

Name:

Code:

실험기구

실험대위	실험에서공통으로사용되는기구들
500 mL PET 씻기병 (증류수)	감점없이사용할수있는증류수통
보안경	고무장갑 (맞는크기를요청하여사용할것)
연필, 자, 유성펜	실험 1 에서생기는 Aqueous Waste 통
교반자석	실험 3 에서생기는 Organic Waste 통
	깨진유리와모세관폐기용통

실험 1
실험대위
피펫 3 개 - 1 mL, 10 mL, 25 mL 각 1 개
플라스틱칼때기 2 개
50 mL 뷰렛 2 개 - 스탠드에클램프로세워져있음
실험대아래장에있는상자
250 mL 삼각플라스크 2 개
피펫용 밸브 1 개

실험 2
실험대위
눈금관 (부피가 mL 로표시)
밸브 (valve), 고무마개(septum), 교반자석이들어있는 50 mL Schlenk 용기
눈금관을 Schlenk 용기및밸브와연결한 Tygon 튜브
실험대아래장에있는상자
칼때기 1 개
타이머 1 개 (사용법을모르면감독관에게문의)
2.0 mL 주사기 1 개

실험 3
실험대위
2 mL 피펫 1 개
250 mL 눈금실린더 1 개
클램프로스탠드에고정된플래쉬컬럼(Flash column)(유리마개포함) 1 개
실험대아래장에있는상자
TLC 판 2 개 - 지퍼백에들어있는 TLC1 과 TLC2
TLC 전개용기 (마개포함) 1 개
모세관 6 개
100 mL 삼각플라스크 3 개, 250 mL 삼각플라스크 1 개
50 mL 눈금실린더 1 개
플라스틱마개가달린 10 mL 부피플라스크 1 개

Name:

Code:

경로길이 1.0 cm UV-Vis 셀 2 개
어댑터가 달려 있는 가압용 고무구(bulb) 및 플라스틱 클립 1 개
2.0 mL 주사기 2 개
파스퇴르 피펫 6 개 및 소형 벌브 (bulb)
핀셋 1 개

Name:

Code:

시약

		위험정도	안전수칙
실험 1	미지용액 (unknown solution) 100 mL	36 38	26 37 39
	지퍼백에 들어있는 Eppendorf 튜브속덱스트린 (dextrin) 3 개		
	다이클로로플루로레센(Dichlorofluorescein) 지시약	36 37 38	26 36
	0.1 M* AgNO₃ 100 mL	8 22 34 50 53	26 45
	0.01 M* EDTA 100 mL	36	26
	pH 10 완충용액(NH₃/NH₄Cl) 5 mL	10 23 24 34 50	9 16 26 33 36 37 39 45 61
	EBT 지시약	36 37 38	26

*정확한값은라벨에적혀있음

실험 2	용액 A (Solution-A) H ₃ NBH ₃ , 29.5 mg을 10 mL 물에 녹인 용액	5	15
	용액 B (Solution-B) poly(4-styrenesulfonic acid-co-maleic acid) 137.7 mg을 9 mL 물에 녹인 용액	26	26 36
	용액 C (Solution-C) Potassium tetrachloropalladate(II), K ₂ [PdCl ₄], 6.7 mg을 1 mL 물에 녹인 용액	36/38	26 37/39

	Rxn RB 0.50 mmol 2,3-dibromo-1-ferrocenylpropan-1-one 과 교반자석		
실험 3	V1 1.0 mmol triethylamine 을 1.0 mL CHCl ₃ 에 녹인 용액	11 20 21 22 35 38 40 48	3 16 26 29 36 37 39 45
	V2 1.0 mmol (<i>R</i>)-1-phenylethanamine 을 0.5 mL CHCl ₃ 에 녹인 용액	11 20 21 22 34 35 38 40 48	6 26 28 29 36 37 39 45
	SM TLC 확인용 시작물 질용액 (2,3-dibromo-1-ferrocenylpropan-1-one)		
	전개액(ELUENT) 500 mL, heptane:ethyl acetate 3:2 혼합물	11 20 22 36 66 67	16 23 29 33

Name: Code:

실험 1

염화물 혼합물의 분석

염화마그네슘(MgCl_2)과 염화나트륨(NaCl)만 포함된 용액의 조성은 다음과 같이 결정한다: 먼저 간접적인 침전적정 방법을 통해 염화물의 전체 양을 결정하고, 그 다음에 착물형성 적정을 통해 마그네슘이온의 양을 결정한다.

용액에 존재하는 염화이온의 양을 결정하는데 가장 많이 사용하는 방법은 파얀스(Fajans) 방법이다. 이 은적정법(argentometric procedure)에서, 용액에 존재하는 염화이온을 침전시키는 적정제(titrant)로 질산은(AgNO_3)을 사용한다. 약한 유기산인 dichlorofluorescein 을 흡착 지시약으로 사용하여 종말점을 결정한다. 종말점에 도달하기 전에는 용액에 존재하는 과량의 염화이온이 염화은 입자에 흡착하여 음전하를 띤다. 지시약 음이온은 염화은 입자 표면에 있는 음전하에 의해 반발하여 용액에 머물기 때문에 연두색을 띤다. 그러나 당량점 이후에는 염화은 입자에 은이온들이 흡착된다. 그래서 양으로 하전된 층이 형성되어 dichlorofluoresceinate 이온들을 끌어들이면 분홍-빨간(pink-red) 색이 나타난다. 덱스트린(dextrin)은 염화은 입자들이 서로 뭉치지 않도록 안정화하는데 사용된다.

용액에 존재하는 마그네슘이온의 양은 EDTA 로 착물분석적정을 하여 결정할 수 있다. EDTA 는 여섯 자리 리간드로, 알칼리 금속이온들을 제외한 모든 금속이온들과 양이온의 전하에 상관없이 1:1 비율로 착물을 형성한다. EBT(Eriochrome Black T)는 EDTA 적정에 많이 사용되는 지시약이다. pH 가 7.00 보다 클 때, EBT 는 금속 이온이 없는 용액에서 파란색을, 금속이온과 결합하면 빨간색을 띤다.

이 실험에서 염화마그네슘과 염화나트륨을 포함하는 용액 중 염화물의 농도는 파얀스 방법으로, 마그네슘이온의 농도는 EDTA 적정법으로 결정한다.

여기에 주어진 미지시료 용액 100 mL 는 염화마그네슘과 염화나트륨을 녹여서 만든 것이다. 이 실험의 목적은 염화마그네슘과 염화나트륨의 농도를 g/100 mL 단위로 결정하는 것이다.

Name:

Code:

A. 파양스방법에 의한 전체 염화물의 정량.

1. 10-mL 피펫으로 “미지 용액(unknown solution)” 라벨이 붙은 병에서 10.0mL 를 취하여 250-mL 삼각플라스크로 옮긴다. 여기에 증류수를 가하여 부피를 대략 100mL 로 만들어라.
2. “덱스트린(dextrin)” 라벨이 붙은 지퍼백안에 있는 Eppendorf 튜브 중 하나를 꺼내 그 안의 모든 내용물을 삼각플라스크로 옮긴다.
3. Dichlorofluorescein 지시약 5 방울을 넣어라.
4. 질산은표준용액의 병에 적혀있는 정확한 농도를기록하라.
5. 뷰렛중의 하나를 질산은 표준용액으로 채운다.
6. 전체용액이 분홍-빨간색(pink-red)이 될 때까지 미지 용액(unknown solution)을 적정하라.
7. 사용한 질산은용액의 부피를 mL 로 기록하라.
8. 적정을 반복할 때에는사용했던 삼각플라스크를 사용하라. 이 경우에 삼각플라스크의 내용물을 수용성 폐기물 용기에 버리고 증류수로 두 번 행군다음 사용한다.

B. EDTA 로 직접 적정에 의한 Mg^{2+} 의정량

1. 두 번째 뷰렛을 EDTA 표준 용액으로 채워라.
2. EDTA 표준 용액의 병에 적혀있는 정확한 농도를 기록하라.
3. 25-mL 피펫으로 “미지 용액(unknown solution)” 25.0 mL 를 취해 250-mL 삼각플라스크로 옮긴다. 여기에 증류수를 가하여 부피를 대략 100 mL 로 만들어라.
4. 1-mL 피펫으로 pH 10 완충용액 (pH 10 buffer) 1.0 mL 를 가한다.
5. EBT 지시약 3-4 방울을 가한다.
6. 용액이 빨간색에서 파란색으로 변할 때까지 EDTA 표준 용액을 넣어 미지 용액(unknown solution)을 적정하라.
7. 사용한 EDTA 용액의 부피를 mL 로 기록하라.
8. 적정을 반복할 때에는사용했던 삼각플라스크를 사용하라. 이 경우에 삼각플라스크의 내용물을 수용성 폐기물 용기에 버리고 증류수로 두 번 행군 다음 사용한다.

데이터 처리

1. 100 mL 미지용액의 염화이온(Cl^-)양을 mmole 단위로 결정하라.
2. 100 mL 미지용액의 마그네슘이온(Mg^{2+})양을 mmole 단위로 결정하라.
3. 미지 용액에 들어 있는 $MgCl_2$ 와 $NaCl$ 의 농도를 g/100mL 단위로 계산하라.