

실험 시험



함께하는 과학!
Making science together!

2019-07-24



MINISTÈRE
DE L'ÉDUCATION
NATIONALE ET
DE LA JEUNESSE

MINISTÈRE
DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR,
DE LA RECHERCHE
ET DE L'INNOVATION

지시 사항

- 실험 시험지는 29 페이지로 구성되어 있다.
- 실험 시험 시작 전, **읽기 (Read)** 시간이 15 분 주어진다. 이 시간동안은 **읽을** 수만 있다. **기록을 하거나 계산기를 사용하지 마시오.**
- **시작 (Start)** 명령이 주어지면 시작할 수 있다. 시험 시간은 **5 시간**이다.
- 원하는 순서대로 실험을 수행해도 되지만, **문제 P1 부터 시작하기를 권장한다.**
- 모든 결과와 답변은 시험지의 **지정된 답란에 펜으로** 알기 쉽게 작성하라. 지정된 답란 밖의 답변은 채점하지 않는다.
- 연습지가 필요하다면, 시험지의 뒷면을 이용하라. **지정된 답란 밖의 내용은 채점되지 않는다**는 것을 기억하라.
- 번역이 불분명한 경우, 이 실험 시험의 공식 영문판을 요청하여 볼 수 있다.
- (화장실에 가거나 음료 및 간식을 먹기 위해) 실험실을 떠나야 한다면, 적절한 카드를 들어라. 조교가 동행할 것이다.
- 공평하게 하기 위해서, 시험 동안 실험대 위의 선반은 사용할 수 없다.
- IChO 규정에 있는 **안전 규칙을 준수**해야 한다. 만일 안전 규칙을 어기는 경우 1 차 경고를 받고, 두 번째에는 퇴실 조치될 것이다. 이 경우 전체 실험 시험은 0 점으로 처리된다.
- 시약이나 실험 기구는, 다른 공지사항이 없는 한, 처음 1 회에 한해 감점없이 제공된다. 추가요청마다 실험 시험 총점 40 점에서 1 점씩 감점한다.
- 실험 조교는 실험 시험이 끝나기 30 분 전에 한 차례 공지를 한다.
- 실험을 **중지(STOP)**하라는 말을 들으면 즉시 실험을 멈추어야 한다. 실험이나 답안 작성을 1 분 안에 멈추지 않는 경우, 실험 시험에서 실격한다.
- 실험을 **중지(STOP)**하라는 말을 들은 후에, 조교들이 답안지에 서명을 할 것이다.
- 조교와 응시자가 모두 서명한 후, 시험지를 봉투에 넣고, 생성물은 TLC 판과 함께 제출하라.

실험실 규정과 안전

- 실험복을 항상 착용하고, 단추를 채워야 한다. 신발은 발과 뒷꿈치를 완전히 덮어야 한다.
- 실험실에 있는 동안 보안경이나 안경을 항상 착용해야 한다. 콘택트 렌즈를 착용하지 마시오.
- 실험실에서는 껌을 비롯한 음식물을 섭취하지 않도록 하자.
- 지정된 공간에서만 실험을 하고 주위를 어지럽히지 않도록 하라.
- 허용되지 않은 실험을 하지 않아야 하며, 실험 과정을 임의로 수정해서는 안된다.
- 입으로 피펫을 사용해서는 안되고, 항상 피펫 필러 밸브를 사용하라.
- 시약을 쏟거나 유리 기구를 파손되는 경우 벤치와 바닥을 신속히 정리하라.
- 오염과 부상을 방지하기 위해 폐기물을 적절히 폐기하라. 수용액은 싱크대에 버려도 된다. 유기 폐기물은 표시된 뚜껑있는 용기에 폐기하라.

상수와 수식

이 시험에서, 모든 수용성 화학종들의 활동도는 각각의 mol L⁻¹ 농도로 근사할 수 있다고 가정한다. 식과 표현을 더 간략히 하기 위해, 표준 농도 $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$ 는 생략한다.

아보가드로 상수:

$$N_A = 6.022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

기체 상수:

$$R = 8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

표준 압력:

$$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$$

대기압:

$$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1.013 \text{ bar} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

섭씨 0 도:

$$273.15 \text{ K}$$

패러데이 상수:

$$F = 9.649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$$

와트:

$$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$$

킬로와트 시:

$$1 \text{ kWh} = 3.6 \cdot 10^6 \text{ J}$$

플랑크 상수:

$$h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$$

진공 중 빛의 속도:

$$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$$

기본 전하:

$$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$$

전력:

$$P = \Delta E \times I$$

전력 효율:

$$\eta = P_{\text{obtained}} / P_{\text{applied}}$$

플랑크-아인슈타인 관계식:

$$E = hc / \lambda$$

이상기체 방정식:

$$pV = nRT$$

깁스 자유 에너지:

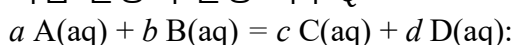
$$G = H - TS$$

$$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$$

$$\Delta_r G^\circ = -n F E_{\text{cell}}^\circ$$

$$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$$

다음 반응의 반응 지수 Q



$$Q = \frac{[\text{C}]^c [\text{D}]^d}{[\text{A}]^a [\text{B}]^b}$$

헨더슨-하셀발흐 식:

$$\text{pH} = \text{p}K_a + \log \frac{[\text{A}^-]}{[\text{AH}]}$$

네른스트-피터슨 식:

$$E = E^\circ - \frac{RT}{zF} \ln Q$$

여기서 Q 는 환원 반쪽 반응의 반응 지수

$$\text{at } T = 298 \text{ K}, \frac{RT}{F} \ln 10 \approx 0.059 \text{ V}$$

비어-람버트 법칙:

$$A = \epsilon l c$$

적분 속도식:

- 0 차:

$$[\text{A}] = [\text{A}]_0 - kt$$

- 1 차:

$$\ln[\text{A}] = \ln[\text{A}]_0 - kt$$

- 2 차:

$$1/[\text{A}] = 1/[\text{A}]_0 + kt$$

1 차 과정의 반감기:

$$t_{1/2} = \ln 2 / k$$

수 평균 몰 질량 M_n :

$$M_n = \frac{\sum_i N_i M_i}{\sum_i N_i}$$

질량 평균 몰 질량 M_w :

$$M_w = \frac{\sum_i N_i M_i^2}{\sum_i N_i M_i}$$

다분산도 지표 (Polydispersity index) I_p :

$$I_p = \frac{M_w}{M_n}$$

Note

몰 농도의 단위는 “M” 혹은 “mol L⁻¹”이다:

$$1 \text{ M} = 1 \text{ mol L}^{-1} \quad 1 \text{ mM} = 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$$

$$1 \text{ }\mu\text{M} = 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$$

주기율표

1																	18				
1 H 1.008		2										13		14	15	16	17	2 He 4.003			
3 Li 6.94		4 Be 9.01												5 B 10.81		6 C 12.01	7 N 14.01	8 O 16.00	9 F 19.00	10 Ne 20.18	
11 Na 22.99		12 Mg 24.31		3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13 Al 26.98		14 Si 28.09	15 P 30.97	16 S 32.06	17 Cl 35.45	18 Ar 39.95	
19 K 39.10		20 Ca 40.08		21 Sc 44.96	22 Ti 47.87	23 V 50.94	24 Cr 52.00	25 Mn 54.94	26 Fe 55.85	27 Co 58.93	28 Ni 58.69	29 Cu 63.55	30 Zn 65.38	31 Ga 69.72	32 Ge 72.63	33 As 74.92	34 Se 78.97	35 Br 79.90	36 Kr 83.80		
37 Rb 85.47		38 Sr 87.62		39 Y 88.91	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.95	43 Tc -	44 Ru 101.1	45 Rh 102.9	46 Pd 106.4	47 Ag 107.9	48 Cd 112.4	49 In 114.8	50 Sn 118.7	51 Sb 121.8	52 Te 127.6	53 I 126.9	54 Xe 131.3		
55 Cs 132.9		56 Ba 137.3		57-71		72 Hf 178.5	73 Ta 180.9	74 W 183.8	75 Re 186.2	76 Os 190.2	77 Ir 192.2	78 Pt 195.1	79 Au 197.0	80 Hg 200.6	81 Tl 204.4	82 Pb 207.2	83 Bi 209.0	84 Po -	85 At -	86 Rn -	
87 Fr -		88 Ra -		89-103		104 Rf -	105 Db -	106 Sg -	107 Bh -	108 Hs -	109 Mt -	110 Ds -	111 Rg -	112 Cn -	113 Nh -	114 Fl -	115 Mc -	116 Lv -	117 Ts -	118 Og -	

57 La 138.9	58 Ce 140.1	59 Pr 140.9	60 Nd 144.2	61 Pm -	62 Sm 150.4	63 Eu 152.0	64 Gd 157.3	65 Tb 158.9	66 Dy 162.5	67 Ho 164.9	68 Er 167.3	69 Tm 168.9	70 Yb 173.0	71 Lu 175.0
89 Ac -	90 Th 232.0	91 Pa 231.0	92 U 238.0	93 Np -	94 Pu -	95 Am -	96 Cm -	97 Bk -	98 Cf -	99 Es -	100 Fm -	101 Md -	102 No -	103 Lr -



GHS 안전 규약 정의

실험에 사용되는 시약의 GHS 안전 규약 (GHS hazard statements)은 문제에 표시되어 있다. 그 정의는 아래와 같다.

물리적 위험

- H225 고휘발성 액체와 증기
- H226 휘발성 액체와 증기
- H228 휘발성 고체
- H271 화재 또는 폭발 야기; 강한 산화제
- H272 화재 증진; 산화제
- H290 금속 부식

건강 장애

- H301 삼키면 유독함
- H302 삼키면 해로움
- H304 삼키거나 기도에 들어가면 치명적
- H311 피부에 닿으면 유독함
- H312 피부에 닿으면 해로움
- H314 심각한 피부 화상과 눈 손상 유발
- H315 피부 자극 유발
- H317 알레르기성 피부 반응을 유발
- H318 심각한 눈 손상을 유발
- H319 심각한 눈 자극 유발
- H331 들이마시면 유독함
- H332 들이마시면 해로움
- H333 들이마시면 해로울 수 있음
- H334 들이마시면 알레르기, 천식 및 호흡 곤란을 유발
- H335 호흡 곤란 유발
- H336 졸림과 어지럼 유발
- H351 암을 유발할 수 있음
- H361 생식력을 저해하거나 태아에게 손상을 가할 수 있음
- H371 장기 손상 유발
- H372 장기 또는 반복 노출 시 장기에 손상을 유발
- H373 장기 또는 반복 노출 시 장기에 손상을 유발할 수 있음

환경 유해 요소

- H400 수중 생물에 매우 유독
- H402 수중 생물에 유해함
- H410 수중 생물에 장시간 매우 유독
- H411 수중 생물에 장시간 유독
- H412 수중 생물에 장시간 유해함

시약

모든 시험 문제

시약	라벨	GHS 안전규약
증류수(Deionized water): - 세척병 (실험대) - 플라스틱병 (실험대) - 플라스틱통 (후드)	Deionized Water	안전
에탄올, 세척병	Ethanol	H225, H319
화이트 와인 시료, 300 mL, 황갈색 플라스틱 병	Wine sample	H225, H319

문제 P1

시약	라벨	GHS 안전 규약
4-니트로벤즈알데히드, 1.51 g, 황갈색 유리 바이알	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
전개액 A, 20 mL, 유리 바이알	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
전개액 B, 20 mL, 유리 바이알	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
옥손(Oxone [®] , 포타슘 퍼옥소모노설페이트), 7.87 g, 플라스틱 병	Oxone [®]	H314
TLC 용 4-니트로벤즈알데히드 시료	TLC standard	H317, H319

문제 P2

시약	라벨	GHS 안전 규약
1 M 싸이오시안산 포타슘 용액, 20 mL, 플라스틱 병	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0.00200 M 싸이오시안산 포타슘 용액, 60 mL, 플라스틱 병	KSCN 0.00200 M	안전
1 M 과염소산 용액, 10 mL, 플라스틱 병	HClO ₄	H290, H315, H319
0.00200 M 철(III) 용액, 80 mL, 플라스틱 병	Fe(III) 0.00200 M	안전

0.000200 M 철(III) 용액, 80 mL, 플라스틱 병	Fe(III) 0.000200 M	안전
0.3% 과산화수소 용액, 3 mL, 황갈색 유리병	H₂O₂	안전

문제 P3

시약	라벨	GHS 안전 규약
0.01 M 아이오딘 용액, 200 mL, 갈색 플라스틱 병	I₂	H372
0.03 M 싸이오황산 소듐 용액, 200 mL, 플라스틱 병	Na₂S₂O₃	안전
1 M NaOH 용액, 55 mL, 플라스틱 병	NaOH	H290, H314
2.5 M 황산 용액, 80 mL, 플라스틱 병	H₂SO₄	H290, H315, H319
0.5 M 아이오딘화 포타슘 용액, 25 mL, 플라스틱 병	KI	H372
아이오딘산화 포타슘, 대략 100 mg (라벨에 정확한 질량 표기), 유리 바이알	KIO₃	H272, H315, H319, H335
녹말 용액, 25 mL, 플라스틱 병	Starch	안전

장비
모든 문제

개인 장비	수량
피펫 필러 벌브 (Pipette filler bulb)	1
보안경	1
유기 폐기물 용 1 L 플라스틱 병, “ Organic waste ”라고 표시됨	1
페이퍼 타월	15 장
정밀 와이퍼(Precision wipers)	30 장
약수저 (대형)	1
약수저 (소형)	1
스톱워치	1
연필	1
지우개	1
검은 펜	1
초자용 유성펜	1
자	1

공용 장비	수량
TLC 확인용 UV 램프	실험실 당 2
색도계 (Colorimeter)	실험실 당 5
장갑	모든 사이즈 (S, M, L, XL) 조교에게 요청시 사용 가능
얼음통	실험실 당 1

문제 P1

개인 장비	수량
실험용 스탠드:	1
- 소형 클램프와 클램프 홀더	2
- 대형 클램프와 클램프 홀더	1
갈아맞춘 연결관 삼각 플라스크 (ground-joint Erlenmeyer flask), 100 mL	1
갈아맞춘 연결관 삼각 플라스크 (ground-joint Erlenmeyer flask), 50 mL	1
환류 컨덴서 (reflux condenser)	1

가열 교반기 (Hotplate stirrer)	1
결정화 수조 (Crystallizing dish)	1
자석 막대	1
감압 플라스크	1
고무 어댑터 달린 뷰흐너 깔대기	1
여과지 3 장이 든 지퍼백	1
페트리 접시	1
TLC 전개병, “ TLC elution chamber ”라고 표시됨	1
형광 지시액이 발린 TLC 판 3 장이 든 지퍼백, 학생 코드(Student Code)로 표시됨	1
TLC 용 눈금있는 모세관 (페트리 접시 안에 있음)	4
플라스틱 핀셋	1
유리막대	1
눈금 실린더, 25 mL	1
비커, 150 mL	2
분말용 플라스틱 깔때기 (Plastic powder funnel)	1
1 회용 플라스틱 피펫	2
갈색 유리 바이알, TLC 시료용, 1.5 mL, 마개 있음, C 와 R 로 표시됨	2
질량 측정된 갈색 유리 바이알, 10 mL, 마개 있음, 학생 코드(Student Code) 로 표시됨	1
자석 막대 회수 도구	1

문제 P2

개인 장비	수량
부피 피펫, 10 mL	1
눈금 피펫, 10 mL	3
눈금 피펫, 5 mL	3
시험관대	1
시험관	15
시험관 마개 (Test tube stopper)	7
색도계 (Colorimeter) 큐벳, 광경로 1.0 cm	2
비커, 100 mL	2
1 회용 플라스틱 피펫	15

문제 P3

개인 장비	수량
실험용 스탠드와 뷰렛 집게	1
뷰렛, 25 mL	1
유리 깔때기	1
삼각 플라스크, 100 mL	3
삼각 플라스크, 250 mL	3
비커, 150 mL	1
비커, 100 mL	2
부피 플라스크, 100 mL, 마개 있음	1
부피 피펫, 50 mL	1
부피 피펫, 25 mL	1
부피 피펫, 20 mL	1
눈금 실린더, 25 mL	1
눈금 실린더, 10 mL	1
눈금 실린더, 5 mL	1
1 회용 플라스틱 피펫	3
파라필름	20 장

문제 P1	질문	수율	순도	TLC	P1.1	P1.2	전체
전체의 13%	배점	12	12	8	2	3	37
	점수						

문제 P1 니트로벤즈알데히드의 친환경적인 산화반응

지난 수십 년 동안 화학자들은 산화 과정에서 생기는 독성 폐기물을 줄이기 위해 유해한 시약들을 대체하는 시약 개발을 위해 노력해 왔다. 이번 문제에서는 무독성이고 무공해 물질인 설페이트(sulfate) 염만을 만들어내는 포타슘 퍼옥소모노설페이트(potassium peroxomonosulfate)를 산화제로 선택했다. 여기에서 상품명 옥손(Oxone[®])으로 제공되었다. 또한, 친환경 용매인 물과 에탄올의 혼합물에서 반응을 수행하게 된다.

본 실험은 4-니트로벤즈알데히드(4-nitrobenzaldehyde)를 산화시키고, 생성물을 재결정하고, TLC 전개액(eluent)을 비교하고 TLC 를 사용하여 생성물의 순도를 체크하는 과정을 수행한다.

주의: 에탄올 폐용액과 전개액은 “Organic waste” 병에 반드시 버려야한다.

과정

I. 4-니트로벤즈알데히드(4-nitrobenzaldehyde)의 산화

- 20 mL 의 물과 5 mL 의 에탄올을 섞는다.
- 갈아맞춘 연결관 (ground-joint) 삼각 플라스크 100 mL 에 자석 막대 (magnetic bar)를 넣어라.
- 미리 무게를 잰 1.51 g 의 4-니트로벤즈알데히드를 삼각 플라스크에 옮겨라. 이전에 만든 물/에탄올 혼합물을 모두 첨가하여라. 삼각 플라스크를 스탠드에 클램프(clamp)로 고정하여라. 반응 혼합물을 저어 주기 시작하고, 그 후 미리 무게를 잰 7.87 g 의 옥손을 첨가하여라.
- 큰 클램프를 풀고 갈아맞춘 연결관을 환류 컨덴서(reflux condenser)에 연결한다 (그림 1 참고). HELP 카드를 들어올려라. 조교가 와서 물을 틀어주고 핫플레이트(hotplate)를 맞춰줄 것이다.
- 45 분 동안 온화한 환류(약 1 초에 한 방울 환류되는 정도)를 하며 반응혼합물을 가열하여라. 핫플레이트 위에 표시된 숫자는 온화한 환류를 하기위한 세기의 수치이다.

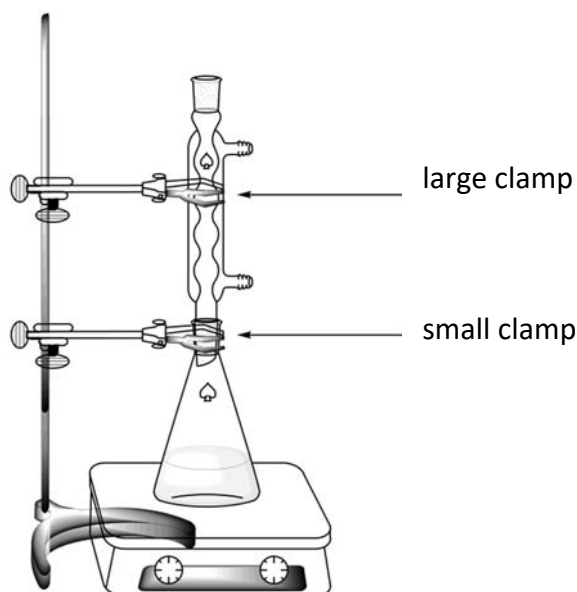


그림 1. 환류조건에서 반응혼합물의 가열을 위한 셋업

6. 그 후에 핫플레이트의 가열을 **멈추어라**. 핫플레이트를 **제거하여라**. 그리고 10 분간 반응혼합물을 **식게 두어라**. 그 후에 얼음-물 혼합물로 채워진 결정화 수조(crystallizing dish)에 **넣어두어라**. 추가로 10 분간 더 냉각되게 **놓아두어라**.

7. 뷰흐너 깔때기, 거름종이와 감압 플라스크를 작은 클램프로 실험실 스탠드에 고정시켜 여과 장치를 **셋업하여라** (그림 2 참조). HELP 카드를 **들어올려라**. 조교가 와서 감압 플라스크를 진공장치에 연결하는 방법을 알려줄 것이다.

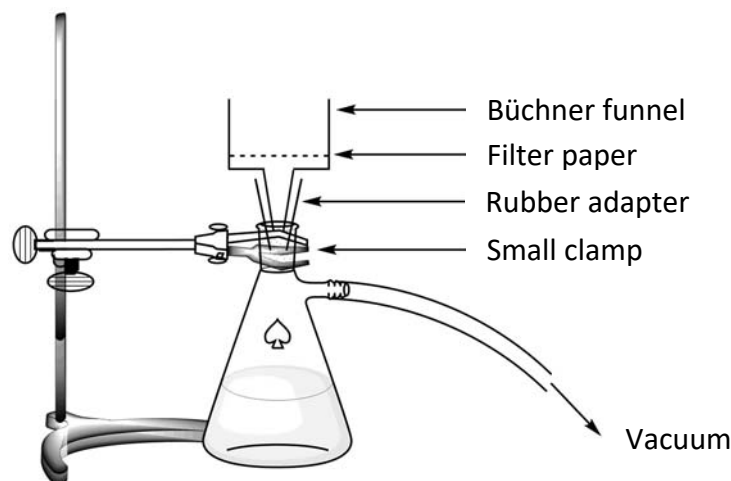


그림 2. 진공여과를 위한 셋업

8. 물로 거름종이를 **적셔라**. 이때 뷰흐너 깔때기의 모든 구멍들이 종이에 덮히는 것을 **확인하여라**.

9. 뷰흐너 깔때기에 생성물의 혼탁액을 **부어라**. 그리고 진공을 **작동시켜라**. 증류수로 고체를 **씻어라** (최소한 4×20 mL).

10. 생성물을 건조시키기 위해 5 분간 공기가 침전물을 통과하도록 **두어라**. 진공장치와 연결을 **해제하라**. **C 라고 표시된** 1.5 mL 의 갈색 유리 바이알에 생성물의 작은 조각(one tip of spatula)을 옮기기 위해 작은 약수저(spatula)를 **사용하여라**. 바이알을 마개로 **막고** 파트 III 을 위해 **보관하여라**.

11. 남아있는 모든 고체들을 50 mL 의 갈아맞춘 연결관 삼각 플라스크에 **옮겨 넣는다**.

12. “Organic waste” 병에 거른 용액(filtrate)을 **버려라**. 그리고 에탄올과 물로 뷰흐너 깔때기와 감압 플라스크를 **씻어라**. 에탄올 세척액을 “Organic waste” 병에 **버려라**.

II. 생성물의 재결정

1. 9 mL 의 물과 21 mL 의 에탄올을 **섞어라**.

2. 가열환류 장치와 같은 셋업을 이용하여(그림 1 참고) 50 mL 의 갈아맞춘 연결관 삼각 플라스크에 담겨있는 불순한 생성물의 재결정을 적절한 양의 물/에탄올 혼합액을 사용하여 **수행하여라**. HELP 카드를 **들어올려라**. 조교가 와서 물을 켜주고 핫플레이트(hotplate)를 맞춰줄 것이다. 필요한 경우에, 용매를 컨덴서의 꼭대기를 통해 **첨가하여라**.

3. 일단 생성물의 결정화가 완결되면 앞에서 기술한 과정 (I.7 에서 I.10 까지) 으로 고체를 모아라. **R 이라고 표시된** 1.5 mL 의 갈색 유리 바이알에 재결정된 생성물의 작은 조각(one tip of spatula)을 옮기기 위해 작은 약수저(spatula)를 **사용하여라**. 바이알을 마개로 **막고** 파트 III 을 위해 **보관하여라**.
4. 학생코드가 적혀있는 미리 무게를 잰 바이알에 정제한 고체를 모두 **옮겨라**. 바이알을 마개로 **막아라**.
5. “Organic waste” 병에 거른 용액(filtrate)을 **버리고** HELP 카드를 **들어올려라**. 조교가 와서 컨테이너의 물을 잠가 줄 것이다.

III. TLC 분석

1. **전개병을 준비하여라**. 전개병에 전개액 A 를 약 0.5 cm 높이로 **붓는다**. 페트리 접시로 위를 막는다. 전개병의 공간에 전개액의 증기가 포화되게 **기다려라**.
2. **샘플들을 준비하여라**. TLC standard (TLC 위에 S 에 해당되는)라고 표시된 갈색 유리 바이알 안에 4-니트로벤즈알데히드가 든 샘플을 받을 것이다. 또한 불순한 생성물(바이알 C)과 재결정된 생성물(바이알 R)을 각각 보관하고 있을 것이다. 샘플들을 녹이기 위해 각 바이알들에 약 1 mL 의 에탄올을 **첨가하여라**.
3. **TLC 판을 준비하여라**. 연필을 이용하여 출발선(판의 바닥에서 1 cm 위로)을 **그려라**. 그리고 세 가지 샘플들을 찍기 위해 위치들을 점으로 **표시하라**. 그림 3 에 보여지는 것처럼 각 점들에 S (출발물질), C (불순한 생성물) 그리고 R (재결정된 생성물)로 표시하라. 판의 꼭대기 왼쪽에 **학생코드를 써라**. 꼭대기 오른쪽에 사용한 전개액(처음에 **Eluent A**, 그 다음에 **Eluent B**)을 각각 **써라**. 모세관을 이용하여, 세 개의 샘플들을 **점찍어라**.

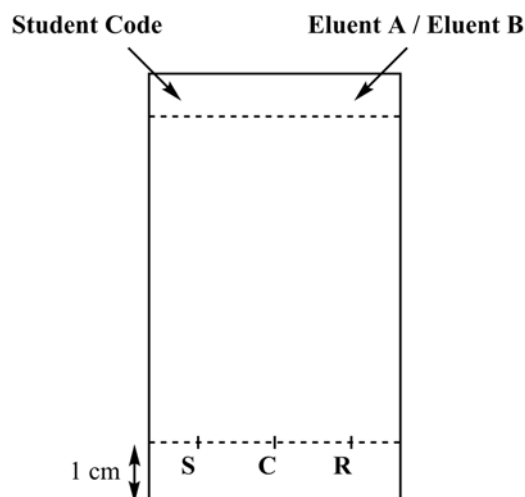
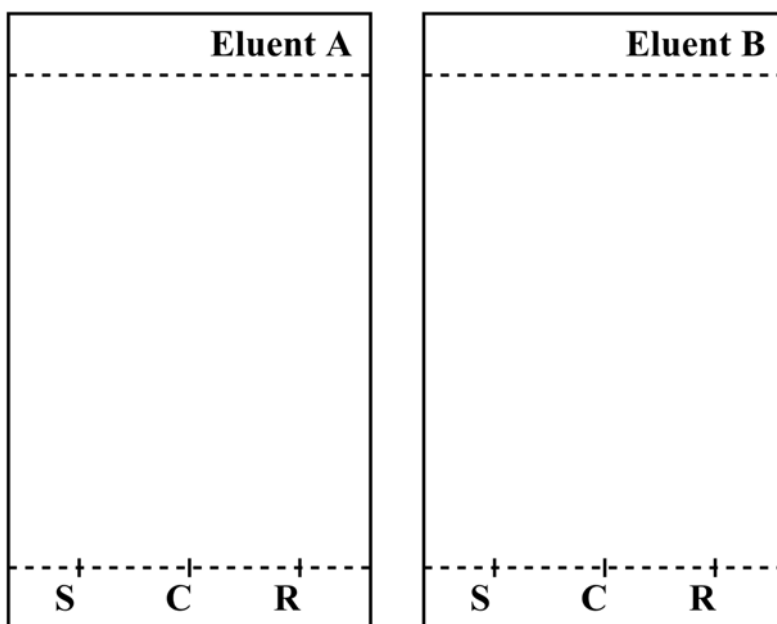


그림 3. TLC 판 준비

4. **TLC 분석 실험을 수행하여라**. 플라스틱 핀셋을 사용하여, TLC 판을 전개병에 **집어넣어라**. 그리고 페트리 접시로 전개병을 **덮어라**. 전개액이 판 꼭대기에서 약 1 cm 아래에 **도달할 때까지 기다려라**. 핀셋을 사용하여, 판을 **꺼내고**, 연필을 이용하여 전개액의 끝을 표시하여라. 그리고 판을 공기 중에서 건조시켜라.

5. TLC 판의 가시화를 수행하여라. TLC 판을 공용 실험대에 있는 UV 램프 아래에 두어라. 연필을 사용하여 모든 볼 수 있는 점들에 원을 그려라.
6. “Organic waste”병에 전개액을 버려라.
7. 1, 3, 4, 5 와 6 의 단계들을 전개액 B(eluent B)를 이용하여 반복하여라.
8. 학생코드가 있는 지퍼백(zippered bag)에 실험한 판들을 넣어두어라.

TLC 분석 결과들. 얻은 결과들로 모식도(scheme)를 완성하여라. TLC 판들의 결과를 그린 이 모식도들은 다음 질문들에 답하는 것에 도움이 될 수 있다. 이 모식도는 평가하지 않을 것이다.



시험이 끝날 때에, 실험 조교가 다음의 품목들을 수집해 갈 것이다:

- 재결정된 생성물이 들어 있고 **학생코드**가 표시되어 있는 유리 바이알
- **학생코드**가 표시되어 있는 지퍼백에 든 TLC 판들 A 와 B

제출 품목들

재결정 생성물 ☐

TLC 판 A ☐

TLC 판 B ☐

Signatures

학생

Lab Supervisor

질문들

1. 4-니트로벤즈알데히드와 옥손의 반응을 통하여 생성된 최종 유기생성물의 구조를 그려라.

2. TLC 분석 결과들에 기초하여, 다음의 질문들에 답하여라.

- 반응과정을 추적하는 데에 어떤 전개액이 더 좋은가?

☐ A

☐ B

- 불순한 생성물 (C)는 적은 양의 4-니트로벤즈알데히드를 포함한다.

☐ True

☐ False

- 재결정된 생성물 (R)은 적은 양의 4-니트로벤즈알데히드를 포함한다.

☐ True

☐ False

실험문제 P2 전체의 14%	문제	보정	Fe 양 결정	P2.1	P2.2	P2.3	화학량론 결정	P2.4	P2.5	총합
	배점	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	점수									

문제 P2. 와인 속 철의 속성

철은 포도주에서 자연적으로 발견될 수 있는 원소이다. 철의 농도가 리터(L) 당 10 ~ 15 mg 을 넘으면 와인에 녹아 있는 2 가 철(Fe(II))이 3 가 철(Fe(III))로 산화되어 불용성의 침전을 형성하기 때문에 와인의 품질이 저하될 수 있다. 따라서 생산과정에서 와인 속 철의 함량을 측정해야 한다.

철 성분의 농도가 매우 낮기 때문에 싸이오시아나화 음이온(SCN^-) 리간드와 3 가 철 이온이 형성하는 색깔을 띠는 착화합물을 분광 광도계로 측정하여 철의 양을 정량하는 데 사용할 수 있다.

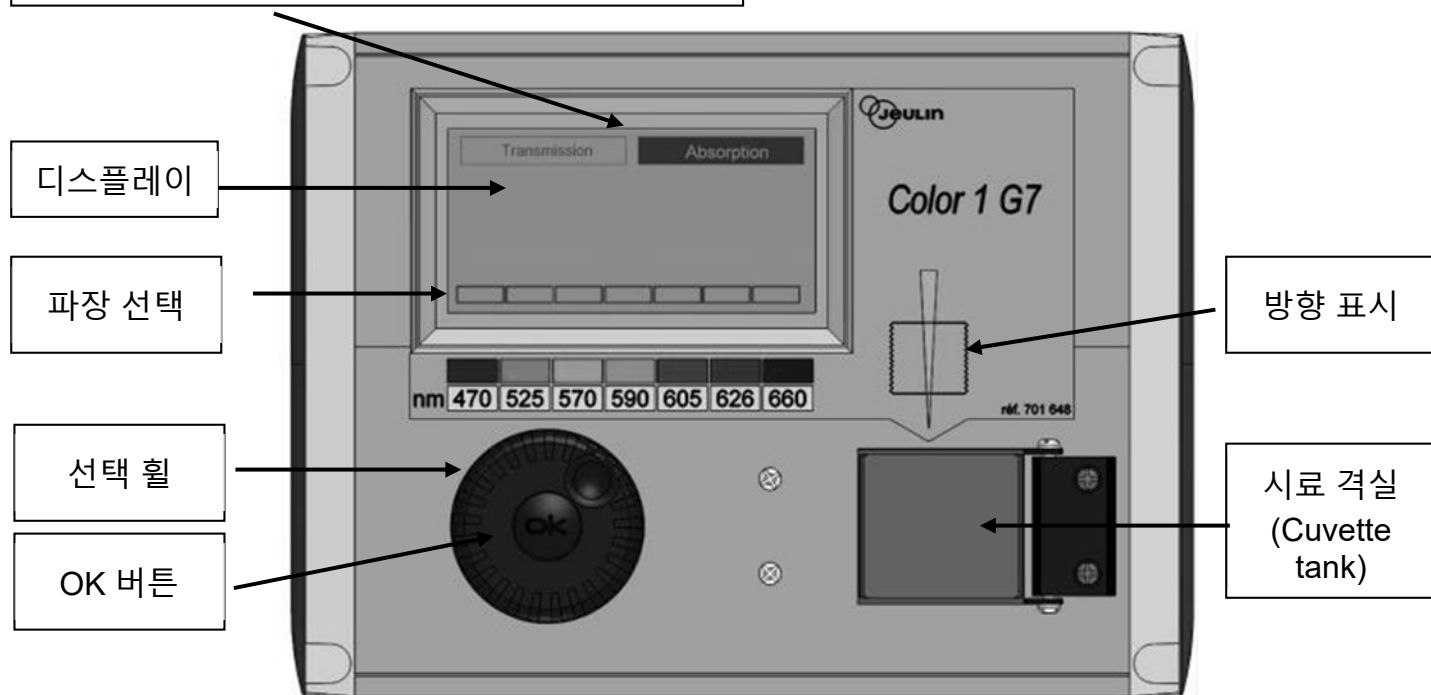
색도계를 이용한 분광 광도법을 사용하여 제공된 화이트 와인의 총 철 농도를 결정하고, 싸이오시아나화 철(III) 착화합물에 관한 화학량론을 결정하라.

주의

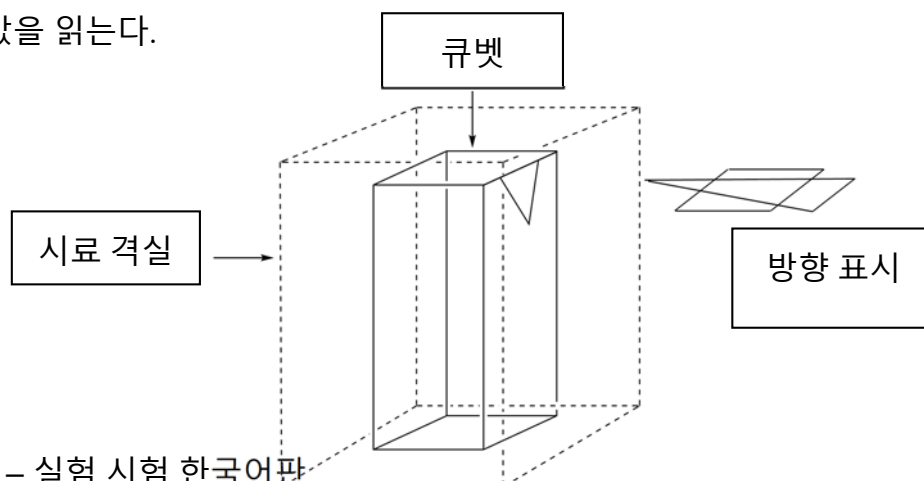
- 이 실험에서, 농도가 다른 철(III) 용액 두 종류와 싸이오시아나산 포타슘 용액 두 종류가 주어진다. 혼동하지 않도록 주의한다.
- 용액들을 색도계로 측정할 준비가 되면, 싸이오시아나산 용액을 넣은 후 한 시간 안에 흡광도를 측정한다.
- 색도계가 필요하면, HELP 카드를 들어올린다. 조교가 번호 표시된 색도계를 줄 것이다. 15 분간 이 색도계를 혼자 사용할 수 있다. 사용을 마치거나 15 분이 지나면 조교가 색도계를 다시 가져갈 것이다. 원하는 때 사용 가능한 색도계가 없으면 대기 명단에 올라간다.
- 다음 페이지에 색도계 사용법이 나와있다.
- 이 문제에서 색도계 사용 요청은 최대 3 번만 할 수 있다.

색도계 (Colorimeter) 사용법

흡광도/투과도 (Absorbance/transmittance) 모드



- 색도계 전원을 연결한다.
- “Absorbance”가 강조 표시(highlight)된 것을 확인한다. 그렇지 않으면, 선택 휠을 돌려 “Absorbance” 주위에 점선이 표시되게 하고 OK 버튼을 누른다.
- 선택 휠을 돌려 원하는 파장 (470 nm) 에 점선이 표시되도록 한다. OK 버튼을 누른다.
- 바탕 용액이 대략 3 cm 높이로 들어있는 큐벳을 시료 격실에 넣는다. 올바른 방향이 되도록 주의한다. (색도계의 방향 표시를 보면 빛이 노란 화살표 방향으로 나온다. 아래 그림 참조.) 큐벳을 끝까지 아래로 밀어 넣는다. 뚜껑을 닫는다.
- 선택 휠을 돌려 “Absorbance” 에 점선이 표시되게 하고 OK 버튼을 누른다. 선택 휠로 “Calibration”이 강조 표시되게 하고 OK 버튼을 누른다.
- 디스플레이가 0.00 (혹은 -0.00)이 될 때까지 기다린다.
- 분석할 용액을 대략 3 cm 높이로 넣고, 큐벳을 시료 격실에 넣는다. 뚜껑을 닫는다.
- 흡광도 값을 읽는다.



I. 와인의 철 함량 측정

실험 I 에서는 0.000200 M 철(III) 용액과 1 M 싸이오시아나산 포타슘(potassium thiocyanate) 용액이 필요하다.

실험 과정

1. 아래 표에 제시된 바와 같이 각 시험관에 제공된 용액을 첨가하여 6 개의 시험관을 준비하라.

시험관 번호	1	2	3	4	5	6
0.000200 M 철 (III) 용액	1.0 mL	2.0 mL	4.0 mL	6.0 mL		
1 M 과염소산 용액	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL
와인					10.0 mL	10.0 mL
과산화 수소 용액					0.5 mL	0.5 mL
증류수	9.5 mL	8.5 mL	6.5 mL	4.5 mL		1.0 mL

2. 시험관을 시험관 마개로 막고 잘 섞어라.

3. 시험관 **1, 2, 3, 4, 5** 에 1 M 싸이오시아나산 포타슘 용액 1.0 mL 를 넣어라. 시험관 6 에는 넣지 마십시오. 마개로 막고 잘 섞어라.

4. 모든 시험관이 준비되면, 색도계를 사용하기 위해 HELP 카드를 실험 조교에게 보이시오.

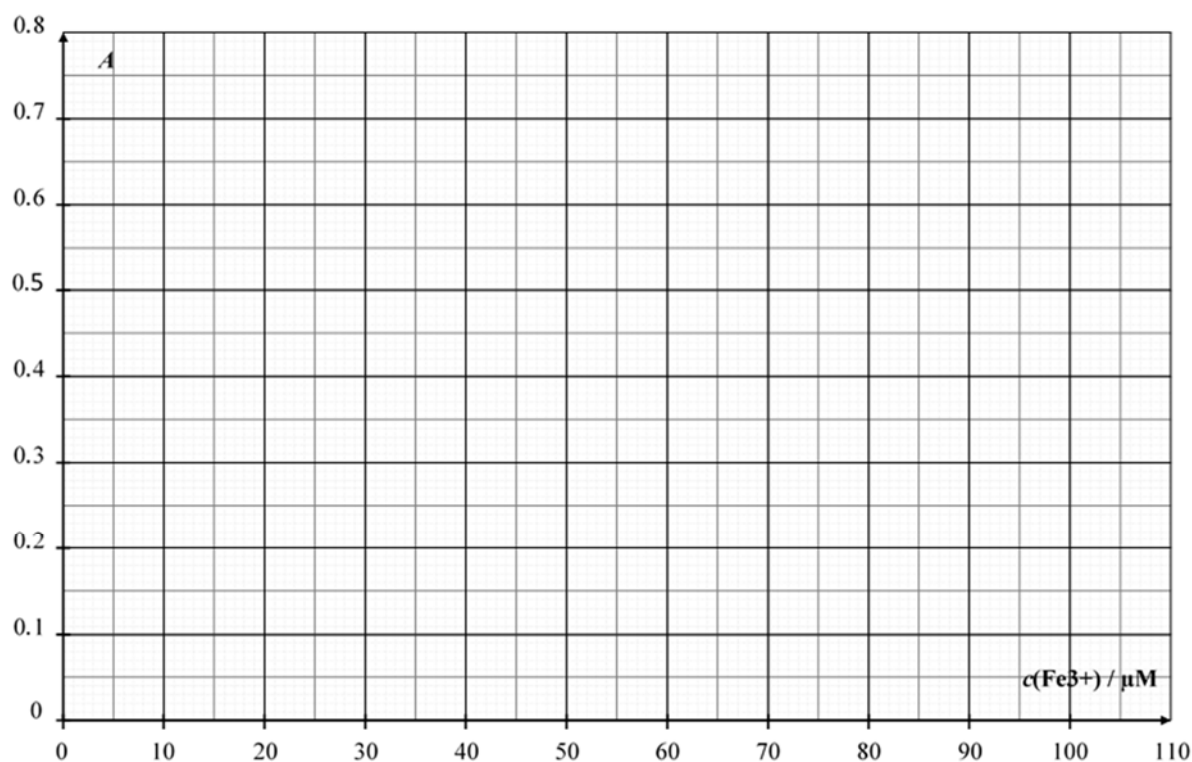
5. 앞에서 설명한 색도계 사용법을 참고하여 측정을 준비하라 (18 페이지 참조). 색도계 파장을 470 nm 로 설정하라. 바탕값으로 증류수를 사용하라.

6. 이 파장에서 각 시험관(1 ~ 6)의 흡광도를 기록하라. 아래 표에 측정 결과를 기록하라. 색도계를 반납하기 위해 HELP 카드를 들어올려라.

시험관 번호	1	2	3	4	5	6
470 nm 에서의 흡광도						
시험관 속 Fe^{3+} 의 농도 $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
색도계 번호(code)						

질문들

1. 시험관 1 에서 4 까지의 흡광도 A 를 Fe^{3+} 농도의 함수로 아래 그래프에 표시하라.



• 검정 곡선으로 사용할 데이터들을 아래 표에 체크하라.

시험관 번호	1	2	3	4
검정 곡선으로 사용하는 흡광도				

2. 이전에 작성한 그래프와 선택한 데이터를 사용하여 검정 곡선을 위 그래프에 그리고, 시험관 5 속의 Fe^{3+} 분석 농도를 $\mu\text{mol L}^{-1}$ 단위로 결정하라.

$c(\text{Fe}^{3+})_{\text{시험관 5}} = \underline{\hspace{2cm}} \mu\text{mol L}^{-1}$

만약 $c(Fe^{3+})$ 를 계산하지 못했으면, 이후 나머지 문제에서는 $c(Fe^{3+}) = 50 \mu mol L^{-1}$ 로 가정하고 계산하라.

3. 측정한 화이트 와인 내의 철의 질량 농도(리터 당 mg)를 계산하라.

$$c_m(\text{철}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{mg L}^{-1}$$

II. 착화합물의 화학량론 결정

이 실험에서는 0.00200 M 철(III) 용액과 0.00200 M 싸이오시아산 포타슘 용액이 필요하다.

실험 과정

앞선 문제 I 에서, 와인 시료의 철 농도를 결정하기 위해 철(III)-싸이오시아(iron thiocyanate) 착화합물의 색을 사용하였다. 문제 II 에서는 $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ 착화합물(물 분자의 배위는 나타내지 않음)의 화학량론을 결정하고자 한다. 이때, a 와 b 는 3 보다 작은 정수이다.

문제 II 에서 다음 수용액을 조교로부터 제공 받는다.

- 0.00200 M 철(III) 용액(이미 산성화되어 있음) (80 mL)
- 0.00200 M 싸이오시아산 포타슘 용액 (80 mL)

또한 시험관(세척하고 건조하여 사용하는 마개가 있는), 눈금 피펫, 색도계용 큐벳, 색도계(조교에게 요청시) 및 기타 필요한 실험용 도구가 벤치에 비치되어 있다.

1. 색도계 측정으로 착화합물의 화학량론을 잘 결정할 수 있도록, 아래 표의 처음 가로 3줄의 값들을 **계획하여 채워라**. *시험관들을 모두 사용해 실험을 계획할 필요는 없다*. 이때 다음 공식으로 계획에 사용한 시험관들 속의 철(III)의 몰 분율(Molar fraction)을 **계산한다**.

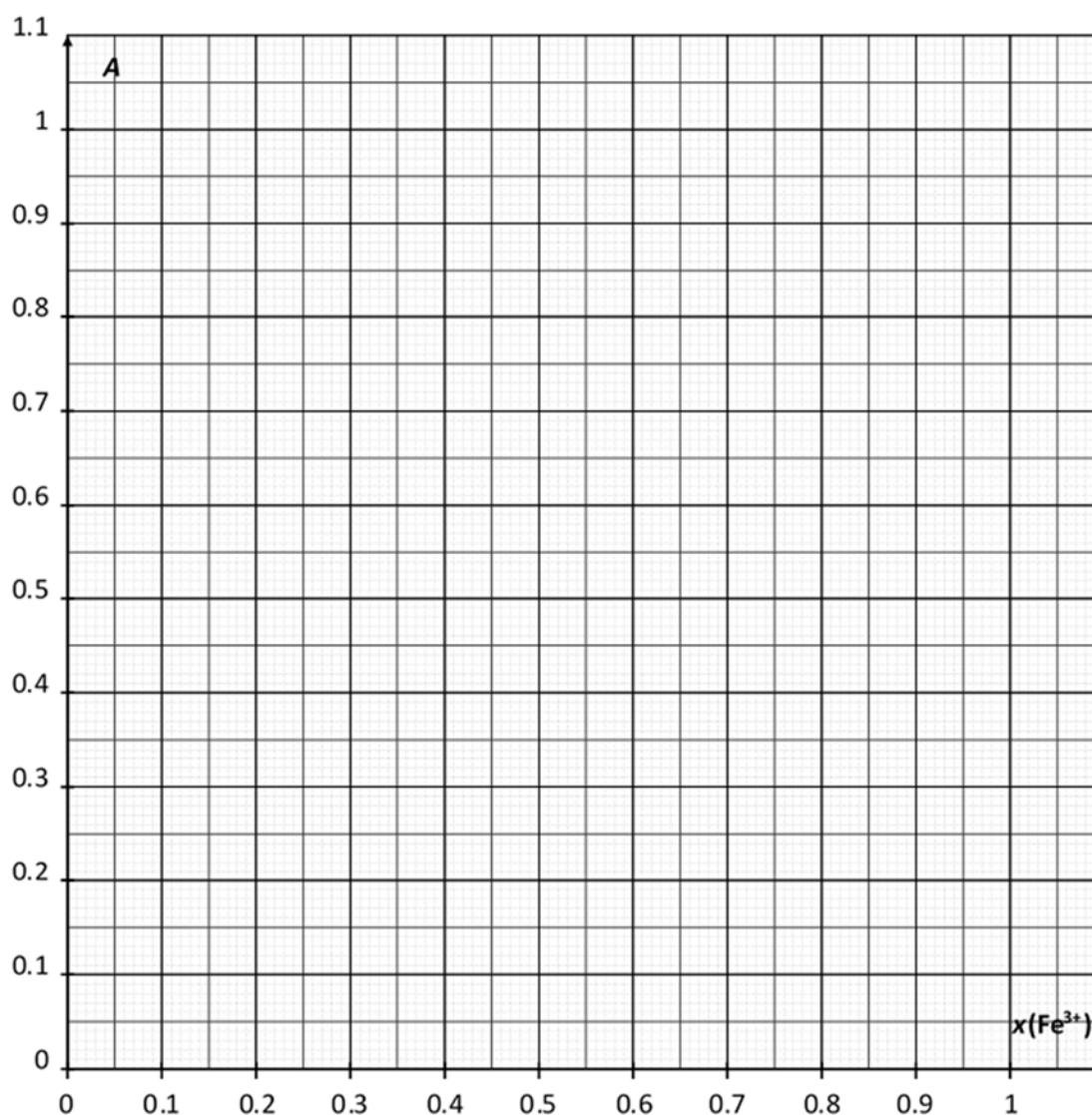
$$x(\text{Fe}^{3+}) = \frac{V_{\text{Fe(III)}}}{V_{\text{Fe(III)}} + V_{\text{SCN}^-}}$$

시험관 번호	7	8	9	10	11	12	13	14	15
0.00200 M 철(III) 용액의 부피 $V_{\text{Fe(III)}} / \text{mL}$									
0.00200 M 싸이오시아산 포타슘 용액의 부피 $V_{\text{SCN}^-} / \text{mL}$									
철(III)의 몰 분율 $x(\text{Fe}^{3+})$									
470 nm 에서의 흡광도									
색도계 번호(code)									

2. 계획한 위의 표에 맞추어 시험관을 준비하라. 모든 시험관이 준비되면 실험 조교에게 색도계 사용 허가를 받기 위해 HELP 카드를 들어올려라.
3. 앞에서 설명한 색도계 사용법을 참고하여 측정을 준비하라 (18 페이지 참조). 색도계 파장을 470 nm 로 설정하라. 바탕값으로 증류수를 사용하라.
4. 이 파장에서 각 시험관의 흡광도를 기록하라. 앞 표에 측정 결과를 기록하라.

질문들

5. 철(III)의 몰 분율(x)의 함수로 시험관의 흡광도 A 를 아래 그래프에 표시하라.



6. 얻어진 실험 결과에 따라 착화합물 $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ 의 화학량론을 결정하라.

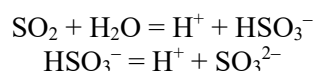
$a =$ _____

$b =$ _____

문제	문제	적정 I	적정 II	적정 III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	총점
P3	배점	10	10	8	4	4	2	2	2	42
전체의 13%	점수									

문제 P3. 와인의 보관

이산화황(SO_2)은 와인의 방부제로 사용된다. SO_2 가 와인에 첨가되면 물과 반응하여 수소아황산 이온(HSO_3^-)과 수소이온 H^+ 가 생성된다. 수소아황산 이온은 두 번째 수소이온을 방출하여 아황산 이온(SO_3^{2-})으로 변화될 수 있다.



이산화황이 물에 녹아 형성되는 이런 세가지 형태의 화학종들은 아세트알데히드(acetaldehyde), 염료(pigments), 당(sugar)등과 반응하여 생성물 P를 형성할 수 있다. 이산화황의 전체농도는 “유리된” 형태(free forms, SO_2 , HSO_3^- , SO_3^{2-})들과 P의 농도의 합이다.

아황산들과 이산화황은 몇몇 사람들에게겐 해로울 수 있어, 방부제의 농도에 대한 규제가 있다. EU에서는 총 이산화황양(the maximum total sulfur dioxide content)의 최대 허용치는 레드 와인은 100 mg L^{-1} , 로제 와인과 화이트 와인은 150 mg L^{-1} 이다.

이번 실험에서는 간접아이오딘화 적정(iodometric titration)을 이용하여 주어진 화이트 와인 시료의 총 이산화황 농도(total sulfur dioxide concentration)를 측정한다.

실험 과정

I. 싸이오황산 소듐(sodium thiosulfate) 용액의 표준화

1. 순수한 아이오딘산화 포타슘(potassium iodate, KIO_3) 약 100 mg 이 여러분에게 주어진다. 정확한 질량은 바이알의 라벨(label)에 쓰여져 있다. 뒷장의 표(table)에 정확한 질량을 쓰시오.

2. 100 mL 부피 플라스크에 고체 아이오딘산화 포타슘을 완전히 옮기고 증류수를 이용하여 아이오딘산화 포타슘 용액 100 mL를 제조하라. 이 용액을 이후에는 S라고 부르자.

3. 100 mL 삼각 플라스크에 아래 시약들을 첨가하라.

- 부피 피펫을 이용하여 용액 S 20 mL를 첨가
- 5 mL 눈금 실린더(graduated cylinder)로 5 mL의 아이오딘화 포타슘 용액(potassium iodide solution, 0.5 M)을 첨가
- 10 mL 눈금 실린더로 10 mL의 황산 용액(sulfuric acid, 2.5 M)을 첨가.

4. 삼각 플라스크를 흔들어준 후 파라필름으로 덮어라. 그 후 최소한 5 분간 안전한 곳에 가만히 놓아 두시오.

5. 비커를 이용하여 주어진 싸이오황산 소듐 용액을 뷰렛에 채우시오. 계속 흔들면서 삼각 플라스크의 시료를 적정하라. 용액이 옅은 노란색(pale yellow)으로 변하면, 녹말(starch)용액 10 방울을 첨가한 후, 용액이 무색(colorless)이 될 때까지 계속 적정하라(keep titrating). 적정 부피 V_1 을 기록하라.

6. 꼭 필요하다고 생각되면 과정 3-5를 반복하라.

아이오딘산화 포타슘의 질량 (라벨에 쓰여진 값)	
분석 회차 n°	V_1 / mL
1	
2	
3	
채택한 실험값 V_1 / mL	

II. 아이오딘(iodine) 용액의 표준화

- 부피 피펫으로 아이오딘 용액(I_2 로 표기되어 있음) 25 mL 를 100 mL 삼각 플라스크에 옮기시오.
- 싸이오황산 소듐 용액으로 삼각 플라스크의 시료조성을 적정하라. 용액이 옅은 노란색(pale yellow)로 변하면, 녹말(starch)용액 10 방울을 첨가한 후, 용액이 무색(colorless)이 될 때까지 계속 적정하라(keep titrating). 적정 부피 V_2 을 기록하라.
- 꼭 필요하다고 생각되면 과정 1-2 를 반복하라.

분석 회차 n°	V_2 / mL
1	
2	
3	
채택한 실험값 V_2 / mL	

III. 총 이산화황의 측정

1. 부피 피펫으로 와인 50 mL 를 250 mL 삼각 플라스크로 옮기시오.
2. 25 mL 눈금 실린더로 수산화 소듐(sodium hydroxide solution, 1 M) 12 mL 를 첨가하라. 삼각 플라스크를 파라필름으로 덮고, 내용물을 흔들어 준 후 최소한 20 분간 가만히 놓아 두시오.
3. 황산 용액 (2.5 M) 5 mL 를 첨가하고, 일회용 눈금 플라스틱 피펫으로 녹말(starch)용액 약 2 mL 를 첨가하라.
4. 아이오딘 용액으로 채운 뷰렛으로 삼각플라스크의 시료 조성을 어두운 색(dark color)이 관찰된 후 적어도 15 초 이상 지속될 때까지 적정하라. 적정 부피 V_3 를 기록하라.
5. 필요하다고 생각되면 과정 1-4 를 반복하라.

분석 회차 n°	V_3 / mL
1	
2	
3	
채택한 실험값 V_3 / mL	

질문들

1. 싸이오황산 소듐 용액의 표준화에서 일어나는 모든 균형잡힌 화학반응식들을 적으시오.

2. 싸이오황산 소듐 용액의 몰농도를 계산하라. 아이오딘산화 포타슘의 물질량 $M(\text{KIO}_3) = 214.0 \text{ g mol}^{-1}$ 이다.

$c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol L}^{-1}$

$c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$ 를 계산하지 못한 경우, 이후의 문제에서는 $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0.0500 \text{ mol L}^{-1}$ 로 가정하고 풀여라.

3. 아이오딘 용액의 몰농도를 계산하라.

$$c(I_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol L}^{-1}$$

$c(I_2)$ 를 계산하지 못한 경우, 이후의 문제에서는 $c(I_2) = 0.00700 \text{ mol L}^{-1}$ 로 가정하고 풀어라.

4. 이산화황이 산화하여 황산 이온(SO_4^{2-})이 형성된다고 가정하고, 아이오딘(I_2)과 이산화황(SO_2)사이의 반응식을 적으시오.

5. 와인의 총 이산화황 농도를 질량 농도인 L 당 mg 단위로 계산하라. 이산화황의 물질량은 $M(\text{SO}_2) = 64.1 \text{ g mol}^{-1}$ 이다.

$$c_m(\text{SO}_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg L}^{-1}$$

감점(PENALTIES)

Incident #(사건번호)	Student signature 학생 서명	Lab supervisor signature 실험실 책임자 서명
1 (no penalty)		
2		
3		
4		
5		