

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。

錯形成していない金属イオンが過剰に存在している間は、指示薬分子が金属イオンに結合する。反応が終結するとすべての金属イオンは EDTA 錯体を形成し。指示薬分子が遊離して色の変化を起こす。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、同様に EDTA で滴定する（この酸化物は金属の硝酸溶液を蒸発させ、残った固体を焼成してあらかじめ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

未知金属約 150 mg を精密に秤量して titration flask（訳注：日本ではコニカルビーカーが一般的に使われる）に入れる。3 cm³ の濃硝酸をドラフトの中で注意深く加えよ。完全に溶けるまでに 10 分かかるかもしれない。溶液を 50 cm³ まで薄め、自分の机に持って帰る。最初に 8 cm³ の 5 %アンモニア水溶液を加え、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水溶液を 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。必要に応じてこれを繰り返せ。

金属酸化物の滴定

約 1 g 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、100 cm³ に薄めよ。この溶液を 20.00 cm³ 分だけ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。

警告：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。

試薬	濃度	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			