

문제 2. 연마제 시료 속의 탄산이온과 인산일수소 이온의 정량

연마제 분말의 주성분은 Na_2CO_3 , CaCO_3 와 Na_2HPO_4 이다. 이 과제에서는 두 번의 산-염기 적정으로 연마제 시료 속의 탄산 이온과 인산일수소 이온을 정량한다.

먼저, 정확히 아는 양의 염산(과량을 취함)을 시료에 첨가한다. 그러면 인산일수소 이온은 H_3PO_4 로 되고, 탄산이온은 CO_2 로 바뀌는데 CO_2 는 가열하여 날려보낸다. 시료 속에 원래 들어 있던 칼슘이온은 용액 속으로 들어가게 되는데, 이어지는 분석에서 간섭을 일으킬 수 있으므로, 적정하기 전에 CaC_2O_4 로 침전시켜서 여과하여 제거한다.

다음, 두 가지 다른 지시약, 브로모크레졸그린(BCG)과 티몰프탈레인(TP)을 각각 사용하여 미리 표준화한 NaOH 용액을 써서 인산을 두 단계로 적정한다. 첫째, H_3PO_4 (와 여분의 HCl)을 H_2PO_4^- 이온이 되게 적정하는데, 이 1 단계 종말점에서 용액의 액성은 약산성($\text{pH} \sim 4.5$)이며, 종말점에서 지시약 BCG 의 색깔은 노랑에서 파랑으로 변한다. 2 단계 적정은 HPO_4^{2-} 이온이 될 때까지 진행하는데, 종말점에서 지시약 TP 의 색깔이 무색에서 파랑으로 바뀌며 용액의 액성은 약 염기성으로 $\text{pH} \sim 10$ 이다.

시료 속의 CO_3^{2-} 이온의 함량은 다음과 같이 두 가지 적정 부피의 차이로부터 계산한다:

- a) HCl 의 처음 양(시료를 녹이는 데 사용한)에 해당하는 적정액의 양과
- b) 제 2 종말점(TP)에 해당하는 적정액의 양.

HPO_4^{2-} 이온의 함량은 두 종말점(TP 와 BCG)을 얻는데 소비된 적정액의 양의 차이로부터 계산할 수 있다.

실험순서

1 단계. 시료 녹이기와 CO_2 제거

10-ml 부피 피펫을 사용하여, 시계접시를 덮은 채로 비이커 안에 든 연마제 분말 시료에 정확히 10.00 mL 의 약 1 mol/L 염산용액을 첨가하여라. (용기에 붙은 라벨에 염산용액의 정확한 농도가 나와있다) (주의: 시계접시를 덮은 채로, 그 틈새로 첨가하여야만 용액이 튀어나가 시료의 손실이 생기는 것을 방지할 수 있다!) 아주 격렬한 기체발생 단계가 지난 다음 비이커의 용액을 (시계접시를 덮은 채로) 핫플레이트 위에서 기체발생이 끝날 때까지 조심스럽게 가열하여라. 기체가 더 이상 발생하지 않으면 용액이 끓을 때까지 주의 깊게 가열하여 2~3 분간 끓여라.

2 단계. 칼슘의 침전

핫플레이트에서 비이커를 들어 내고, 시계접시 아래에 묻어 있는 증기의 응축액을 증류수로 조심스럽게 비이커 안으로 씻어 넣어라. 10-mL 메스실린더를 사용하여 1~2 mL 의 15% $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 를 비이커에 첨가하여라. 침전이 모두 가라앉을 때까지 (보통 10~20 분 소요) 비이커를 옆으로 치워 두어라. 침전이 생성이 끝날

때 까지 기다리지 말고 (아래의 과정에 따라) NaOH 적정용액의 표준화를 시행하여라.

3 단계. NaOH 적정용액의 표준화

10-mL 부피 피펫을 사용하여 10.00 mL의 HCl 용액을 100-mL 부피플라스크에 넣고, 눈금까지 증류수로 채운 다음 잘 섞어라. NaOH 용액을 뷰렛에 채워라. 10-mL 부피 피펫을 사용하여 부피플라스크에 들어 있는 묽힌 HCl 용액 10.00 mL를 삼각플라스크로 옮겨라. 티몰프탈레인(TP) 지시약 1-2 방울을 삼각플라스크에 넣고 파란색이 5-10 초간 유지되는 종말점에 도달할 때까지 NaOH 용액으로 적정하여라.

추가 사항. 필요하면 이 적정을 반복하여라. 가장 높은 적정부피와 가장 낮은 적정 부피의 차이가 0.10 mL를 넘지 않아야 한다. 모든 최종 부피 값을 0.10 mL의 정확도로 보고하여라.

2.1a 답지의 표를 완성하여라.

2.1b NaOH 용액의 농도(mol/L)를 계산하여라.

4 단계. 옥살산칼슘을 여과하여 제거하기

CaC₂O₄ 침전이 거의 다 생기면 침전을 여과하여 제거하고 여과액을 100-mL 부피플라스크에 모아라. 여과액이 약간 혼탁해도 염려하지 마라. 소량의 옥살산칼슘은 적정에 방해를 일으키지 않는다. 여과지를 소량의 증류수로 부피플라스크에 두세 번 더 씻어 넣고 눈금까지 증류수로 채운 다음 잘 섞어라. 사용한 여과지는 쓰레기통에 버려라.

5 단계. 브로모크레졸그린을 사용한 적정

10-mL 부피피펫을 사용하여 4 단계에서 준비한 부피플라스크 속의 시료 용액 10.00 mL를 삼각플라스크로 옮기고 3 방울의 BCG 지시약을 첨가하여라. 또 다른 삼각 플라스크에 15-20 mL의 증류수를 넣은 다음, 3 방울의 15 % NaH₂PO₄ 용액과 3 방울의 BCG 지시약을 첨가하여 기준용액을 만들어라. NaOH 용액을 사용하여 시료 용액을 기준 용액의 색과 같아지는 종말점에 도달할 때까지 적정하여라.

2.2 답지의 표를 완성하여라.

6 단계. 티몰프탈레인을 사용한 적정

10-mL 부피피펫을 사용하여 4 단계에서 준비한 부피 플라스크 속의 시료 용액 10.00 mL를 삼각플라스크로 옮기고 2 방울의 TP 지시약을 첨가한 다음 파란색이 5-10 초간 유지되는 종말점에 도달할 때까지 NaOH 용액으로 적정하여라.

2.3 답지의 표를 완성하여라.

7 단계. 계산

2.4 시료 속의 CO₃²⁻의 질량을 계산하여라.

2.5 시료 속의 HPO₄²⁻의 질량을 계산하여라.

8 단계. 추가 질문

답지의 추가 질문에 답하라.

2.6a Ca^{2+} 이온 존재 하에 실험을 수행할 때 시료 분석에 간섭을 일으키는 반응의 화학반응식을 한가지 써라.

2.6b 답안지의 표에 각 단계에서 일어날 수 있는 실수의 목록이 나와 있다. 이 실수가 CO_3^{2-} 및/또는 HPO_4^{2-} 함량 결정에 어떤 오차를 초래할 수 있는지 답하되, 오차를 일으키지 않으면 “0”, 참값에 비해 높은 값, 즉 양의 오차를 초래하면 “+”, 참값에 비해 낮은 값, 즉 음의 오차를 초래하면 “-”를 각각 써라.