

문제 28 역적정으로 메틸 케톤 정량

아세톤 같은 메틸 케톤은 염기성 용액에서 과량의 표준화된 요오드로 요오드화 하여 정량 할 수 있다. 남아 있는 요오드를 표준 sodium thiosulphate 용액으로 역적정한다.

시약

. 0.1 N 요오드 용액	R : 20, 21	S : 23, 25
. 0.1 N NaOH	R : 35	S : 2, 26, 37, 39
. 진한 염산	R : 34, 37	S : 26, 45
. 1 N H_2SO_4	R : 35	S : 2, 26, 30
. 0.1 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$		S : 22, 24, 25

0.1 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 용액 준비하기

- AR grade $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 25 g을 재어 1L 부피 플라스크로 옮긴다.
- 막 끓인 증류수를 1L 까지 채운다. 이 과정에서 클로로포름 3방울을 가한다.
- 빛에 노출되지 않도록 한다.

0.1N I_2 용액 준비하기

- Iodate가 없는 KI 20 g을 1L 부피 플라스크에 옮긴 후 증류수 30-40 mL를 가한다.
- 요오드 12.7 g을 측정하여 KI 가 담긴 플라스크에 넣고 다 녹을 때까지 잘 흔든다.
- 모두 녹은 것이 확인되면 1L 눈금까지 증류수를 채운다.

과정

1. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 표준화

- 건조된 KIO_3 0.14-0.15 g을 정확히 측정하여 막 끓인 증류수 25 mL에 넣는다.
- Iodate가 없는 KI 2 g을 이 수용액에 가하고 다시 1 N 황산용액 5 mL를 가한다.
- 생겨난 요오드를 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 로 적정한다. 이때 플라스크를 계속 저어주어야 한다.
- 용액이 옅은 노란색이 되면 증류수 200 mL를 가하고, 녹말 지시약 2 mL를 넣는다.
- 파란색이 사라질 때까지 적정한다.

2. 케톤 정량

- 아세톤 샘플을 정확히 0.2 g 측정하여 50 mL 비커에 담고 증류수를 아주 조금 넣는다.
- 아세톤 용액을 250 mL 부피 플라스크에 옮기고 증류수를 250 mL까지 채운다.
- 이 플라스크에서 아세톤 용액 10 mL를 취하여 삼각 플라스크에 담는다.
- 삼각 플라스크에 10% NaOH 수용액 10 mL를 가하고 마개를 덮는다.

- e. 플라스크를 10분 동안 잘 흔들어 내용물이 잘 섞이도록 한다.
- f. 10분 후 뷰렛을 써서 0.1 N 요오드 용액 35 mL를 이 플라스크에 가한다.
- g. 자석 교반기를 써서 5분 동안 이 용액을 섞어 준 후 15분간 기다린다.
- h. 노란색 iodoform 결정이 나타나면 황산으로 용액을 산성화시킨다. pH 종지로 체크한다.
- g. 표준화된 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 수용액과 녹말 지시약으로 이 용액을 적정한다.

- ▷ 아세톤의 요오드화 과정을 화학 반응식으로 나타내어라.
- ▷ 주어진 샘플 용액에 들어 있는 아세톤의 양을 계산하라.