

산화-환원 적정 : 과망간산법

1. 실험목적

과망간산 포타슘과 과산화수소의 산화-환원 반응을 이용해서 과산화수소의 농도를 결정한다.

핵심개념 : 산화-환원 반응, 산화제, 환원제, 적정

관련개념 : 표준물질, 표준화, 지시약

2. 실험 이론

□ 산화-환원 반응

① 산화: 전자를 잃는(산화수가 증가하는)반응

환원: 전자를 얻는(산화수가 감소하는)반응



- 산화수

중성의 원자에서 전자를 얻거나 잃어서 생성되는 전하
공유결합에서는 전기음성도가 큰 것이 전자를 얻었다고 가정



- 산화수

- 원소의 산화수는 0(O_2 , H_2 , S, Fe)
- 산소는 보통 -2(과산화물은 -1)
- 수소는 보통 +1(금속의 수소화물은 -1)
- 단원자 이온은 이온의 전하(Na^+ , Cu^{2+})
- 다원자이온은 산화수의 합이 이온의 전하(SO_4^{2-})
- 알칼리 금속{+1} 알칼리토금속{+2} 화합물

□ 산화-환원 반응

② 산화-환원 반응에서 어떤 원자가 전자를 잃으면 잃은 전자수 만큼 원자의 산화수가 증가되고 반면에 전자를 얻으면 원자는 얻은 전자수 만큼 산화수가 감소된다.



□ 산화-환원 반응

③ 전자를 잃고 얻는 것이 동시에 일어나므로 산화 환원 반응은 반드시 동시에 일어난다.

산화-환원반응에서 잃은 전자수와 얻은 전자수는 항상 같아야 한다.



□ 산화제

- 자신이 쉽게 환원되면서 다른 물질은 산화시키는 성질이 강한 물질. 강한 산화제는 산화력 또는 산화성이 크다는 표현을 쓴다. (KMnO_4 , Fe^{3+} , O_2 , F_2)
- 하나 또는 그 이상의 전자를 얻는다.
- 자신은 환원된다.
- 원소의 산화수가 감소한다.



□ 환원제

- 환원제는 자신은 산화되고 다른 물질을 환원시키는 물질이다.
다른 물질을 환원시키기 위해서는 자신의 산화수가 낮아야한다. (I^- , Na, Mg, H_2 , C, CO)
- 하나 또는 그 이상의 전자를 잃는다.
- 자신은 산화된다.
- 원소의 산화수가 증가한다



산화-환원반응의 예

- $C(s) + O_2 \rightarrow CO_2 (g)$
- 석탄의 연소반응
- $2Fe^{3+} + Cu \rightarrow 2Fe^{2+} + Cu^{2+}$
- 구리의 에칭
- $2Na + Cl_2 \rightarrow 2NaCl$
- 소듐과 염소가 염화소듐을 생성
- $2Al(s) + Fe_2 O_3 (S) \rightarrow Al_2 O_3 (s) + 2Fe(l)$
- 테르밋 반응으로 용융된 철이 생성

□ 과망간산 포타슘에 의한 산화

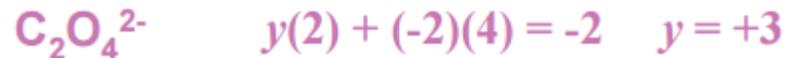
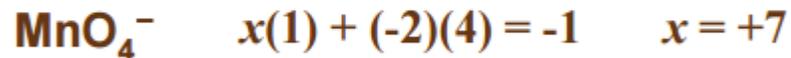
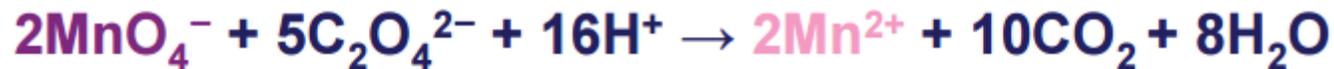
- 적정에 많이 사용되는 산화제로는 과망간산 포타슘이 있는데

이것은 순수한 상태로 얻기가 어렵고 대부분의 경우에

소량의 이산화망간이 들어있어서 옥살산나트륨과 같은

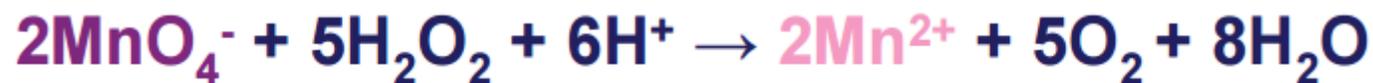
일차 표준 물질로 표준화하여야 한다.

옥살산나트륨은 과망간산 포타슘과 다음과 같이 반응한다.



□ 과망간산 포타슘에 의한 산화

- 산성용액에서 과산화수소와 과망간산 포타슘을 반응시키면 다음과 같은 산화-환원 반응이 일어난다.



- 산화-환원 적정의 지시약

- 산화-환원 적정에 사용하는 산화-환원지시약은 자체가 산화되거나 환원되어 색깔의 변화를 일으키는 물질이다.

- 과망간산 적정

- 과망간산 이온 용액의 짙은 보라색이 무색으로 변화되므로 별도의 지시약을 필요로 하지 않는다.
- 이것은 과망간산염이 산화-환원 적정에 많이 이용되는 이유중의 하나이다.

- 표준화

- 적정에 사용되는 적가액의 정확한 농도를 구하는 작업

- 1 차 표준물질

- 순수하고(99.9% 이상) 적정의 요구조건을 갖추고 있어 적가액의 표준화에 사용되는 물질
- 건조과정에서 안정하여야 하며 가능하면 화학식량이 크면 좋다.

3 실험 기구 및 시약

□ 실험기구

- 100ml 비커
- 유리막대
- 100ml 부피플라스크
- 10ml, 50ml 눈금실리더
- 3ml 스포이드
- 온도계
- 250ml 삼각플라스크
- 50ml 뷰렛, 뷰렛 클램프
- P·S 클램프
- 전열기

□ 시약

- 건조한 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$
- KMnO_4
- 1:1 H_2SO_4
- 3% H_2O_2

4. 실험방법

A. 과망간산 포타슘 용액의 표준화

① 순수한 옥살산나트륨 0.70g을 정확히 재어 100ml

부피플라스크에 넣고 증류수로 완전히 녹인 후 증류수를
눈금까지 채워 표준용액을 만든다.

② 표준용액 5.00ml를 정확히 취해 100ml 삼각플라스크에 넣고

증류수 30.0ml와 1:1 H₂SO₄ 2.50ml를 넣는다.

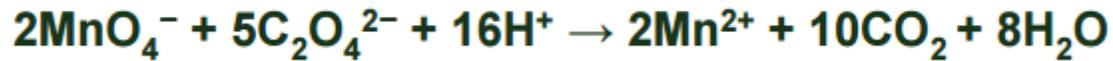
A. 과망간산 포타슘 용액의 표준화

③ 70-80°C 물중탕 그릇에 삼각플라스크를 넣고 마그네 틱 바로

교반하면서 과망간산 포타슘 표준 용액이 담긴 뷰렛을 이용해서 용액이 옅은 분홍색이 될 때까지 적정한다.

④ 두 번 더 반복하여 과망간산 포타슘 용액의 정확한

농도를 결정한다.



- W g의 sodium oxalate을 녹여 100.0 mL수용액으로 녹였을 때

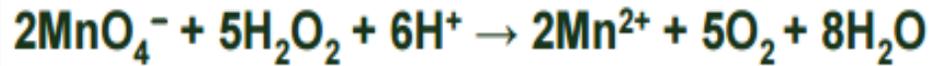
$$M_{\text{ox}} = \frac{W}{134 \times 0.100} \qquad M = \frac{n}{V}$$

- 10.0 ml의 sodium oxalate 용액을 KMnO_4 용액으로 적정했을 때 V_1 mL가 소모 되었다면 KMnO_4 의 몰농도는

$$M_1 = \frac{2}{5} \frac{10.00 M_{\text{ox}}}{V_1}$$

B. 과산화수소 용액의 정량

- ① 3% 과산화수소 수용액 10.00mℓ를 정확하게 측정하여 100mℓ 부피플라스크에 넣고 증류수를 눈금까지 채운다.
- ② 이 용액 2.50mℓ를 취해 100mℓ 삼각플라스크에 넣고 증류수 50.0mℓ와 1 :1 H₂SO₄ 5.00mℓ를 넣는다.
- ③ 뷰렛에 0.02M 과망간산 포타슘 표준용액을 넣고, 상온에서 삼각플라스크를 잘 흔들어주면서 옅은 분홍색이 될 때 까지 적정한다.



- 묽힌 과산화수소 용액 5.00ml를 적정하는데 KMnO_4 V_1 mL가 소모되었다면 과산화수소의 몰농도(M_2)는

$$M_2 = \frac{5}{2} \frac{M_1 V_1}{5.00}$$

- 10배로 묽히기 전의 과산화수소 용액의 %농도 X 는

$$X = 10\text{배} \times M_{\text{H}_2\text{O}_2} \times \frac{34.14\text{g}}{\text{mol}} \times \frac{1\text{ml}}{1.01\text{g}} \times \frac{1\text{L}}{1000\text{mL}} \times 100 = x\%$$

$$X = \frac{34.14M_2}{d}$$

5 주의 및 참고사항

- 물중탕의 온도는 70- 80°C를 유지 한다.
- 보안경을 반드시 착용하고 실험 한다
특히 황산용액을 다룰 시에는 조심한다
- 가열기 사용시, 화상에 주의 한다.
- 실험 후, 뷰렛은 물과 증류수로 여러 번 행군다.