

문제 29. 다른 산화상태의 철의 적정법 적량

산화상태 +2 와 +3 인 철을 정량하는 몇 가지 방법을 문제 12 에서 논의한 바 있다. 이 문제를 실제로 해결하는 방법을 여러분이 시험해보기 바란다.

필요한 시약과 용액

KIO₃ (R9, R22, R36/37/38, S35), 시약급, 고체

아스코르브산, 고체

KI (R36/38, R42-43, R61; S26, S36/37/39, S45), 5% 수용액

HCl (R34, R37, S26, S36, S45), 진한 염산 및 2 M 염산

HNO₃ (R8, R35, S1/2, S23, S26, S36, S45), 진한 질산

설포살리실산, 25% 수용액

NH₃ (R10, R23, R34, R50, S1/2, S16, S36/37/39, S45, S61), 10% 수용액

EDTA (R36, S26), 표준용액, 약 0.05 M (정확한 값은 나중에 알려줌)

1. KIO₃ 일차 표준용액의 준비

1.1. 0.01000 M KIO₃ 용액 200.0 mL 를 만드는데 필요한 KIO₃ 의 무게를 0.0001 g 의 정확도로 계산하라.

1.2. 분석저울을 사용하여 위에서 계산한 무게의 KIO₃ 를 달아라. 이때 무게 다는 양과 위에서 계산한 양과의 차이는 0.05 g 을 넘지 말아야 하며 0.0001g 의 정확도로 달아야 한다.

1.3. 이 양을 200.0-mL 부피플라스크에 옮기고 물에 녹인 다음 눈금까지 뽀히고 잘 혼합하여라.

1.4. 준비한 용액의 정확한 농도(mol/L)를 계산하라.

2. 아스코르브산 적정용액의 준비

2.1. 0.1 M 용액 200.0 mL 를 만드는데 필요한 아스코르브산의 무게를 0.01 g 의 정확도로 계산하여라.

2.2. 상량저울을 사용하여 아스코르브산의 무게를 달되 계산한 양과의 차이가 0.05g 을 넘어서는 안 된다.

2.3. ~200mL 의 물에 무게를 단 아스코르브산을 녹이고 잘 섞은 다음 저장병으로 옮기고 마개를 단단히 막아라.

3. 아스코르브산 용액의 표준화

3.1. 뷰렛에 아스코르브산 용액을 채워라

3.2. 피펫으로 KIO_3 표준용액 10.00 mL 를 취하여 100-mL 삼각 플라스크에 옮기고 5% KI 용액 20 mL 와 2 M HCl 5 mL 를 첨가하여라.

3.3. 요오드의 색이 사라질 때까지 위의 혼합물을 아스코르브산 용액으로 적정하여라.

유의사항. 요오드를 환원제 용액으로 적정할 때 보통 녹말을 지시약으로 첨가하지만, 녹말이 존재하면 반응속도가 상당히 감소하기 때문에 이 실험에서는 녹말을 첨가하지 않는다.

3.4. 세 번의 적정부피 간의 차이가 0.10 mL 를 넘지 않을 때까지 적정을 되풀이하여라.

3.5. 평균적정부피를 계산하여라.

3.6. 아스코르브산 용액의 농도(mol/L)를 계산하여라.

문제

1. 아스코르브산을 표준화하는 동안에 일어나는 모든 반응의 완결된(balanced) 방정식을 써라. 아스코르브산($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$)은 디하이드로 아스코르브산($\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_6$)로 산화된다.

2. 과량의 KI 존재할 때 KIO_3 는 HCl 표준화에도 일차 표준물질로 사용할 수 있다. 이때 적정 되는 용액에 HCl 을 첨가하지 않는다는 것 외에는 위에서 기술한 방법과 유사하다. 아래의 어느 화합물을 적정의 지시약으로 사용할 수 있는가?

- ☐ 녹말
- ☐ 설포살리실산
- ☐ 메틸오렌지
- ☐ 메틸오렌지+ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (과량)

4. 아스코르브산법 적정에 의한 Fe(III) 정량

4.1. 조교로부터 100.0-mL 부피플라스크에 든, Fe(II) 와 Fe(III)를 함유한 시료용액을 받아라

- 4.2. 뷰렛에 표준화한 아스코르브산 용액을 채워라.
- 4.3. 피펫으로 시료 용액 10.00 mL 를 취하여 100-ml 삼각 플라스크에 넣고 물 40 mL 를 가한 다음 거의 끓을 때까지 가열하여라.
- 4.4. 뜨거운 용액에 지시약인 25% 설포살리실산 용액을 4-5 방울 첨가하여라.
- 4.5. 보라색이 사라질 때까지 아스코르브산 용액으로 이 용액을 적정하여라. 적정하는 동안, 특히 종말점 근처에서 용액은 반드시 뜨거워야 한다. 필요하다면 용액을 더 가열하여라. 종말점 근처에서는 아스코르브산 용액을 천천히 첨가하여야 한다.
- 4.6. 세 번의 적정부피 간의 차이가 0.10 mL 를 넘지 않을 때까지 적정을 되풀이하여라.
- 4.7. 평균적정부피를 계산하여라.
- 4.8. 받은 용액 내 Fe(III)의 무게를 계산하여라.

유의사항. 아스코르브산은 특히 물에 녹아 있을 때 불안정하여 공기 중의 산소에 의해 산화된다. 그러므로 아스코르브산의 표준화와 아스코르브산법 적정에 의한 Fe(III) 정량은 하루 일과시간 내에 이루어져야 한다.

문제

1. Fe(III)를 정량하는 동안에 일어나는 모든 반응의 완결된(balanced) 방정식을 써라. 아스코르브산($C_6H_8O_6$)은 디하이드로 아스코르브산($C_6H_6O_6$)로 산화된다.
2. 다음 중 어느 매질에서 아스코르브산의 환원성질이 가장 두드러지게 나타나겠는가?
 - ☐ 산성
 - ☐ 중성
 - ☐ 염기성
 - ☐ 아스코르브산의 환원성질은 pH 에 무관하다.

5. 착물화 적정에 의한 철의 총량 정량

- 5.1. 뷰렛에 EDTA 표준용액을 채워라.
- 5.2. 피펫으로 시료 용액 10.00mL 를 취하여 100-ml 삼각 플라스크에 넣고 진한 HCl 5 mL 와 진한 HNO_3 2 mL 를 가하여 시료에 존재하는 Fe(II)를 Fe(III)로 산화시켜라.

시계접시로 플라스크를 덮고 끓을 때까지 가열한 다음 용액이 튀지 않게 주의하면서 추가로 3-5 분간 더 가열하여라

5.3. 용액을 식히고, 색깔이 레몬 노랑에서 황갈색으로 변하고 약간 흐려진 상태가 지속될 때까지 10% NH_3 를 한 방울씩 조심스럽게 첨가하여 중화시켜라.

5.4. 1-2 방울의 2 M HCl 을 첨가하여 침전을 녹인 다음 0.5 mL 의 2 M HCl 을 더 첨가하고 증류수로 50 mL 로 묽힌 다음 거의 끓을 때까지 가열하여라.

5.5. 뜨거운 용액에 4-5 방울의 25% 설포살리실산을 지시약으로 첨가하여라.

5.6. 색깔이 보라에서 투명한 노랑으로 변할 때까지 용액을 적정하여라. 적정하는 동안, 특히 종말점 근처에서 용액은 반드시 뜨거워야 한다. 필요하다면 용액을 더 가열하여라. 종말점 근처에서는 EDTA 용액을 천천히 첨가하여야 한다.

5.7. 세 번의 적정부피 간의 차이가 0.10mL 를 넘지 않을 때까지 적정을 되풀이하여라.

5.8. 평균적정부피를 계산하여라.

5.9. 받은 용액 내 Fe 의 총 무게를 계산하여라.

5.10. 5.9 에서 얻은 결과와 4.9 에서 얻은 결과 사이의 차이로부터 Fe(II) 의 무게를 계산하여라.

문제

1. Fe 의 총량을 정량하는 동안에 일어나는 모든 반응의 완결된(balanced) 방정식을 써라.

2. 착물화 적정으로 Fe(III) 를 적정할 때 중요한 사항 중의 하나는 용액의 산도를 잘 유지하는 것이다. 그 이유는 무엇인가?

- ☐ 산도가 너무 낮으면 Fe(OH)_3 가 침전한다.
- ☐ 산도가 너무 높으면 Fe(III) 와 설포살리실산의 착물이 생성되지 않는다.
- ☐ 산도가 너무 높으면 Fe(III) 와 EDTA 의 착물이 생성되지 않는다.
- ☐ 산도가 너무 낮거나 높으면 적정시약이 분해한다.