

プラスチック製マイクロビュレットを用いた

マイクロスケール実験による中和滴定

本 菌 宏 香¹⁾, 芝 原 寛 泰²⁾

1) 京都教育大学大学院 motohiro21@gmail.com

2) 京都教育大学 shiba@kyokyo-u.ac.jp

キーワード：中和滴定実験，マイクロスケール実験，プラスチック製マイクロビュレット

(受付：2009年2月6日)

I. 中和滴定実験について

化学反応における中和については中学校理科で初めて学習する。水溶液の性質には、酸性・中性・アルカリ性があることを小学校で学習したのち、中学校で酸性とアルカリ性の水溶液を混ぜると、お互いの性質を打ち消し合う中和反応がおこることを学ぶ。この中和反応では、塩と水が生成すること、また、塩には電解質と非電解質があることも学習する。

平成20年に改訂された学習指導要領では、イオンの学習の復活により、イオンのモデルと関連づけて学習するという記載もある（中学校学習指導要領解説理科，2008）。このように、中和反応については、小学校から段階的に学習を深めており、高等学校化学の学習内容につながっていく。

高等学校での中和の学習は化学Iで扱う。高等学校の学習指導要領の解説では、「物質の変化」という大単元「(ア) 反応熱 (イ) 酸・塩基・中和 (ウ) 酸化と還元」の(イ)で学習することになっている。(イ)では、反応に関係する物質の特性、反応物と生成物との量的関係及びその応用について理解させることがねらいである。さらに、探究活動として、物質の変化に関する学習活動と関連させながら観察、実験を通して、仮説の設定、実験の計画、実験による検証、実験データの分析・解釈など化学的に探究する方法を習得させることが記載されている（高等学校学習指導要領解説理科，1999）。

また、教科書には、酸は水素イオン、塩基は水酸化物イオンと関連していることを扱い、ブレンステッド・ローリーの酸・塩基の定義が記載されている。さらに、酸・塩基の価数、電離度、酸・塩基の強弱を学習する。そして、pHと指示薬について学習をしたのち中和反応に進む。ここでは、中和反応をそれぞれイオン式で表し、その反応での変化を学習し、中和の量的関係を学び、酸や塩基の濃度や物質量を求める中和滴定の操作を学習する。

この実験方法は、ほとんどの教科書や資料集に記載されており（図1）、高等学校化学の定番実験となっている。中和反応における中和点では、式(1)が成り立ち、これにより中和する水溶液の未知の濃度を求める。

$$a \cdot b \cdot c / 1000 = d \cdot e \cdot f / 1000 \quad (1)$$

a：酸の価数 b：酸のモル濃度 (mol/L) c：酸の体積 (mL)

d：塩基の価数 e：塩基のモル濃度 (mol/L) f：塩基の体積 (mL)

代表的な定量実験である中和滴定実験は、定量的なデータの処理方法や考察の仕方を学ぶのに適している。

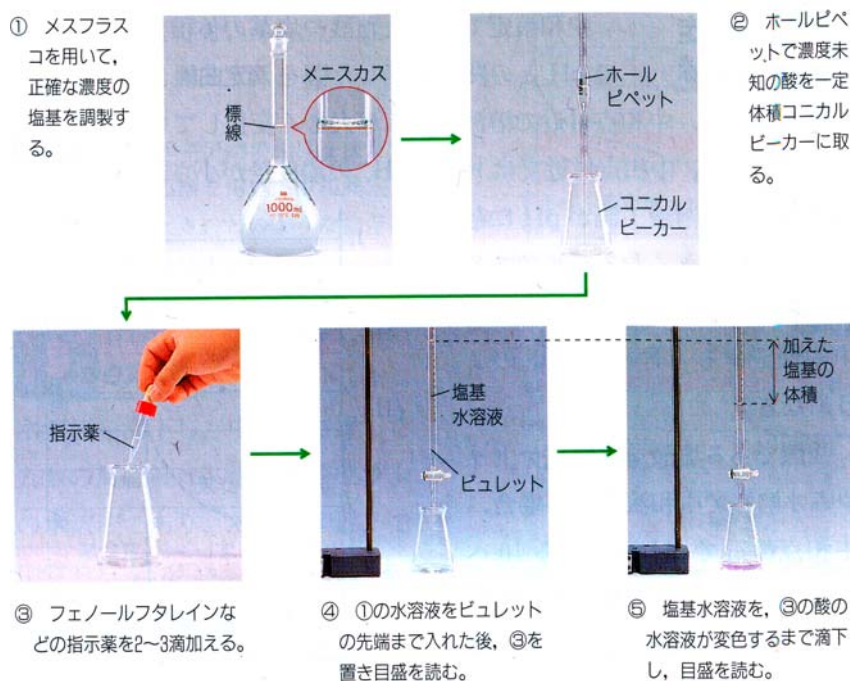


図1 高等学校教科書「化学I」に記載されている中和滴定実験（坪村ほか，2002より転載）

マイクロスケール実験（例えば、京都マイクロスケール実験研究会 web，マイクロスケール化学実験グループ web）は、スケールが小さくなることによるメリットも多くあるが、それと同時にデメリットも生ずる。そのデメリットとしてあげられる多くの意見は、扱う試薬の量が少なくなることにより誤差が大きくなるということである。そのため、マイクロスケール実験では定量実験が難しいとされていた。しかし、マイクロスケール実験による中和滴定はいくつか報告されている（Singh ほか，1995；荻野，2005）。その実験は、ガラス製のマイクロピペットに三方活栓やピペットチップを組み合わせた方法で、それらを固定するために、通常のビュレット台を使用している（図2）。

本報では、安価に、しかも小スペースで実験を行うために、プラスチック製のマイクロピペットを応用して中和滴定実験を行った。作製したプラスチック製マイクロビュレットの目盛りの精度や操作について検討した。そしてこれを用いたマイクロスケール実験の教材を開発し、その有用性を検証した。



(a) 全体の様子
(Skinner, 1994)

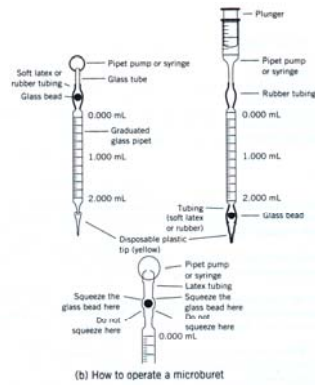


Figure 3.29 Proper titration procedure: (a) Operation of a 50 or 10 mL buret; (b) operation of a 2 mL microburet

(b) マイクロビュレット (1)
(Singh ほか, 1995)

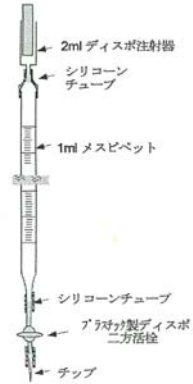


図1 マイクロビュレットの組立て。

(c) マイクロビュレット (2)
(荻野, 2005)

図2 ガラス製のマイクロビュレットを使用した実験

II. プラスチック製のマイクロビュレットの作製について

1. 作製方法

中和滴定実験をマイクロスケール化する場合、通常よりも小さなビュレットが必要になる。ガラス製のピペットを活用したビュレットは、3000 円程度するためコストも高く、破損しやすい。そこで、1 本約 20 円のプラスチック製のマイクロピペット (図3) に三方活栓 (図4) とピペットチップ (図5) を付け、マイクロビュレットとした (本菌・芝原, 2008)。



図3 プラスチックピペット



図4 三方活栓

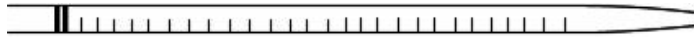


図5 ピペットチップ

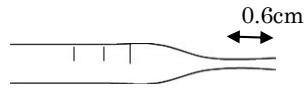
作製の方法は図6のように行った。プラスチックピペットの目盛りは、通常のビュレットの目盛りのように、滴下した量を読み取りやすくなっている。

作製方法

- ① 2mLのピペットを用意する。

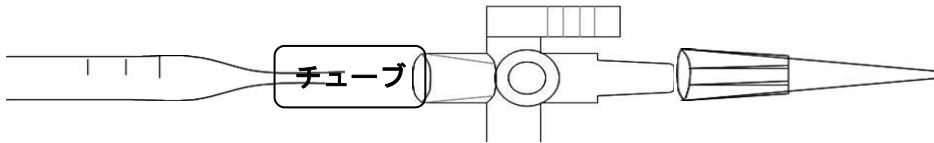


- ② ピペットの先0.6cmを加熱したカッターで切り落とし、その先が少し(1mm程度)外側に丸くなるように加熱する(この丸くなった部分が、三方活栓に入れたときの滑り止めの役割になるので安定する)。



- ③ 三方活栓の上の出っ張りをはさみで切り落とす。

- ④ 先を切り落とした三方活栓の先に、切り落としたピペットの先を入れる。このとき、1.5cmに切ったシリコンチューブを間に挟んで固定し、さらに三方活栓の先にピペットチップを付ける。



- ⑤ ピペットの上に長さ2cmのシリコンチューブを付ける。



図6 マイクロビュレットの作製方法

マイクロビュレットを作製する際、全体を安定させるため、各部分をしっかりとめ込みながら作製する。実験では、マイクロビュレットの上部に注射器(5mL)を付け、吸い上げて試薬を入れる。また、洗浄も注射器を使用して行う。隙間を細かく洗浄する場合は、全体を分解して綿棒などで洗い、乾燥すれば、再度実験に使用できる。使用回数を重ねるとチップが折れることがある。その場合は、チップのみを取り替え使用することができる。通常のスケールの実験と比べると、試薬の量も1/10にすることができ、滴下用の器具の大きさも約1/2(ビュレット50mLと比較)になり、生徒の個別実験が可能になる。

2. マイクロビュレットの精度

使用したプラスチック製ピペットは、定量実験用器具として検定を受けていない。そのため、分析化学で用いられる「ビュレットの校正と採取精度の測定」(岩附・太田, 2005)

の方法を参考にして、マイクロビュレットの精度を求めた。マイクロビュレットの“0”の目盛りまで、蒸留水を入れ、ふた付きのプラスチック容器に0.4mLずつ流出し秤量した。実験の結果、採取した蒸留水の質量から求めた値の誤差の平均値は+0.0111mLであった(測定回数3回)。誤差は、検定を受けたガラス製のビュレット(2mL)が示す体積許容誤差($\pm 0.01\sim 0.02\text{mL}$)の範囲内にある。

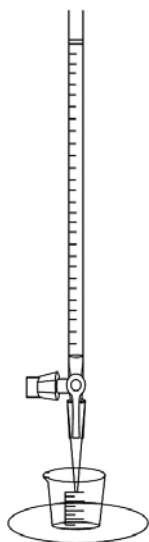
さらに、1滴の量も測定した結果、0.015~0.016mLの範囲で、ほぼ一定であり、また、温度変化による水の膨張についても、10~30℃では顕著な変化は確認できなかった。

以上の結果から、作製したプラスチック製マイクロビュレットは、高等学校化学において十分に活用できる精度をもっていることが分かった。

3. マイクロビュレットの扱い方について

通常の中和滴定実験では25~50mLのガラス製ビュレットを用いて実験を行う。ビュレットをビュレット台に設置し、机に対して垂直を保ち、目盛りを正確に読むことが重要である。中和滴定を行う際、本実験で用いるマイクロビュレットに関しても、目盛りを正確に読むことが必要になる。

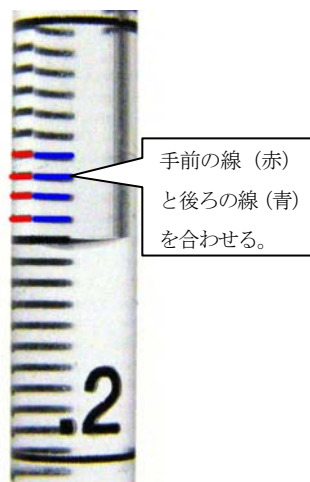
今回使用したマイクロビュレットは、長さ約33cm、直径約3mmであるため、表面張力により、ビュレットが厳密に垂直な状態でなくても、メニスカスは大きく傾かず目盛りを読むことができる。そのため、ビュレット台を用いなくも、図7のようにマイクロビュレットの側面を一回りする目盛を基準に垂直を保ち、かなり正確に読み取ることができる。



(a) 全体図



(b) 目盛りを読む作業



(c) 目盛りを合わせる方法

図7 マイクロビュレットを垂直に保ち目盛りを読む様子

Ⅲ. 教材実験について

1. 準備

プラスチック製マイクロビュレット (2mL), プラスチック製マイクロピペット (1mL), 注射器 (5mL), プラスチックカップ (20mL), ろ紙

2. 試薬

0.050mol/L シュウ酸標準溶液
水酸化ナトリウム水溶液

3. 実験方法

- (1) 注射器を用いて、マイクロピペットを0.050mol/Lシュウ酸標準溶液で共洗いした後、マイクロピペット (1mL) で測りとり、プラスチックカップ (20mL) に入れる。
- (2) プラスチックカップにフェノールフタレイン溶液を1~2滴加える。
- (3) 注射器を用いて、マイクロビュレットを濃度未知の水酸化ナトリウム水溶液で共洗いした後、注射器を使用してマイクロビュレットに“0”の目盛りまで入れる。
- (4) シュウ酸標準溶液の入ったプラスチックカップをろ紙の上に置く。さらに、マイクロビュレットを垂直にして、水酸化ナトリウム水溶液を滴下し、赤色に変化する中和の終点を求める (図8)。
- (5) この操作を3回繰り返し、水酸化ナトリウム水溶液のモル濃度を求める。



図8 滴定の様子

4. 結果および考察

濃度がわかっているであるシュウ酸標準溶液を用いて、水酸化ナトリウム水溶液のモル濃度を求めた (表1)。

実験結果より水酸化ナトリウムの質量から求めたモル濃度と実験から求めたモル濃度の差の平均は0.0041mol/Lとなり、大きな差がなかった。さらに、水酸化ナトリウムのもつ潮解性により、実験値は計算値よりも小さくなる可能性があり、実験データとして妥当な結果であると考えられる。

表1 水酸化ナトリウム水溶液の濃度を求める中和滴定実験の結果

A (mol/L)	1回目 (mL)	2回目 (mL)	3回目 (mL)	平均 (mL)	B (mol/L)	差 (mol/L)
0.10	1.030	1.050	1.115	1.065	0.0939	+0.0061
0.10	1.072	1.058	1.035	1.055	0.0948	+0.0052
0.10	1.035	1.042	1.045	1.041	0.0961	+0.0039
0.10	1.038	1.038	1.042	1.039	0.0962	+0.0038
0.10	1.038	1.030	1.029	1.032	0.0969	+0.0031
0.10	1.030	1.035	1.032	1.032	0.0969	+0.0031
0.10	1.028	1.037	1.029	1.031	0.0970	+0.0030
0.10	1.028	1.027	1.020	1.025	0.0976	+0.0024
0.10	1.022	1.024	1.021	1.022	0.0978	+0.0022
0.10	1.035	1.020	1.021	1.025	0.0975	+0.0025
0.50	0.834	0.792	0.820	0.815	0.4906	+0.0094
					平均	+0.0041

A：水酸化ナトリウムの質量から求めたモル濃度

B：実験結果から求めたモル濃度

差：A-B (mol/L)

3回測定を行った結果からは、その滴下量はほぼ一定であった。また、作製したマイクロビュレットの操作は簡便に行えることがわかり、従来の大きなビュレット台を使用せず、小スペースで実験を行うことができた。さらに、実験時間の短縮も可能になり、限られた時間内に何度も実験を行うことで、操作にも慣れ、より精度を上げることが可能になる。また、廃液量も約1/10におさえて実験を行うことができた。

以上のことから、マイクロビュレットの実験器具を使用した本報の中和滴定実験は、高等学校化学においても十分な精度をもった実験が可能であると言える。また、通常の実験と変わらない操作の方法を学びながら、生徒の個別実験も可能となる。

IV. まとめ

マイクロスケール実験では、使用する試薬の量が少なくなることから、誤差が大きくなり、定量実験は難しいとされていたが、全てプラスチック製の実験器具を使用した本報の中和滴定実験は、高等学校化学で行う実験としては十分な精度をもつことが確認できた。

また、プラスチック製のため器具を破損することもなくコストをおさえられる。さらに操作が簡略化されるため、個別で何度も実験を行うことができる。実験操作に慣れ、短時間でスムーズに実験を行うことで、今まで以上に考察時間を確保でき、中和滴定実験の方法や中和反応に関する学習を深めることができると期待できる。今後は、さらに実践的研究を積極的に行い、その教育効果を示す必要がある。

文献

- 岩附正明・太田清久 2005. 分析化学の実験マニュアル. 日刊工業, 43-45.
京都マイクロスケール実験研究会の web サイト,
<http://natsci.kyokyo-u.ac.jp/~shiba/html-KMSchem/index.html>
マイクロスケール化学実験グループ (MCE) web サイト,
<http://science.icu.ac.jp/MCE/>
- 文部科学省 1999. 高等学校学習指導要領解説. 理科編, 103-107.
文部科学省 2008. 中学校学習指導要領解説. 理科編, 51-52.
本藪宏香・芝原寛泰 2008. タブレット PC 支援によるマイクロスケール実験の教材開発 (Ⅲ) -中和滴定の定量実験を例に-. 日本理科教育学会全国大会発表論文集, p402.
荻野和子 2005. マイクロスケール滴定用ビュレットの改良. 化学と教育, **53**, 286-287.
Singh, M.M., Pike, R.M. and Szafran, Z. 1995. *Microscale & Selected Microscale Experiments for General & Advanced General Chemistry*. Wiley, 729p.
Skinner, J. 1994-1995. *Microscale Chemistry*. The Royal Society of Chemistry Experiments in miniature, 192p.
坪村 宏 ほか12名 2002. 高等学校化学 I. 啓林館, 86-93, 大阪.