

실험명	Ion exchange separation of ionic complex
목적	이온 교환수지를 이용해 하전의 크기가 다른 ionic complex mixture를 분리해낸다
시약	Resin-Dowex 50W-X8(미세한 황색결정), Chromium(III) chloride hexahydrate($\text{CrCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$), 60% Perchloric acid(HClO_4), conc. HCl
용액 만들기	1. HClO_4 용액(전개용매) - 60% HClO_4 사용 $M = \frac{10 \times 1.664 \times 60}{100.46} = 9.94 (M)$ * 모든 플라스크에는 제조할 용액의 <u>이름표</u>를 먼저 붙인 후 용액 제조를 시작한다. ① 0.1 M HClO_4 250 mL $0.1 \times 250 \text{ mL} = x \times 9.94 \quad \therefore x = 2.52 \text{ mL}$ → 250 mL MF에 증류수를 소량 넣은 후 60% HClO_4 2.52 mL를 넣고 눈금선까지 증류수로 채운다. ② 1.0 M HClO_4 250 mL $1.0 \times 250 \text{ mL} = x \times 9.94 \quad \therefore x = 25.2 \text{ mL}$ → 250 mL MF에 증류수를 소량 넣은 후 60% HClO_4 25.2 mL를 넣고 눈금선까지 증류수로 채운다. ③ 3.0 M HClO_4 250 mL $3.0 \times 250 \text{ mL} = x \times 9.94 \quad \therefore x = 75.5 \text{ mL}$ → 250 mL MF에 증류수를 소량 넣은 후 60% HClO_4 75.5 mL를 넣고 눈금선까지 증류수로 채운다. ④ 5.0 M HClO_4 100 mL $5.0 \times 100 \text{ mL} = x \times 9.94 \quad \therefore x = 50.3 \text{ mL}$ → 100 mL MF에 증류수를 소량 넣은 후 60% HClO_4 50.3 mL를 넣고 눈금선까지 증류수로 채운다. 2. $\text{CrCl}_x(\text{OH}_2)_y^{n+}$ 용액 * 각 용액이 만들어지면 바로 전개시킨다. ① $\text{CrCl}_2 \cdot (\text{OH}_2)_4^+$ 용액 → 50 mL 삼각플라스크에 (60% HClO_4 1 방울 + H_2O 25 mL) + $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 2.33 g을 완전히 녹인다. ② $\text{CrCl}(\text{OH}_2)_5^{2+}$ 용액 → 50 mL 삼각플라스크에 ①용액 10mL 취하고 약 80 °C(boiling hot water bath)에서 2 min 동안 물증탕 후 꺼내어 H_2O 10 mL를 첨가한다. ③ $\text{Cr}(\text{OH}_2)_6^{3+}$ 용액 → 50 mL 삼각플라스크에 (②용액 10mL + H_2O 13 mL) 넣고 약 80 °C에서 10 min 동안 물증탕한다. ④ 혼합용액 → 50 mL 삼각플라스크에 ①, ②, ③ 용액을 2 mL 씩 취하여 혼합한다.

I. Column준비하기

- 1) Column으로 사용할 뷰렛 4개를 깨끗이 씻어 준비한다.
→ 뷰렛 cock 부분에서 세지 않는지 확인해 본다.
- 2) Resin으로 사용할 Dowex 50W-X8을 비이커에 적당량 들어서 H₂O를 넣어 혼합한다.
- 3) Cock가 닫힌 뷰렛에 2)을 적당히 채운다.
→ ●주의: 채워지는 Resin위로 항상 H₂O가 덮여 있어야 한다. Resin아래로 H₂O(전개용액)가 내려가면 Column이 깨어지고 기포가 들어갈 수 있다.
- 4) Cock를 열고 H₂O가 빠져나가면서 Resin이 채워지게 한다.
→ H₂O는 항상 부어주기.
- 5) 1번 column은 0.1 M HClO₄, 2번 column은 1.0 M HClO₄, 3번 column은 3.0 M HClO₄, 4번 column은 0.1 M HClO₄로 column을 전개용매로 1회 전개한다.
※ 참고 : Column이 너무 길면 오랜 시간이 걸리고 시료가 내려오면서 넓게 퍼져 짙은 농도를 얻어내기가 힘들다.
그래서 Column은 한 12~15 cm정도가 적당.

II. Column으로 전개시켜 분리

1. Column안에 있던 용매를 Resin위로 1.0 cm정도만 남겨놓고 빠져나가게 한다.
2. 준비된 각 Column에 CrCl₂(OH₂)₄⁺, CrCl(OH₂)₅²⁺, Cr(OH₂)₆³⁺을 5 mL 씩 취하여 넣는다.
혼합용액도 5 mL 취해서 4번째 column에 넣는다.
→ ●주의: 시료를 넣고 시료가 어느 정도 전개 되면 전개용매를 넣는다. 만약 시료를 넣고 바로 전개용매를 부르면 시료가 묻어지고 또 전개되는데 긴 시간이 걸린다.
3. 전개용매를 가하면서 전개시키면서 전개되는 용액을 시험관에 받아낸다.
CrCl₂(OH₂)₄⁺ : 연녹색, 0.1 M HClO₄ 용액
CrCl(OH₂)₅²⁺ : 녹색, 1.0 M HClO₄ 용액
Cr(OH₂)₆³⁺ : 보라색, 3.0 M HClO₄ 용액
→ 혼합용액의 경우에는 CrCl₂(OH₂)₄⁺를 먼저 전개 시켜야 하므로 0.1 M HClO₄용액으로 전개시킨다. CrCl₂(OH₂)₄⁺가 모두 빠져나왔다고 여겨지면 1.0 M HClO₄용액으로 전개시켜 CrCl(OH₂)₅²⁺를 받는다. 마지막으로 Column상단부분에 보라색 띠를 띄고 있는 Cr(OH₂)₆³⁺를 3 M or 5 M HClO₄로 전개시켜 분리해낸다.
4. 분리해 낸 sample이 담겨있는 시험관들 중에서 가장 짙은 색을 지닌 용액을 삼각플라스크에 각각 모은다.

IV. Column의 Resin 재생시키기

1. 진한 HCl : H₂O = 3 : 7 비율로 200 mL 묻힌다.
2. Column을 세척한다.
3. H₂O로 다시 세척해 준다.
4. Column이 깨어지지 않게 Resin위로 H₂O를 어느 정도 채운다.

V. UV Spectrophotometer로 흡광도 측정 (300~700nm)

- UV는 사용 전 사용법 먼저 확인. USB를 미리 준비한다.