

## 실험기구 (Apparatus)

실험시험 중에 일부 유리기구들은 한 번 이상 사용하여야 한다. 조심하여 씻고 사용하라. 후드(hood)와 그 내부의 기구들은 여러 명의 학생들이 사용하게 된다. 정해진 후드번호와 감독관실 번호는 실험대에 적혀져 있다.

### apparatus

2 beakers (100 mL)  
 1 beaker (미리 무게 잰 것, "beaker A"라고 적혀있음)  
 1 beaker (미리 무게 잰 것, "beaker B"라고 적혀있음)  
 1 beaker (400 mL)  
 1 쌍의 뜨거운 비이커를 다루기 위한 고무호스로 만든 손잡이("rubber fingers")  
 1 병의 증류수(dem. water) (500 mL)  
 2 클램프(brackets) for condenser and flask  
 1 클램프(bracket) for the burette with sleeve  
 1 burette (25 mL)  
 1 감압 깔때기 (suction filter) (90 mm)  
 1 냉각기 (condenser) (NS 29)  
 1 삼각 플라스크 (100 mL, NS 29)  
 4 삼각 플라스크 (300 mL)  
 1 g 유리섬유(fibreglass)  
 6 filter papers for problem 1  
 6 filter papers for problem 2  
 1 깔때기 받침대 (filter rack)  
 2 접혀있는 여과지 (1 번 실험용)  
 1 깔때기(분석시료용)  $\varnothing = 80$  mm  
 1 깔때기(액체용)  $\varnothing = 100$  mm  
 1 깔때기(고체용)  $\varnothing = 80$  mm  
 1 깔때기(뷰렛용)  
 2 유리막대 (glass rods) 15 cm  
 1 유리막대 21 cm  
 1 graduated cylinder (10 mL)  
 1 graduated cylinder (100 mL)

### apparatus

1 heating plate with magnetic stirrer  
 1 자석막대 (magnetic stirring bar)  
 3 "tube B"라고 적혀 있는 통에 들어 있는 녹는점 측정용 모세관  
 1 녹는점 측정용 모세관 높이측정 종이눈금자  
 1 Pasteur pipette (2 mL, grad.) with ball  
 1 피펫채우기 벌브 (Peleus ball)  
 1 pipette (25 mL)  
 1 플라스틱 마개 (NS 29)  
 1 유리-세라믹 판 (Ceran™)  
 1 pair of protective glasses (보안경)  
 1 role of pH paper  
 2 도자기 조각(shards) (2.5 cm x 2.5 cm)  
 2 클램프 고정쇠(sleeves for the brackets)  
 1 약수저 (spatula)  
 1 작은 약수저 (micro spatula)  
 2 stands  
 1 suction bottle (500 mL) with ring  
 1 테플론 연결고리 (Teflon coupling) (NS 29)  
 4 test tubes  
 1 test-tube rack  
 1 volumetric flask (100 mL)  
 1 volumetric flask (250 mL)  
 75 cm glass tube  
 1 pair of tweezers  
 1 wiper  
 1 test-tube brush

### 각각의 학생에게 주어진 시약 (Chemicals for each student)

No	chemicals	formula	conc.	amount	위험물 경고표시[R]	안전 경고표시[S]
1	polycarbonate (Makrolon)	-	solid	2.54 g	-	-
2	ethanol	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	96 %	150 mL	11	7-16
3	hydrochloric acid	HCl	25 %	60 mL	36/37/38	26
4	sodium chloroacetate	ClCH <sub>2</sub> COONa	solid	5 g	25-38-50	22-37-45-61
5	sodium hydroxide	NaOH	solid	4 g	35	26-37/39-45
6	sodium-hydroxide solution	NaOH	10%	100 mL	35	26-36/37/39-45
7	disodium-EDTA solution	Na <sub>2</sub> -EDTA	0.1000 mol L <sup>-1</sup>	100 mL	22-36/37/38	26-36
8	sodium acetate	CH <sub>3</sub> COONa	solid	10 g	-	-
9	sodium-iodide solution	NaI	10 %	80 mL	-	22-24/25 *

10	sodium-thiosulfate solution	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	$0.01000 \text{ mol L}^{-1}$	100 mL	-	-
11	starch solution	-	-	20 mL	-	-
12	sulfuric acid	$\text{H}_2\text{SO}_4$	$2 \text{ mol L}^{-1}$	50 mL	35	26-30-45
13	superconductor solution	$\text{La}_x\text{M}_{(2-x)}\text{CuO}_4$	-	-	22 <sup>1)</sup>	22-24/25 <sup>1)</sup>
14	superconductor solid	$\text{La}_x\text{M}_{(2-x)}\text{CuO}_4$	solid	250 mg	22	22-24/25
15	xylene orange indicator	-	solid	500 mg	8	16-41
27	bisphenol A <sup>2)</sup>	$\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{O}_2$	solid		36/37/38-43	24-26-37
28	bisphenol A <sup>3)</sup>	$\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{O}_2$	solid		36/37/38-43	24-26-37

<sup>1)</sup> 고체일 경우 (for the solid compound)

<sup>2)</sup> 1 번 실험 중 요청할 때에 감독관이 나누어줄 것임

<sup>3)</sup> 1 번 실험의 첫번째 단계가 끝난 후 정해진 감독관실(instructor room)에서 나누어줄 것임.

공동으로 사용하는 시약 (후드 안에 있음)

No	chemicals	formula	conc.		위험물 경고표시[R]	안전 경고표시[S]
16	acetic acid	$\text{CH}_3\text{COOH}$	$2 \text{ mol L}^{-1}$		10-35	23.2-26-45
17	ammonia solution	$\text{NH}_3 \text{ (aq)}$	25 %		34-50	26-36/37/39-45-61
18	ammonium-carbonate solution	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$	$2 \text{ mol L}^{-1}$		36/37/38 *	26-37/39 *
19	ammonium-oxalate solution	$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$	$0.25 \text{ mol L}^{-1}$		21/22 *	24/25 *
20	ammonium-sulfate solution	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	$1 \text{ mol L}^{-1}$		-	-
21	calcium-sulfate solution	$\text{CaSO}_4$	satur.		-	-
22	perchloric acid	$\text{HClO}_4$	10 %		34	23-26-36-45
23	potassium-dichromate solution	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	$0.05 \text{ mol L}^{-1}$		43	24-37-45-60

\*고체일 경우 (for the solid compound)

감독관(instructor)으로부터 얻어서 대조실험(blank test)을 하기 위한 시약:

No	chemicals	formula	conc.		위험물 경고표시[R]	안전 경고표시[S]
24	barium-chloride dihydrate	$\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{ H}_2\text{O}$	solid		20-25	45
25	calcium-chloride hexahydrate	$\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$	solid		36	22-24
26	strontium-chloride hexahydrate	$\text{SrCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$	solid		-	22-24/25

## 2. 초전도체(Superconductor) 물질의 정성분석과 정량분석

(113 points)

### 서론

란탄족 산화구리 화합물(lanthanum cuprate,  $\text{La}_2\text{CuO}_4$ )을 기본으로 하는 초전도체 물질의 일반식은  $\text{La}_x\text{M}_{(2-x)}\text{CuO}_4$  ( $\text{M} = \text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba}$ )로 표시된다.

이 문제는 두 부분으로 이루어져 있다.

- 알칼리 토금속 원소의 종류를 찾아내는 정성분석
- 란타늄(La)과 구리(Cu)의 양을 측정하는 정량분석

뷰렛의 눈금을 가능한 정확하게 읽는다.

모든 답은 답안지에 정확히 기록한다.

모든 추가질문에 대한 답은 유효숫자를 고려하여 결과를 기입한다.

정성분석과 정량분석은 서로 연관되어 있지 않으므로 시간에 따라 순서에 상관없이 실시해도 된다.

### 실험방법

**2.1 알칼리 토금속 원소(들)의 정성분석** (만일 실험후드를 다른 사람이 사용하고 있으면 2.2의 적정실험을 먼저 시작해도 된다.)

이 실험에서는 초전도체 고체시료( $\text{La}_x\text{M}_{(2-x)}\text{CuO}_4$ ; No. 14)를 사용한다.

먼저 란타늄을 녹지 않는 상태로 만들어 제거한 다음 알칼리 토금속 원소를 정성분석한다.

**모든 실험은 후드 속에서 실시하여야 한다!**

모든 시료를 5 mL의 과염소산(perchloric acid, No. 22)이 들어 있는 비이커에 넣고 가열하여 녹인다. 그 다음 5 mL의 증류수(demineralized water)를 첨가한다.

용액이 미지근해 질 때까지 식힌다.

5 mL의 증류수를 더 첨가한 후 암모니아 용액(ammonia solution, No. 17)을 용액이 염기성이 될 때까지 넣어 준다. 이 때 란타늄은 수산화염(hydroxide)으로 침전되며, 구리는 진한 청색을 띠는 테트라암민 착화합물(tetraammine complex)로 녹아있다. 침전물을 여과한 후 소량의 증류수로 씻어준다.

여과액에 과량의 탄산 암모늄 용액(ammonium-carbonate solution, No. 18)을 넣어 준 후 몇 분 동안 끓여 준다. 알칼리 토금속 원소(들)는 탄산염 형태로 침전하게 된다.

침전물을 여과하고 소량의 증류수로 두 세 번 씻어준다.

그 다음 침전물을 초산(acetic acid, No. 16)에 녹인다. 초산나트륨(sodium acetate, No. 8)과 과량의 중크롬산칼륨 용액(potassium-dichromate solution, No. 23)을 넣어 준다. 만일 바륨(Ba)이 존재하면 노란색의  $\text{BaCrO}_4$  침전이 생기기 시작한다. 전체용액을 1 분간 끓인 후,  $\text{BaCrO}_4$  침전을 여과하고 증류수로 씻어준다. (만일  $\text{BaCrO}_4$  침전이 생기지 않는 경우라도 다음 단계의 실험은 동일하게 진행한다.)

투명한 여과액에 암모니아 용액(ammonia solution, No. 17)을 염기성이 될 때까지 넣어준다. 과량의 탄산 암모늄 용액(ammonium-carbonate solution, No. 18)을 넣어 준 후, 혼합용액을 몇 분 동안 끓여준다. 만일 스트론튬(Sr)이나 칼슘(Ca) 중 어느 하나라도 존재하면 흰색 침전이 생기게 된다.

침전물을 여과하고 소량의 증류수로 두 세 번 씻어준다.

침전물을 2 mL 의 증류수와 몇 방울의 HCl 용액(No. 3)에 녹인 다음, 2 개의 시험관(test tube)에 각각 나누어 담는다:

- 포화 황산 칼슘(Saturated calcium-sulfate solution, No. 21)을 한 쪽 시험관에 넣는다. 만일 스트론튬(Sr)이 존재하면 소량의 흰색 황산 스트론튬(strontium sulphate) 침전이 생성된다. 침전 생성을 촉진시키기 위해서는 유리막대로 시험관 내벽을 긁어 줄 수도 있다.
- 다른 시험관에 황산 암모늄(ammonium-sulfate solution, No. 20)을 넣는다. 만일 스트론튬(Sr)이나 칼슘(Ca) 중 어느 하나라도 존재하면 소량의 흰색 침전이 생성된다. 침전물을 여과하고 소량의 증류수로 두 세 번 씻어준다.  
여과액에 1 mL 의 옥살산 암모늄 용액(ammonium-oxalate solution, No. 19)을 넣어준다. 만일 칼슘이 존재하면 몇 분 후에 흰색의 옥살산 칼슘(calcium oxalate) 침전이 생긴다.

## 초전도체 정량분석 시료 원액(parent solution) 만들기

Volumetric flask 속에 초전도체 용액( $\text{La}_x\text{M}_{(2-x)}\text{CuO}_4$  in perchloric acid; No. 13)이 준비되어 있다.

증류수를 넣어 전체 부피가 정확히 250.0 mL 가 되게 채운다. 이 용액을 "원액(parent solution)"이라고 부른다.

## 2.2 란타늄(La)과 구리(Cu)의 총량을 구하는 정량분석

원액 25.00 mL 를 삼각플라스크에 정확히 옮긴다.

이 용액에 큰 약수저(spatula)로 탄산나트륨( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ; No. 8)을 5-6 숟가락 넣고, 작은 약수저(micro spatula)로 xyleneol orange 지시약(No. 15)을 2 숟가락 넣는다. 증류수를 넣어 75 mL 가 되도록 한다.

적정을 하기 전에 pH 6 이 되어야 한다. 이 때 필요하면 탄산나트륨을 더 넣어준다.

이 용액을  $\text{Na}_2\text{-EDTA}$  용액 (No. 7)으로 적정한다.

용액의 색이 옅은 보라색에서 진한 연두색까지 변하게 된다. (중간에 여러 번 색이 변하게 된다.)

정확한 결과를 얻기위하여 필요하면 몇 번의 적정을 더 수행할 수 있다.

## 2.3 구리(Cu)만의 양을 구하는 정량

원액 25.00 mL 를 100 mL Volumetric flask 에 옮긴 후 증류수를 채워 정확히 100.0 mL 가 되게 만든다.

각각의 적정을 위해, 위에서 준비한 용액 25.00 mL 에 염기성이 될 때까지 수산화나트륨 용액(sodium hydroxide solution, No. 6) 을 넣는다. 이 과정에서 파란색 침전이 생성된다. 황산 (sulfuric acid, No. 12)을 넣어 다시 파란색 침전을 녹인다. 용액의 액성은 반드시 pH 1-2 인 산성이 유지되어야 하며 약간의 흰색 침전을 포함하게 된다.

10 mL 의 요오드화 나트륨 용액(sodium-iodide solution, No. 9) 을 넣어주고, 삼각플라스크를 1 분간 흔들어 준다. 이 용액을 sodium-thiosulfate 용액 (No. 10)으로

적정한다. 이때 녹말용액(starch solution, No. 11)을 지시약으로 사용하는데, 종말점에 다다르기 직전에 넣어준다. 적정이 되면 용액이 무색으로 최소한 60 초 이상 유지되어야 한다.

정확한 결과를 얻기위하여 필요하면 몇 번의 적정을 더 수행할 수 있다.