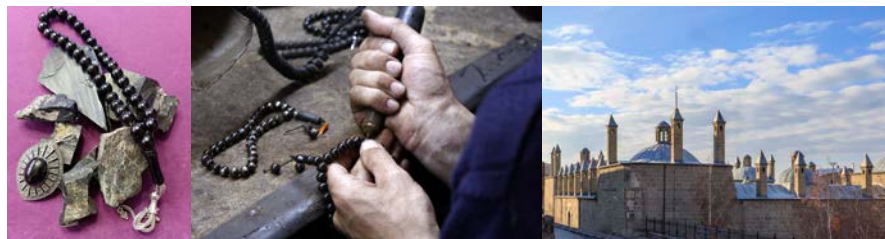


実験問題 P2. オルトゥ石（ブラックアンバー） 試料の炭素含有量の測定

エルズルムはアナトリア半島の北東に位置する街であり、1900 m という標高から“トルコの頂”と呼ばれている。エルズルムではオルトゥ石（ブラックアンバー）という黒い石を用いた工芸品が有名である。この石は装飾品や土産物のために 18 世紀より用いられている。指輪やイヤリング、ネックレス、ブレスレット、ネクタイピン、パイプ、巻きたばこ用パイプ、数珠といった様々な製品がオルトゥ石から作られ、1561 年に創立されたエルズルムの Taşhan (**Rustem Pasha Caravanserai**) のバザールで販売されている。



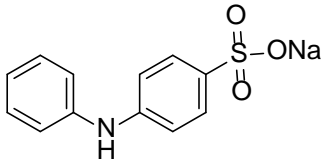
オルトゥ石を産出する採石場は 600 ほど存在する。その鉱床は地殻変動によって形成され、化石化した樹木を含んでおり、約 80 cm の厚みである。掘り出された直後のオルトゥ石は柔らかいが、空気に触れることにより硬化する。オルトゥ石は通常黒色であるが、暗い褐色や灰色、緑がかった色のものもある。オルトゥ石は炭素を豊富に含んでおり、グラファイトと似たカーボンブラック的な性質を持つため、電気工業にとって重要な物質である。

この問題ではオルトゥ石試料に含まれる炭素量を二クロム酸イオン溶液による逆滴定により定量的に測定する。試料中の炭素は二クロム酸イオンによって $\text{CO}_2(\text{g})$ に酸化され、過剰量の二クロム酸イオンを標準硫酸鉄(II)溶液によって逆滴定する。

備考: この実験は石炭や黒鉛などオルトゥ石以外の炭素に富んだ物質を用いて行うことも可能である。

警告: 二クロム酸カリウム($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)は非常に強力な酸化剤であり、腐食性を持つ。他の物質と接触することにより火災を生じる危険性がある。したがってこの実験は安全メガネ、白衣、手袋を着用の上、ドラフトチャンバー内で行われなければならない。実験後は廃液や試薬を適切に処理すること。

試薬

物質	名称	状態	GHS危険有害性情報
$K_2Cr_2O_7$	二クロム酸カリウム	固体	H340, H350, H360FD, H272, H301, H312, H314, H317, H330, H334, H335, H372, H410, P201, P221, P273, P280, P301 + P330 + P331, P302 + P352, P304 + P340, P305 + P351 + P338, P308 + P310
H_2SO_4	硫酸	液体	H290, H314, P280, P301 + P330 + P331, P303 + P361 + P353, P305 + P351 + P338 + P310
H_3PO_4	リン酸	液体	H290, H302, H314, P260, P280, P301 + P312 + P330, P301 + P330 + P331, P303 + P361 + P353, P305 + P351 + P338 + P310
$FeSO_4$	硫酸鉄(II)	固体	H302, H315, H319; P302 + P352, P305 + P351 + P338, P301 + P312 + P330
	ジフェニルアミン-4-スルホン酸ナトリウム	固体	H315, H319, H335

ガラス器具と実験用具

- (ストッパー付き) 1000 mLメスフラスコ 2個
- (ストッパー付き) 250 mLメスフラスコ 1個
- (ストッパー付き) 100 mLメスフラスコ 2個
- (ストッパー付き) 10 mLメスフラスコ 1個
- 100 mLメスシリンダー 1個
- 50 mLメスシリンダー 1個
- 250 mL三角フラスコ 1個
- 50 mLビュレット 1個
- 二口ナスフラスコ 1個
- 秤量皿 1個
- スパチュラ 1個
- 漏斗 1個

- ビュレットクランプ付きスタンド 1個
- (0.1 mg)天秤 1個
- ホットスターラー 1個
- 攪拌子 1個
- 氷浴 1個
- 温度計 1個
- ストップウォッチ 1個
- (溶液移動のための) ビーカー
- ボスヘッドとクランプ
- パスツールピペット

試薬と標準溶液

二クロム酸カリウム溶液(0.3 M $K_2Cr_2O_7$): 140 °Cで1時間乾燥させた二クロム酸カリウム(8.825 g)を100 mLメスフラスコに入れ、脱イオン水90 mLで溶解させる。その後、標線まで脱イオン水を加える。

リン酸-硫酸溶液: 5 mLの脱イオン水が入った10 mLメスフラスコに1.5 mLの濃硫酸を攪拌しながらゆっくりと加える。1.5 mLの85%リン酸も同様に加え、室温まで冷却した後、標線まで脱イオン水を加える。

注意:酸に水を加える過程は発熱的であるから、慎重に行うこと。

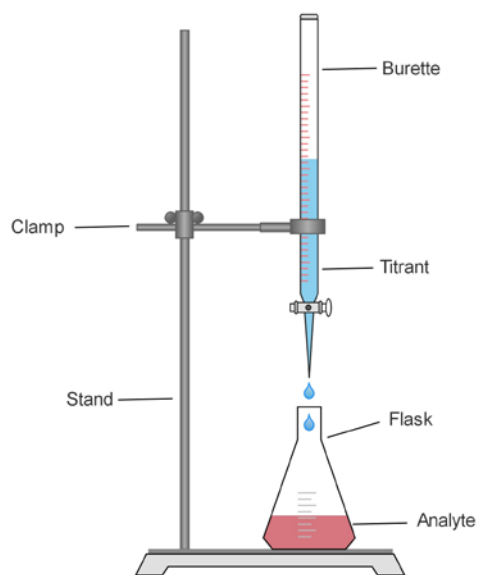
硫酸鉄(II)標準溶液 (0.2 M $FeSO_4$): 100 mLメスフラスコに硫酸鉄(II) (3.038 g)を入れ、80 mLの脱イオン水で溶解させる。その後2 mLの濃硫酸を攪拌しながらゆっくり加える。室温まで冷却した後、標線まで脱イオン水を加える。

ジフェニルアミンスルホン酸ナトリウム溶液 (指示薬): 10 mLフラスコ中で濃硫酸にジフェニルアミン-4-スルホン酸ナトリウム(20 mg)を溶解させる。

手順

1. 約10 mgのオルトゥ石試料をはかり取り、正確な質量を記録する。
2. ホットスターラー上に設置された温侵フラスコにオルトゥ石試料を入れた後、ドラフトチャンバー内で5 mLの0.3 M $K_2Cr_2O_7$ を加える。
3. 氷浴で冷却しながら20 mLの濃硫酸をゆっくりと加える。攪拌子を入れ、200 rpmで攪拌する。
4. ストッパーに温度計を取り付け、160 °Cまで急速に温める。
5. 10分間 160 ± 2 °Cを保つ。

6. 溶液を250 mL三角フラスコに移し、水道水で室温まで冷却する。
7. リン酸-硫酸溶液を8滴加えた後、ジフェニルアミン-4-スルホン酸ナトリウム指示薬を4滴加える。
8. ビュレットの標線まで0.2 M FeSO₄標準溶液を入れる。
9. 過剰量のK₂Cr₂O₇を0.2 M FeSO₄標準溶液で滴定する。溶液の色は紫色から暗い灰色（等量点）、そして緑色へと変化する。
10. 1から9の手順を他のオルトウ石試料を用いて必要なだけ繰り返す。
11. オルトウ石試料を加えずに2から9の手順を行う（ブランク測定）。



1

図 P2-1. 滴定の装置図

計算と解析

- P2.1.** この実験中で起こった全ての化学反応の釣り合いの取れた化学反応式を書け。
- P2.2.** オルトウ石試料の平均炭素含有量を質量百分率で計算せよ。

¹ Burette: ビュレット, Titrant: 滴定溶液, Flask: フラスコ, Analyte: 被滴定溶液, Clamp: クランプ, Stand: スタンド