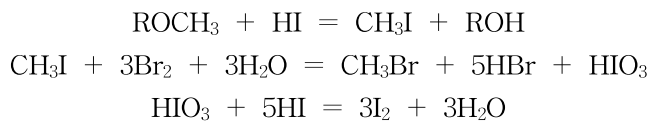


5. 메톡실기정량법

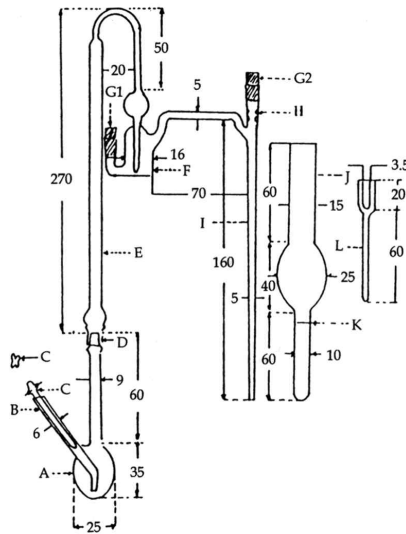
메톡실기정량법은 검체에 요오드수소산을 넣어 가열하여 생기는 요오드메칠을 브롬으로 산화하여 요오드산으로 하고 여기에 요오드칼륨 및 묽은황산을 넣어 생긴 요오드를 치오황산나트륨용액으로 적정하여 메톡실기를 정량하는 방법이다.



가. 장 치

다음 그림과 같다(단위 : mm).

- A : 분해플라스크
- B : 가스도입관
- C : 갈아 맞춘 연결부
- D : 공냉부
- E : 가스 세정부
- F : 유리마개
- G : 둥근면 갈아맞춘 연결부
- H : 가스도관
- J : 흡수관
- K : 가스배기관



나. 세정액 및 흡수액의 조제

- 1) 세정액 : 적인 1g을 물 100mL에 현탁시킨다.
- 2) 흡수액 : 초산칼륨 15g을 빙초산·무수초산의 혼액(9 : 1) 150mL에 녹이고 그 145mL를 취하여 브롬 5mL를 넣는다. 사용 시 조제한다.

다. 조 작 법

가스세정부 E에 세정액을 약 1/2 높이까지 넣고 또 흡수관 J에 흡수액 약 20mL를 넣는다. 메톡실기(CH₃O : 31.03)로서 약 6.5mg에 대응하는 검체를 정밀하게 달아 분해플라스크 A에 넣은 다음 비등석과 요오드수소산 약 6mL를 넣는다. A의 갈아 맞춘 연결부 C를 요오드수소산 1방울로 적시고 공냉부 D에 연결하고 다시 등근면의 갈아 맞춘 연결부 G를 적당한 실리콘수지를 묻혀 연결하여 장치를 조립한다.

가스도입관 B로부터 질소 또는 이산화탄소를 통하고 적당한 조절기를 써서 E중에 나오는 기포가 1초에 2개정도 되도록 조절한다.

A를 유욕(油浴)에 담그고 욕의 온도가 20~30분 후에 150℃가 되도록 가열하고 다시 같은 온도로 60분간 끓인다.

유욕을 치우고 가스를 통하면서 방냉하여 식힌 다음 G를 떼고 J의 내용물을 초산나트륨용액(1→5) 10mL를 넣은 500mL의 마개달린 삼각플라스크에 흘려 넣고 물로 수 회 씻어 넣은 다음 다시 물을 넣어서 약 200mL로 한다. 흔들어 섞으면서 브롬의 적색이 없어질 때까지 개미산을 적가한 다음 다시 1mL를 넣는다. 다음 요오드칼륨 3g 및 묽은황산 15mL를 넣어 마개를 하고 가볍게 흔들어 섞어 5분간 방치한 다음 유리한 요오드를 0.1N 치오황산나트륨용액으로 적정한다(지시약 : 전분시액 1mL). 따로 같은 방법으로 공시험을 하여 보정한다.

$$0.1N \text{ 치오황산나트륨용액 } 1mL = 0.5172mg \text{ CH}_3\text{O}$$