

Problem 33

問題 33 錯滴定による金属と金属酸化物の同定

この問題では錯滴定により金属を同定する。EDTA(エチレンジアミン四酢酸)はほとんどの2価および3価の金属イオンと安定な錯体を形成する。



ここでMは金属であり、 Y^{4-} はEDTAから生じる陰イオンである。

錯形成していないイオンが過剰に存在している間は、イオンは指示薬の分子と結合している。反応の終わりでは、すべてのイオンはEDTA錯体を形成し、指示薬の分子が遊離して色の変化がおこる。したがって反応の終点は、EDTAを加えても溶液の色が変化しないところである。滴定は安定した色になるまで行わなくてはならない。滴定の終わった試料を比較に用いることができる。

最初に金属試料を硝酸に溶かす。その溶液のpHをおおよそ2に調整してから、EDTAで滴定する。もうひとつの測定では、金属の酸化物を溶かし、先ほどの場合と同様にEDTAで滴定する(この酸化物はあらかじめ金属の硝酸溶液を蒸発させ、残った固体を焼成して用意したものである)。

用いる溶液の多くは非常に強い酸性なので、取り扱いには十分注意すること。

金属の滴定

未知金属を約150 mgぐらい精密に秤量してメスフラスコに入れる。(訳者注:金属は150 mgちょうどである必要はないが精密な値で測ること。酸化物の場合も同様)。3 cm³の濃硝酸をフードの中で注意深く加えよ。完全に溶けるまでに10分程度を必要とする。溶液を50 cm³に薄めたら、自分の机に戻る。最初に8 cm³の5%アンモニア溶液を加え、続いてフラスコの内容物が水酸化物の沈殿で乳濁し始めるまでアンモニア溶液を1滴ずつ加えよ。ただちに5 cm³の10%硝酸を加えよ。ふたつまみのメチルチモールブルー指示薬の固体を加えよ。溶液が一定の黄色に達するまで0.0500 mol/dm³のEDTAを用いて滴定せよ。必要に応じて滴定を繰り返せ。

金属酸化物の滴定

1.000 gぐらいの金属酸化物を精密に秤量し、メスフラスコ中でそれを5 cm³の濃硝酸に溶かし、さらに100 cm³に薄めよ。この溶液の一部20.00 cm³をコニカルビーカーに移し、50 cm³に薄めよ。5%アンモニアを沈殿が現れるまで滴下せよ。ただちに5 cm³の10%硝酸を加えよ。ふたつまみのメチルチモールブルー指示薬の固体を加えよ。溶液が一定の黄色に達するまで0.0500 mol/dm³のEDTAを用いて滴定せよ。必要に応じて滴定を繰り返せ。

- a) 計算に基づいて金属を同定せよ。
- b) 酸化物の化学式を答えよ。

注意：理論的に予測される値を再現した結果に対して最高点が与えられるとは限らない。

Reagent	Concentration	R phrases	S phrases
EDTA 二ナトリウム塩	0.05 mol/dm ³	36/38	26-36
硝酸	65 %	35	23-26-36-45
硝酸	10 %	35	23-26-36-45
アンモニア	5 %	34-50	26-36/37/39-45-61
メチルチモールブルー			