

= 단신 =

## 거름종이에 의한 흡착이 미량 분석 결과에 미치는 영향

임헌성 · 이석근\*

한국화학연구원 분석실

(2003. 10. 16. 접수, 2003. 11. 10 승인)

### The Adsorption Effect of Filter Paper on the Results of Trace Analysis

Heon-Sung Lim and Sueg-Geun Lee\*

Chemical Analysis Laboratory, Korea Research Institute of Chemical Technology,

P.O. Box 107, Yusong, Taejeon 305-606, Korea

(Received Oct. 16, 2003, Accepted Nov. 10, 2003)

**Abstract** : The quantitative trace analysis of ions could be deteriorated by filter papers because of the effect of adsorption. Generally the adsorption of anions on filter paper did not occurred. Instead,  $\text{Cl}^-$  and  $\text{NO}_3^-$  ions were extracted from the filter papers. However, most metal ions were adsorbed on the filter papers by the formation of hydroxide in neutral solution. The adsorption of metal ions except  $\text{Ag}^+$  ion could be avoided depend on the acid concentrations.

**Key words** : filter paper, anions, metal ions.

## 1. 서 론

다양한 종류의 거름종이는 특별한 분석의 용도로 매우 유용하게 사용되고 있다. 예로 극성과 비극성 유기화합물의 혼합 용액에서 거름종이와의 분배상수를 이용하여 선택적으로 미량의 특정성분을 분리할 수도 있고,<sup>1</sup> 거름종이의 성분인 셀룰로오스를 Na-셀룰로오스로 제조하여 2가 금속이온과 3가 금속이온을 1:2 및 1:3의 흡착비로 이온교환흡착이 일어날 수 있게 하는 등<sup>2</sup> 거름종이의 성분을 이용한 여러 가지의 실험들이 가능함을 보여주고 있다.<sup>3,4</sup>

이러한 거름종이의 응용 연구결과에서와 같이 거름

종이는 함유되어 있는 이온들에 의해서 특정이온이 반응을 일으키거나 거름종이의 특성인 모세관 효과, 그리고 표면상태에 따라 흡착성을 나타내므로 미량 성분이 함유되어 있는 용액 중의 입자를 걸러내어 미량 분석을 하고 저 할 때는 흡착으로 인한 영향을 반드시 고려하여야 한다. 그리고 또한 이미 거름종이에 함유되어 있는 이온들이 분석용액을 거름 때 용출되어 분석결과에 영향을 미칠 수도 있음을 이전 연구 결과로 발표하였다.<sup>5</sup>

따라서 본 연구에서는 거름종이의 흡착 특성으로 인하여 미량 분석 시 발생할 수 있는 영향 등을 고찰할 목적으로 보통 사용하는 정성 및 정량용 거름종이들에 양이온 및 음이온의 흡착 실험을 행하고 이의 결과가 분석결과에 어떤 영향을 미칠 수 있는지를 연구하였다.

★ Corresponding author

Phone : +82+(0)42-860-7710 Fax : +82+(0)42-860-7794

E-mail : leesg@kRICT.re.kr

## 2. 실험

### 2.1. 기기 및 시약

본 실험에 사용된 유도 결합 플라즈마 원자 방출 분광분석기는 Jobin-Yvon 사의 Ultima-C 모델로 작동 조건을 최적화하여 사용하였다.

본 실험에 사용한 질산은 동우반도체의 반도체급 시약을 사용하였다. 실험에 사용된 거름종이는 시중에서 손쉽게 구할 수 있고, 흔히 실험실에서 사용되는 A 사 및 W 사 제품을 시료로 사용하였다. 실험에 사용된 물은 Millipore Milli-Q를 2차 통과한 탈 이온수로서 비저항이 18.2 MΩ/cm 이상인 것을 사용하였다.

### 2.2. 시료 준비

거름종이를 건조된 polycarbonate 투명 용기에 넣고 질산으로 산 농도가 조절된 금속이온으로 Ag<sup>+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Ba<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Cr<sup>6+</sup>의 용액 (pH=7, pH=3, 0.1%, 0.4%, 2.0%) 50 mL를 가한 다음, 10분간 흡착한 후 거름종이를 제거하고 상등액을 취하여 양이온 원소의 분석용액으로 하였다. 음이온 분석은 중성 음이온 용액에 거름종이를 적용한 다음 0.2 μm pore의 membrane filter로 거르고, Metrosep anion Dual 1 음이온 컬럼이 장착된 Metrohm사 이온 크로마토그래프를 이용하여 분석하였다.

## 3. 결과 및 고찰

Table 1에서와 같이 음이온을 거름종이에 적용시켜 음이온의 흡착정도를 실험하였으나, 흡착 변화는 나타나지 않았고 오히려 거름종이에 함유되어있는 물질들이 용해되어 흡착으로 인한 음의 결과가 아닌 양의 결과로 나타났다. 특히 염소이온과 질산이온이 다량 용출되었다. Hardened ashless grade의 거름종이인 경우 질산 이온은 약 190 μg이 검출되어 이전의 실험결과와 일치하였다. 이는 거름종이 제조 시 ash 함량을 최소화하기 위하여 질산으로 금속이온 등 양이온을 제거한 다음 충분히 세척을 하지 않고 제품화한 것으로 사료된다.

Table 2에서는 Ag<sup>+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Ba<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Cr<sup>6+</sup>의 산농도가 다른 양이온 용액 각각을 거름종이에 흡착시킨 결과를 나타내었다. 중성 상태에서 Ca<sup>2+</sup>, Cr<sup>6+</sup>를 제외한 다른 이온들은 다량의 흡착현상이 관찰되었다. 산의 세기가 클수록 흡착은 이루어지지 않았지만 Ag<sup>+</sup>

Table 1. Comparison of the adsorption amount of anion in various filter papers by water (pH=7). (unit: μg/sheet, n=2, QI: qualitative filter paper, Qn:quantitative filter paper, A, W: maker, H: hardened ashless grade, GF: glass fiber filter, M: filtration speed medium, +: extraction amount, -: no adsorption)

Anion Paper	F <sup>-</sup>	Cl <sup>-</sup>	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Br <sup>-</sup>	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>
	QI-A-M	-	+15.0	-	-	+46.5	-
Qn-W-M	-	+26.5	-	-	+7.05	-	-
Qn.H-W-M	-	+19.5	-	-	+190	-	-
GF	-	+25.3	-	-	+4.5	-	-

이온의 경우 산의 농도에 관계없이 다량의 흡착이 이루어짐을 알 수 가 있었다. 정성용 거름종이와 유리섬유 거름종이는 360~438 μg 까지 흡착이 이루어져 분석결과에 지대한 영향을 미치는 것으로 나타났다. 특히 셀룰로오스에 잔류하는 염소이온과 용해된 염소이온에 의해서 은 이온은 염화은 등으로 침전되어지고 침전물은 분석결과에 음의 결과로 나타나게 되므로 은의 농도 분석 시 거름종이로 시료용액을 거르기 위해서 사용한다면 산의 농도에 관계없이 정확하지 못한 분석결과를 도출할 것으로 사료된다. 그러므로 은 이온 분석 시 거르기 작업이 필요한 시료의 경우 원심분리기를 이용하는 것이 분석결과에 영향을 최소화할 것으로 사료된다. Pb<sup>2+</sup> 이온의 경우 중성용액 처리 시 유리 섬유 거름종이에서 117 μg이 흡착되었으며, Cr<sup>3+</sup>의 경우 147 μg의 흡착이 이루어졌다. 금속이온은 중성상태에서 수산화물 생성으로 인한 흡착이 이루어지고 있는 것으로 판단되어지며, 용해도의 차이에 의해서 흡착정도는 큰 변화가 예상되어진다. 용해도가 작은 금속 수산화물은 많은 미립자의 생성으로 거름종이에 흡착과 침전현상 발생으로 인하여 분석결과에 영향을 미칠 것으로 사료된다. 같은 금속이온이면서 산화수가 다른 Cr<sup>3+</sup>, Cr<sup>6+</sup>의 경우도 같은 경우로 생각된다. 금속원소 이온들은 산의 농도를 증가시키면 Ag<sup>+</sup> 이온을 제외하고 이온상태로 용액화되어서 거름종이에 흡착현상은 거의 발생하지 않은 것으로 나타났지만, 정확한 분석 결과를 얻기 위해서는 이전의 용출 실험에서 언급한 바와 같이 적절히 용도에 맞는 거름종이를 선택하여 실험에 적용하여야 할 것으로 생각된다.

Table 2. Comparison of the adsorption amount of cation in various filter papers by various condition. (unit:  $\mu\text{g}/\text{sheet}$ , n=2, Ql: qualitative filter paper, Qn: quantitative filter paper, A, W: maker, H: hardened ashless grade, GF: glass fiber filter, M: filtration speed medium, -: no adsorption)

Paper	Cation		Ag <sup>+</sup>			Pb <sup>2+</sup>				
	pH=7	pH=3	0.1%	0.4%	2.0%	pH=7	pH=3	0.1%	0.4%	2.0%
Ql-A-M	360	391	316	341	374	64.5	-	-	-	-
Qn-W-M	65.8	68.8	61.5	62.0	70.0	53.5	12.8	-	-	-
Qn.H-W-M	34.5	15.0	11.5	16.5	13.0	53.3	-	-	-	-
GF	435	438	420	409	412	117	53.3	-	-	-

  

Paper	Cation		Ca <sup>2+</sup>			Ba <sup>2+</sup>				
	pH=7	pH=3	0.1%	0.4%	2.0%	pH=7	pH=3	0.1%	0.4%	2.0%
Ql-A-M	-	-	-	-	-	63.3	-	-	-	-
Qn-W-M	-	-	-	-	-	27.5	-	-	-	-
Qn.H-W-M	-	-	-	-	-	41.5	-	-	-	-
GF	17.5	-	-	-	-	72.3	-	-	-	-

  

Paper	Cation		Cr <sup>3+</sup>			Cr <sup>6+</sup>				
	pH=7	pH=3	0.1%	0.4%	2.0%	pH=7	pH=3	0.1%	0.4%	2.0%
Ql-A-M	50.8	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Qn-W-M	49.5	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Qn.H-W-M	45.8	-	-	-	-	-	-	-	-	-
GF	147	-	-	-	-	-	-	-	-	-

#### 4. 결 론

중성 용액에서의 거름종이에 대한 음이온의 흡착 실험에서 음이온의 흡착은 이루어지지 않았으나, 오히려 염소이온과 질산이온이 다량으로 용출되었다. 특히 질산이온의 경우 hardened ashless grade 거름종이에서 약 190  $\mu\text{g}$  까지 검출되었다. 양이온의 흡착 실험에서 중성상태 이상에서는 금속이온의 수산화물을 형성 가능성이 크기 때문에 쉽게 수산화물을 형성하는 대부분의 금속 이온에서 흡착이 이루어졌으나, 용해성이 큰  $\text{Cr}^{6+}$  이온의 경우 거의 흡착이 이루어지지 않았다. 그러나  $\text{Ag}^+$  이온의 경우 산의 농도에 관계없이 흡착이 이루어졌으며, 유리섬유 거름종이의 실험 결과 거름종이 장 당 400  $\mu\text{g}$  이상의 흡착이 이루어졌다. 이것은 용해성이 거의 없는 염화물의 생성으로 인한 결과이므로 미량 분석 시 filter paper의 영향을 반드시 고려하여야 할 것으로 사료된다.

#### 참고 문헌

1. J. Chen and R. J. Hurtubise, *Talanta*, **45**, 1081(1998).
2. T. H. Lee and K. J. Yoon, *Anal. Sci. Tech.*, **7**(3), 271(1994).
3. S. K. Shim and B. D. Min, *Anal. Sci. Tech.*, **10**(4), 291(1996).
4. H. K. Kim, Y. Hashimoto and Y. K. Lee, *J. Korean Chem.Soc.*, **26**(1), 36(1982).
5. H. S. Lim and S. G. Lee, *Anal. Sci. Tech.*, **16**(2), 90(2003).