

実験第4 アルカリ混合物の定量(中和滴定) のマイクロスケール化

中央大学工学部応用化学科
分光化学システム研究室

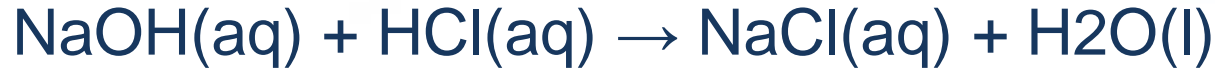
実験の目的

- ◆中和滴定の理解及び試薬濃度の算出する。
- ◆指示薬の色の変化を確認する。
- ◆アルカリ混合物の混合比を定量する。

理論・原理など

◆ 反応

炭酸ナトリウムと塩酸は 1 : 2 で反応することに注意



◆ Winkler 法

全アルカリ量をあらかじめ滴定で求めてから、塩化バリウムを加えた滴定で試料中のNaOH量を求める

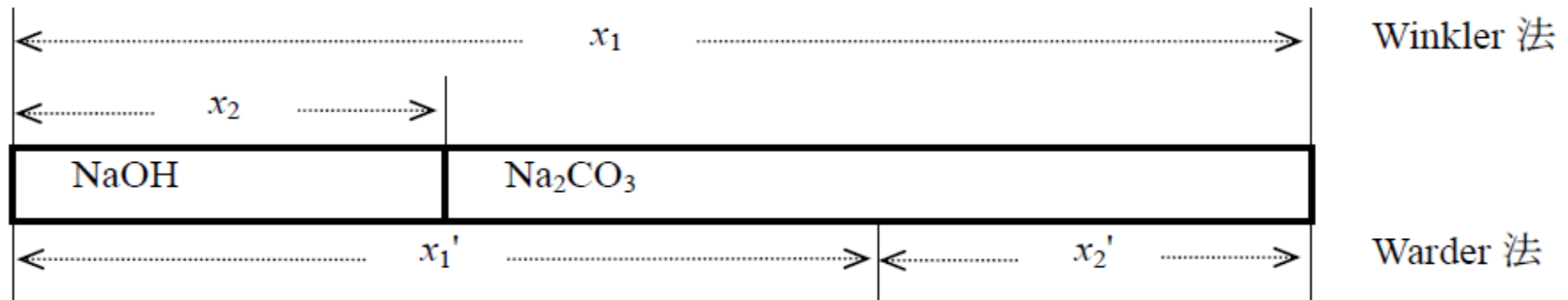


◆ Warder 法

フェノールフタレインを使ってNaOH全量とNa₂CO₃のアルカリ半量を中和させて求め、続いてメチルオレンジを加えて残りのNa₂CO₃を反応させる

理論・原理など

◆ 2つの滴定法の滴下量 x について



Winkler法

x_1 : 混合アルカリのアルカリ全量

x_2 : NaOHのアルカリ全量

$x_1 - x_2$: Na₂CO₃のアルカリ全量

Warder法

x_1' : NaOHのアルカリ全量 + Na₂CO₃のアルカリ半量

x_2' : Na₂CO₃のアルカリ半量

$x_1' - x_2'$: NaOHのアルカリ全量

$x_2' \times 2$: Na₂CO₃のアルカリ全量

実験器具・試薬

器具

1. ピペットポンプ2台(10 mLに対応しているもの)
2. 10 mL メスピペット
3. 1 mL メスピペット
4. スタント 1 台・クランプ 2 個
5. ポリスポイト(プラスチックピペット) 3 個
6. 10 mL ビーカー 3 つ
7. 廃液用ビーカー(200 mL)
8. ゴミ入れ用ビーカー(100 mL)

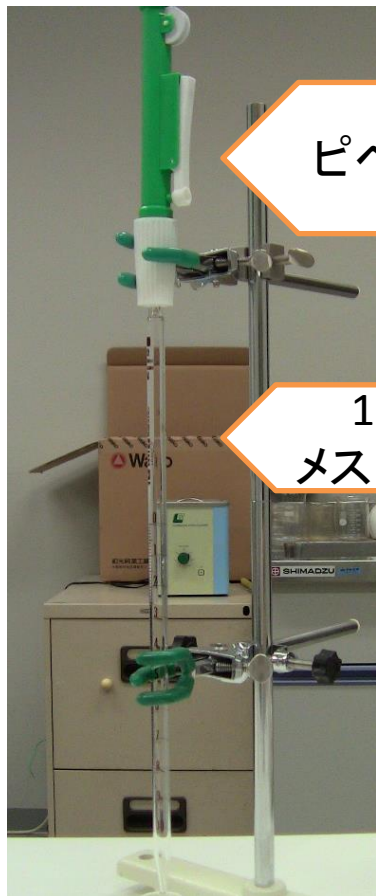
試薬類

1. 塩酸標準溶液 (0.02 M、Factor = 1.001) 0.01M 標準溶液を 5 倍希釈
2. 混合アルカリ試薬溶液 NaOH、NaCO₃
3. フェノールフタレイン指示薬 元の実験の10倍希釈
4. メチルオレンジ指示薬 元の実験の10倍希釈
5. 10% BaCl₂溶液

実験手順

① 共通の準備

1. マイクロスケール滴定装置を用意する。
2. 10 mLメスピペット内を塩酸標準溶液で満たす。



ピペッター

10 mL
メスピペット

0の所まで溶液を満たすのは難しいので上から2 mLの所まで満たす。滴定開始前の目盛りをなるべく正確に読むこと。

10 mLビーカーは、試料溶液や標準溶液が残っていないならば濡れていても構わない。

滴定が終わったら10 mLビーカー内の溶液を廃液用ビーカーに入れ、ビーカーを拭き取ることで溶液を取り除く。

実験手順

② Winkler法

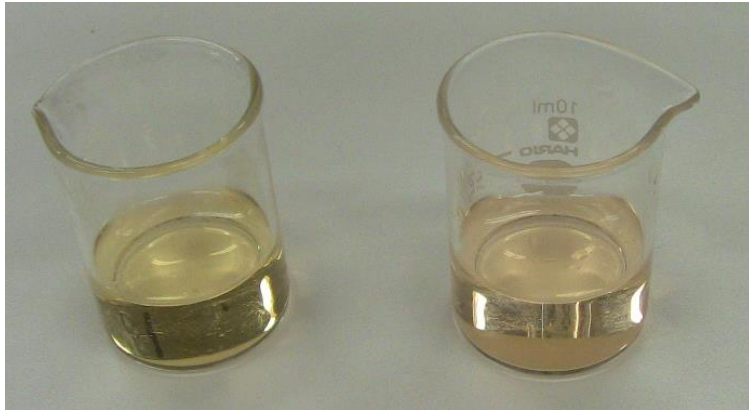
1. 1 mL メスピペットを用いて混合アルカリ試料溶液 1 mL を 10 mLビーカーに加える
2. 別の 10 mLビーカーに純水を半分ほど加える
3. 混合アルカリ試料溶液、純水が入ったビーカーそれぞれにメチルオレンジ指示薬を 3 滴加える
4. よく振り混ぜながら 0.02 M HCl 標準溶液を滴下し、橙色から戻らなくなった所を終点とする(x1 [mL])。
5. 別の 10 mLビーカーに試料溶液 1 mLとり、10 %BaCl₂溶液を 1 mL 加え白色沈殿を析出させ、フェノールフタレイン指示薬を 1 滴加える。
6. 塩酸標準溶液を少しずつ滴下し、桃色が脱色した所を終点とする(x2 [mL])。

実験手順

③Warder法

1. 1 mL ピペットを用いて混合アルカリ試料溶液1 mL を 10 mL ビーカーに加える
2. フェノールフタレイン指示薬を 1 滴加え、溶液の桃色が脱色するまで塩酸標準溶液を少しずつ滴下(x1' [mL])
3. 続いてメチルオレンジ指示薬を 3 滴加え、溶液の色が橙色に変わるまで塩酸標準溶液を少しずつ滴下(x2' [mL])

実験写真



メチルオレンジ指示薬の滴定について
左のビーカー: 純水(参考用)
右のビーカー: 滴定後溶液
塩酸を滴定していくと黄→橙→赤となる。
この色になったら滴定終了(終点)。ここから
もう1滴加えると溶液は赤くなる。



フェノールフタレイン指示薬について
指示薬を薄めることにより、フェノールフタ
レインの沈殿が生じなくなった。

実験結果

- ◆ 0.1M HCl 標準溶液のFactor 値(F) 1.001
- ◆ 0.1M HCl 標準溶液の滴定量

	winkler		warder		
	x1	x2	x1'	x2'	x1'+x2'
1	6.10	3.80	4.95	1.25	6.20
2	6.20	3.76	5.03	1.19	6.22
3	6.16	3.82	4.91	1.24	6.15
平均値	6.15	3.79	4.96	1.23	6.19

- ◆ 本実験の試薬の比重
混合アルカリ試料溶液: 1.004 g/mL 10% BaCl₂: 1.100 g/mL

実験結果

- ◆ Winkler法における各アルカリ化合物の体積モル濃度

$$\text{NaOH} : x_2 = 7.59 \times 10^{-2} \text{ [mol/L]}$$

$$\begin{aligned} \text{Na}_2\text{CO}_3 : (x_1 - x_2) / 2 &= (1.23 \times 10^{-1} - 7.59 \times 10^{-2}) / 2 \\ &= 2.36 \times 10^{-2} \text{ [mol/L]} \end{aligned}$$

- ◆ Warder法における各アルカリ化合物の体積モル濃度

$$\begin{aligned} \text{NaOH} : x_1' - x_2' &= 9.94 \times 10^{-1} - 2.46 \times 10^{-2} \\ &= 7.48 \times 10^{-2} \text{ [mol/L]} \end{aligned}$$

$$\text{Na}_2\text{CO}_3 : x_2' \times 2 / 2 = 2.46 \times 10^{-2} \text{ [mol/L]}$$

実験結果

◆ 変換の準備

$$\begin{aligned} \text{混合アルカリ試料溶液20mLの質量[g]} &= 1[\text{mL}] \times 1.004[\text{g/mL}] \\ &= 1.004[\text{g}] \end{aligned}$$

$$\text{NaOH: } 39.99 [\text{g/mol}] \quad \text{Na}_2\text{CO}_3: 106.0 [\text{g/mol}]$$

◆ Winkler法における各アルカリ化合物の質量パーセント濃度

$$\begin{aligned} \text{NaOH} &: 7.59 \times 10^{-2} [\text{mol/L}] \times 0.001 [\text{L}] \times 39.99 [\text{g/mol}] / 1.004 [\text{g}] \times 100 \\ &= 0.302 [\text{wt}\%] \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Na}_2\text{CO}_3 &: 2.36 \times 10^{-2} [\text{mol/L}] \times 0.001 [\text{L}] \times 106.0 [\text{g/mol}] / 1.004[\text{g}] \times 100 \\ &= 0.249 [\text{wt}\%] \end{aligned}$$

◆ Warder法における各アルカリ化合物の質量パーセント濃度

$$\begin{aligned} \text{NaOH} &: 7.48 \times 10^{-2} [\text{mol/L}] \times 0.001 [\text{L}] \times 39.99 [\text{g/mol}] / 1.004[\text{g}] \times 100 \\ &= 0.297 [\text{wt}\%] \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Na}_2\text{CO}_3 &: 2.46 \times 10^{-2} [\text{mol/L}] \times 0.001 [\text{L}] \times 106.0 [\text{g/mol}] / 1.004[\text{g}] \times 100 \\ &= 0.259 [\text{wt}\%] \end{aligned}$$

実験の解説

- ・分野: 分析化学
- ・所要時間: 各測定 4 回行って90分
- ・装置・器具: マイクロスケール滴定装置(メスピペット,ピペットポンプ)
10 mL ビーカー 3個、1mLピペット
- ・試薬類: 0.02 M塩酸標準溶液、混合アルカリ試料溶液、フェノールフタレイン指示薬、メチルオレンジ指示薬、10%塩化バリウム溶液
- ・解説:
 - メチルオレンジはpH3.1~4.4の間で橙色を示す。これより小さいpHだと赤色を呈色し、大きいpHだと黄色を示す。純水にメチルオレンジを加えたビーカーを用意するのは、色の比較のためであり、必ずしも必要な動作ではない。
 - フェノールフタレインはpH8.3~10.0の間で薄紫色を示し、これより小さいpHだと色を示さず、大きいpHだと紫色を呈色する。滴定中に薄紫色になったら、終点が近いことを示す。
 - 計算において、炭酸ナトリウムと塩酸は 1 : 2 で反応すること(炭酸ナトリウムはナトリウムイオンを 2 つ含んでいる事)に注意する。
- ・安全上の注意: 試薬に触れた場合、よく洗うこと。

マイクロスケール実験におけるメリット

実験の特徴	本実験の利点
実験時間	90 min
試薬量 溶質	0 g
試薬量 溶媒	ca. 100mL
実験に必要なスペース	30 cm × 30 cm
安全性(5段階評価)	4
操作の容易性(5段階評価)	4
実験の再現性(5段階評価)	4
分かりやすさ(5段階評価)	5
映像のおもしろさ(5段階評価)	3