
2. Price, J. F.; Baldwin, R. P. *Anal. Chem.* **1980**, *52*, 1940.
3. Prabhu, S. V.; Baldwin, R. P.; Kryger, L. *Anal. Chem.* **1987**, *59*, 1074.
4. Wang, J.; Naser, N.; Angnes, L.; Wu, H.; Chen, L. *Anal. Chem.* **1992**, *64*, 1285.
5. Gardea-Torresdey, J.; Darnall, D.; Wang, J. *Anal. Chem.* **1988**, *60*, 72.
6. Yeom, J. S.; Won, M. S.; Choi, S. N.; Shim, Y. B. *Bull. Korea Chem. Soc.* **1990**, *11*, 3, 200.
7. Jeong, E. D.; Won, M. S.; Shim, Y. B. *J. Korean Chem. Soc.* **1991**, *35*, 545.
8. Won, M. S.; Park, J. H.; Shim, Y. B. *Electroanalysis* **1993**, *5*, 421.
9. Jeong, E. D.; Won, M. S.; Park, D. S.; Choi, S. N.; Shim, Y. B. *J. Korean Chem. Soc.* **1993**, *37*, 881.
10. Jeong, E. D.; Won, M. S.; Shim, Y. B. *Electroanalysis* **1994**, in press.
11. Gao, Z.; Wang, G.; Li, P.; Zhao, Z. *Anal. Chem.* **1991**, *63*, 953.
12. Drulis, H.; Dyrek, K.; Hoffman, K. P. *Inorg. Chem.* **1984**, *24*, 4009.
13. Zak, J.; Kuwana, T. *J. Am. Chem. Soc.* **1982**, *104*, 5514.