

식품분석 및 실험

Food Analysis and Experiment

🧪 제3장. 표준용액의 조제 및 표정
Preparation of Standard Solution & Titration

👤 김 훈 교수

🏫 안양대학교 식품영양학과

📅 2025. 03. 25



SOLUTION



TITRATION



FACTOR

🎓 ANYANG UNIV.

“

"정량분석의 생명은 정확한 표준용액의 조제와 표정에 있습니다."

이번 장에서는 농도의 개념을 확립하고, 1차 및 2차 표준용액을 직접 조제 및 적정(Titration)하여 정확한 농도를 결정하는 핵심 역량을 기릅니다.

 이론적 배경 (Theoretical Background)



1. 몰농도(M) vs 노르말농도(N)
농도의 개념 차이와 변환 공식 이해



2. 표준용액의 정의 및 분류
1차 및 2차 표준용액의 기준과 특징



3. 적정(Titration) 원리
당량점과 종말점의 차이 구별



4. 적정의 종류
산-염기, 산화-환원 등 적정법 파악

 실험 실습 (Lab Practice)



5. 0.1 N 표준용액 조제
NaOH 및 HCl 표준용액의 정확한 제조



6. 표정 (Standardization)
1차 표준물질을 이용한 농도 결정



7. 역가(Factor) 계산 및 QC
적정 데이터를 활용한 정확한 농도 계수(F) 산출



KNOWLEDGE

농도 및 적정 이론 확립



SKILL

표준용액 조제 및 표정



ATTITUDE

정확한 데이터 산출

농도 복습: 몰농도 vs 노르말농도

농도 계산의 기초

Concentration Calculation Basics

왜 두 가지 농도를 쓰나?

몰농도(M)는 화학량론적 계산에, 노르말농도(N)는 적정(Titration)과 같이 반응 당량이 중요한 실험에 주로 사용됩니다. 실험 목적에 따라 적절한 농도 단위를 선택해야 합니다.

농도 변환 공식

$$N = M \times n$$

(n = 당량수, 가수, valence)

농도 단위 비교

몰농도와 노르말농도의 정의와 특징을 비교합니다.

몰농도

MOLARITY (M)

mol / L

용액 1 L에 함유되어 있는 용질의 g 분자량(mole).

가장 일반적으로 사용되는 농도 단위이며, 온도에 따라 부피가 변하면 농도가 변할 수 있음.

계산식

1 M = 용질 1 mol / 용액 1 L

0.1 M HCl (염산)

0.5 M NaCl (소금물)

노르말농도

NORMALITY (N)

eq / L

용액 1 L에 함유되어 있는 용질의 g 당량(equivalent) 산-염기 중화 적정이나 산화-환원 반응에서 반응하는 입자의 수를 기준으로 함.

계산식

1 N = 용질 1 eq / 용액 1 L

0.1 N NaOH (수산화나트륨)

0.1 N H₂SO₄ (황산)

변환 예시:

0.1 M
HCl

→ n=1 →

0.1 N
HCl

0.1 M
H₂SO₄
4

→ n=2 →

0.2 N
H₂SO₄
4

“

"표준용액이란 농도가 신뢰 가능하게 확정된 용액으로, 미지 시료의 농도를 결정하는 기준입니다."

모든 정량 분석(적정)의 시작점이며, 분석 결과의 정확도는 표준용액 농도의 정확성에 전적으로 의존합니다.

! 표준용액의 필요성 (Necessity)



1. 결과의 비교 가능성
서로 다른 실험실 간 데이터 비교 기준



2. 추적성 (Traceability)
국제 표준과의 연결을 통한 신뢰성 확보

🧰 표준용액의 구성요소 (Components)



3. 시료채취 및 전처리
대표성 있는 시료 확보와 불순물 제거



4. 시약 및 기구
고순도 시약과 A급 부피 측정 기구 사용



5. 절차 및 계산식
표준화된 실험 절차와 검증된 계산법



6. 품질관리 (QC)
공시료(Blank), 회수율, 표준화 검증



ACCURACY

정확한 농도 결정



CONSISTENCY

일관된 분석 결과



RELIABILITY

데이터 신뢰성 보증

1차 표준용액 vs 2차 표준용액

1차 표준용액

PRIMARY STANDARD SOLUTION



고순도(99.9% 이상), 안정적이며 조성을 정확히 아는 1차 표준물질을 직접 용해하여 조제한 용액

- ✓ 절대농도가 매우 정확하며 신뢰성이 높음
- ✓ 다른 용액(2차)의 농도를 결정하는 기준(Reference)이 됨
- ! 사용 가능한 물질의 종류가 제한적임 (조건 까다로움)
- ! 대부분 가격이 비싸고 보관에 주의가 필요함

대표적인 1차 표준물질

옥살산 ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

KHP (프탈산수소칼륨)

 Na_2CO_3 (무수 탄산나트륨)

NaCl (염화나트륨)



표정



2차 표준용액

SECONDARY STANDARD SOLUTION



순도가 낮거나 불안정하여 1차 표준용액으로 적정(표정)하여 농도를 간접적으로 결정한 용액

- ✓ 다양한 화학반응에 적용 가능한 물질 선택 가능
- ✓ 실제 실험 현장에서 가장 많이 사용되는 적정 용액
- ! 반드시 표정(Standardization) 과정을 거쳐야 함
- ! 시간 경과에 따라 농도가 변할 수 있어 주기적 재표정 필요

대표적인 2차 표준용액

NaOH (수산화나트륨)

HCl (염산)

 KMnO_4 (과망간산칼륨) I_2 (요오드) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

2차 표준물질의 종류와 특징

Examples of Secondary Standards

"2차 표준물질은 보관 중 농도가 변하기 쉬우므로, 사용 전 반드시 1차 표준물질로 표정(Standardization)하여 정확한 농도를 결정해야 합니다."



수산화나트륨 NaOH

특징: 조해성(수분 흡수) 및 공기 중 CO_2 흡수 표정: 1차 표준물질인 옥살산(Oxalic acid) 또는 KHP 사용



염산 HCl

특징: 휘발성이 강하여 시간이 지남에 따라 농도 감소 표정: 탄산나트륨(Na_2CO_3) 표준용액으로 적정



과망간산칼륨 KMnO_4

특징: 빛과 유기물에 의해 쉽게 분해 (갈색병 보관 필수) 표정: 옥살산나트륨($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)으로 가열 표정



요오드 I_2

특징: 승화성(휘발)이 있고 물에 난용성 (KI와 혼합 용해) 표정: 티오황산나트륨($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 및 전분 지시약 사용



EDTA $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$

특징: 결정수 함량이 습도에 따라 변하기 쉬움 표정: 탄산칼슘(CaCO_3) 또는 아연(Zn) 표준용액 사용



적정(Titration)의 원리

“

"적정은 알려진 농도의 표준용액을 이용하여 미지 시료의 농도를 결정하는 정량분석의 핵심 기술입니다."

당량점(이론)과 종말점(실험)의 차이를 최소화하여 정확도를 높이는 것이 분석의 핵심 목표입니다.

기본 원리 (Core Concepts)



1. 적정의 개념

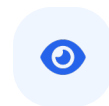
표준용액(Titrant)과 분석물질(Anyte) 간의 정량적 화학 반응



2. 당량점 vs 종말점

이론적 반응 완료점(당량점)과 실험적 관찰점(종말점)의 일치화

실행 및 관리 (Methodology)



3. 확인 방법

지시약(색 변화), 전위차법(pH), 분광광도법 등을 이용한 감지



4. 정밀도 향상 팁

사용 전 표준화(Standardization), 공시료 및 3회 반복 측정 필수



STOICHIOMETRY

화학량론적 반응 이해



TECHNIQUE

뷰렛의 정밀 조작



ACCURACY

오차 최소화 및 객관성

적정(Titration)의 종류



산-염기 적정

ACID-BASE TITRATION

- 원리: 중화 반응 ($H^+ + OH^- \rightarrow H_2O$)
산과 염기가 반응하여 물과 염을 생성하는 정량법
- 지시약 색 변화 (Indicator)
Phenolphthalein: 무색 → 분홍 pH 8.3~10
Methyl Orange: 적색 → 주황/황색 pH 3.1~4.4
- 응용
식품의 산도 측정, 조단백질 정량(Kjeldahl법)



산화-환원 적정

REDOX TITRATION

- 원리: 전자 이동 반응
산화제와 환원제 사이의 전자의 주고받음을 이용
- 대표 시약
 $KMnO_4$ (과망간산칼륨, 자체 지시약), I_2 (요오드)
- 응용
환원당 정량(Bertrand법), 유지의 요오드가 측정



침전 적정

PRECIPITATION TITRATION

- 원리: 난용성 침전 생성
분석 물질과 적정 시약이 반응하여 고체 침전 형성
- 대표 방법: 은 적정법 (Argentometry)
 $AgNO_3 + Cl^- \rightarrow AgCl \downarrow$ (백색 침전)
- 방법 분류
Mohr법 (직접 적정), Volhard법 (역적정)



착물 적정

COMPLEXOMETRIC TITRATION

- 원리: 착이온 생성 반응
금속 이온과 리간드가 반응하여 안정한 킬레이트 형성
- 대표 시약: EDTA
대부분의 금속 이온과 1:1로 강력하게 결합
- 지시약
EBT (Eriochrome Black T) - 금속 이온 검출



당량점 vs 종말점

 적정 오차 (Titration Error)

$$E = V_{\text{end}} - V_{\text{eq}}$$

이상적으로는 종말점과 당량점이 일치해야 하지만($E=0$), 실제 실험에서는 다양한 요인으로 인해 불가피한 차이가 발생합니다.

 차이를 최소화하는 것이 정밀 분석의 핵심입니다.



EQUIVALENCE POINT

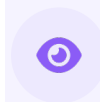
당량점 (이론)

반응물과 적정액이 화학양론적으로 정확히 반응하여 완결된 시점

이론적 계산값

육안으로 확인 불가능

pH 급변 구간의 중심



END POINT

종말점 (실험)

지시약의 색 변화 등 물리적 변화가 관찰되어 적정을 멈추는 시점

실험적 관측값

육안 또는 기기로 확인

지시약의 변색 범위 내

 오차 최소화 전략 (Minimizing Error)

공바탕 적정 (Blank Titration)

시료 없이 용매와 시약만으로 적정하여 바탕 값을 측정 후 보정



지시약의 적절한 선택

당량점의 pH가 지시약의 변색 범위 중앙에 오도록 선정



기기 분석 활용

pH 미터나 전위차 적정기를 사용하여 종말 점을 더 정확히 판별

0.1 N NaOH 조제 절차

01



계량

WEIGHING

NaOH 펠릿 약 4.0 g을
비커에 정확히 계량합니다.

⚠ 주의사항

조해성(흡습)이 강하므로 신속
하게 작업하세요.

02



용해

DISSOLVING

CO₂가 적은 소량의 증류수로 완
전히 녹입니다.

🔥 발열주의

강한 발열 반응이 일어나므로
충분히 방냉합니다.

03



정용

DILUTING

1 L 부피플라스크로 옮기고 표
선까지 채웁니다.

👁 메니스커스

눈높이를 맞춰 오차 없이 부피를
맞추세요.

04



보관

STORING

혼합 후 플라스틱(HDPE) 시약
병에 옮깁니다.

🚫 유리병 금지

강알칼리는 유리를 부식시켜
마개를 고착시킵니다.

05



라벨링

LABELING

시약명, 농도, 제조일자, 제조자
를 기재합니다.

ℹ 참고

아직 정확한 농도가 아니므로 '
표정 전'임.

옥살산으로 0.1 N NaOH 표정

01



정밀 계량

WEIGHING

옥살산($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
0.20~0.30g을 정밀 저울로 계
량합니다.



정밀도

0.1 mg 단위까지 정확히
읽어야 합니다.

02



용해

DISSOLVING

250 mL 삼각플라스크에 넣
고 증류수 약 50 mL로 완전
히 녹입니다.



확인

고체가 남지 않도록 충분히
흔들어 줍니다.

03



지시약 첨가

ADDING INDICATOR

페놀프탈레인(P.P) 지시약을
2~3방울 떨어뜨립니다.



색상

산성 상태이므로 무색이어야
합니다.

04



적정

TITRATION

0.1 N NaOH로 적정하며 연
한 분홍색이 30초간 지속되
면 멈춥니다.



종말점

너무 진한 분홍색은 과적정(
오차)입니다.

05



반복 및 계산

REPETITION

3회 반복 실험하여 소비된
NaOH 부피 평균으로 역가를 계
산합니다.

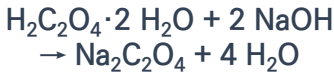


신뢰도

RSD가 0.2% 이내가 되도록
합니다.

역가(Factor) 계산법

중화 반응의 원리



옥살산은 2가산(Dibasic acid)이므로 NaOH 2몰과 반응

노르말농도 계산식

$$N = \frac{1000 \times w}{V \times E}$$

w : 표준물질 채취량 (g)
V : 적정 소비량 (mL)
E : g당량 (Equivalent weight)

$$f = N_{\text{act}} / N_{\text{target}}$$

역가(Factor) = 실제 농도 / 목표 농도

항목 (ITEM)	값 (VALUE)	비고 (NOTE)
분자량 (MW)	126.07 g/mol	Oxalic acid dihydrate
g당량 (E)	63.035 g/eq	MW ÷ 2 (n=2)
목표 농도	0.1 N	Target Normality

실제 계산 예시 (Practical Example)

측정 데이터

INPUT

표준물질 무게 (w)	0.2500 g
적정 소비부피 (V)	39.65 mL
표준물질 g당량 (E)	63.035 g/eq

결과 산출

OUTPUT

실제 농도 (N) 계산

$$\begin{aligned} & (1000 \times 0.2500) \div (39.65 \times 63.035) \\ &= 250 \div 2499.33 \\ &= \mathbf{0.10002... N} \end{aligned}$$

최종 역가 (Factor, f)

1.000

0.1 N HCl 표정 절차: Na_2CO_3 사용

01



건조

DRYING

1차 표준물질 Na_2CO_3 (무수)를
110~120°C에서 2시간 건
조합니다.

 수분 제거

데시케이터에서 완전히 방냉 후 사
용해야 무게 오차가 없습니다.

02



계량

WEIGHING

0.13 ~ 0.20 g을 정밀하게 달아
삼각플라스크에 넣습니다.

 정밀도

0.1 mg 단위까지 정확히 기록
(Chemical Balance 사용).

03



적정

TITRATION

증류수 50mL에 녹이고
메틸오렌지 2-3방울을 넣고 적
정합니다.

 종말점

황색에서 주황색(약간 붉은기)으로
변하는 순간 멈춥니다.

04



계산

CALCULATION

소비된 HCl 부피(mL)를 이용하여
정확한 노르말농도를 산출합니다.

 재현성

3회 반복 실험하여 평균값을 사용
(Na_2CO_3 당량: 53.00).

“

"실험의 완성은 안전한 절차 준수와 정직한 데이터 기록에 있습니다."

안전수칙을 철저히 준수하고, 획득한 데이터를 과학적으로 분석하여 신뢰성 있는 결과보고서를 작성하는 것이 이번 실습의 최종 목표입니다.

안전수칙 및 유의사항 (Safety First)



개인 보호구 착용
보안경, 실험복, 니트릴 장갑 필수 착용



화학물질 취급 주의
산은 물에(AAW), NaOH 부식성, 에탄올 인화성

정확도 관리 (Quality Control)



예비 세척 (Rinsing)
뷰렛/피펫 사용 전 해당 용액으로 2-3회 세척



데이터 신뢰성
3회 반복 실험(Triplicate), RSD 0.5% 이내 관리

결과보고서 (Lab Report)



보고서 필수 항목
제목/목적/원리/방법/결과/고찰 구성 준수



계산 과정 첨부
Raw Data(적정 부피)와 역가(F) 계산식 명시



SAFETY

안전 최우선 실험



ACCURACY

정확한 데이터 산출



INTEGRITY

정직한 결과 보고