化 学 実 験

中　和　滴　定

（**目的**）シュウ酸の標準溶液をつくり，水酸化ナトリウム水溶液の濃度を中和滴定によって求める。

［**器具**］電子天秤，薬包紙，薬さじ，ビーカー(100 mL × 2)，メスフラスコ(100 mL)，洗瓶(純水)，駒込ピペット，ホールピペット(10 mL)，コニカルビーカー(100 mL × 3)，ビュレット，ビュレット台，ろうと，保護メガネ

［**薬品**］シュウ酸・二水和物　$(COOH)_2 \cdot 2H_2O = 126$

フェノールフタレイン溶液，約 0.10 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液

■実験操作

Ⅰ．シュウ酸標準溶液の調製　＜ 0.050 mol/L シュウ酸水溶液を 100 mL つくる＞

① 電子天秤に薬包紙を載せて，シュウ酸の結晶 0.63 g を正確にはかり取る。

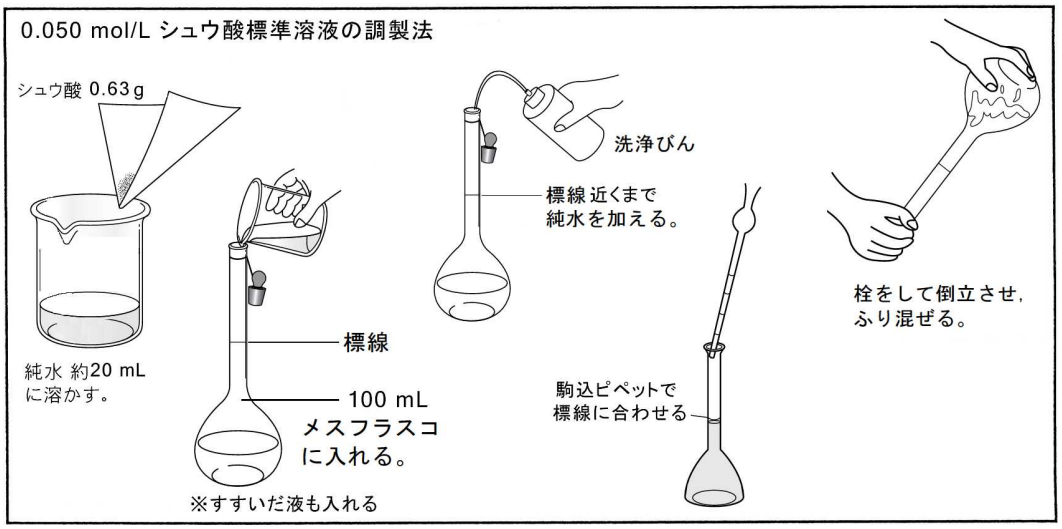
② ビーカーに入れ，約 20 mL の純水で完全に溶かす。

③ シュウ酸水溶液をメスフラスコに注ぎ入れる。ビーカーの内側に付いている液を洗瓶の純水ですすぎ，その洗液をメスフラスコに入れる。このすすぎを 2~3 回繰り返す。

④ メスフラスコに純水を標線の約 5 mm 手前まで加える。

⑤ ビーカーに入れた純水を駒込ピペットで一滴づつ加えて標線に合わせる。

⑥ メスフラスコに栓をして，逆さまにしてよく攪拌する。

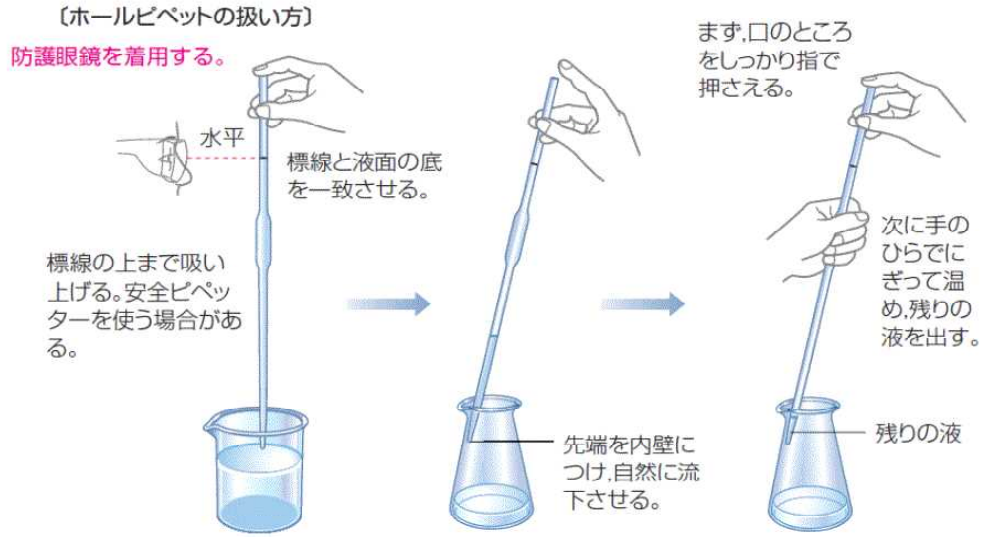


Ⅱ．水酸化ナトリウム水溶液の中和滴定　**保護メガネを必ず着用のこと！**

■実験操作

① シュウ酸標準溶液をホールピペットで正確に 10 mL とり，コニカルビーカーに入れる。

② シュウ酸標準溶液にフェノールフタレイン溶液を 1 滴加える。



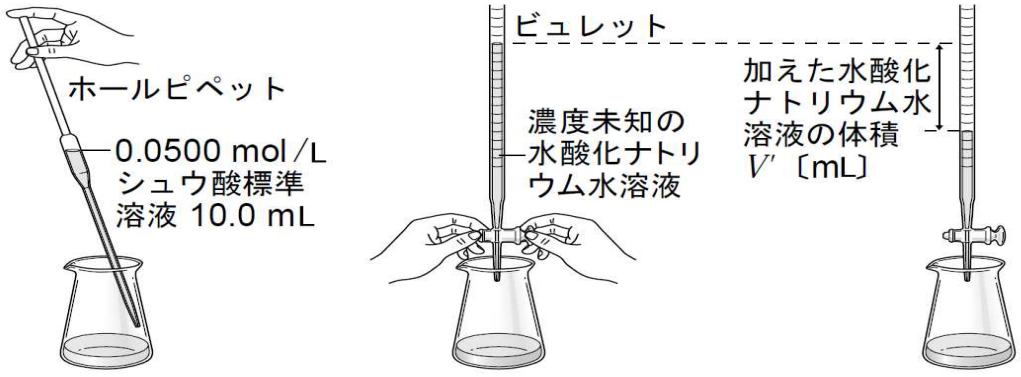
③ ビュレットに約 0.10　mol/L　NaOHaq を少し（高さ 10cm ほど）注ぎ共洗いをする。これを 2 回繰り返す。その後，NaOHaq を上の方まで注ぎ入れる。

④ 下にビーカーを置いて，ビュレットの活栓を全開にして，先端の空気を追い出す。

⑤ ビュレットのはじめの目盛りを読み記録する。（mL 単位で小数第 2 位まで）

⑥ ②の検液に滴下していく。1 滴入れて軽く振り混ぜても赤色が消えずに，ごく薄く着色したところで止めて，ビュレットの目盛りを読み記録する。

※以上の操作を 3 回以上繰り返す。滴下量の平均値から，水酸化ナトリウム水溶液の正確な濃度を計算で求める。



濃度のわかっている酸を一定体積とり，さらにフェノールフタレイン溶液を加える。

塩基の水溶液を滴下し，コニカルビーカーを振りまぜる。これを中和点になるまでくり返す。

$acV=bc'V'$ により，塩基の濃度 c' を求める。

★注意！　NaOH は目に入ると失明の恐れがあるので保護メガネを着用。もし，目に入ったらすぐさま水道水で洗眼する。手や服に付着したときは水道水ですすげばよい。

■**結果・計算**　　小数第2位まで読む

ビュレットの	1回目	2回目	3回目
終わりの読み	mL	mL	mL
はじめの読み	mL	mL	mL
滴下量	mL	mL	mL

※かけ離れた数値は除外する。

滴下量の平均値

＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿mL

［水酸化ナトリウムのモル濃度の計算］

水酸化ナトリウム水溶液のモル濃度を x とすると　$acV = bc'V'$ より，

$2 \times 0.050\ \text{mol/L} \times 10.0\ \text{mL} = 1 \times x \times$（平均値）mL

$x =$［0.1 mol/L に近い値になるはず］　有効数字2桁で答える

＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿mol/L

■**考察**

(1) 調製したシュウ酸のモル濃度を求める計算式を書き，計算せよ。

$(COOH)_2 \cdot 2H_2O = 126$ より　$\dfrac{\dfrac{0.63\ \text{g}}{126\ \text{g/mol}}}{0.100\ \text{L}} = 0.0500\ \text{mol/L}$

(2) この実験で滴定した水酸化ナトリウム水溶液の密度を 1.0 g/cm^3 として，水酸化ナトリウム水溶液の質量パーセント濃度を求めよ。

水酸化ナトリウムが 0.10 mol/L であった場合の計算　　溶液 1 L ＝ 1000 mL を考える

$$\frac{\text{溶質[g]}}{\text{溶液[g]}} \times 100 = \frac{0.10\ \text{mol} \times 40\ \text{g/mol}}{1000\ \text{mL} \times 1.0\ \text{g/mL}} \times 100 = 0.40\%$$

(3) 塩酸や酢酸ではなく，シュウ酸を標準溶液の試薬にした理由を説明せよ。

塩酸・酢酸のような揮発性もなく，NaOHのような潮解性や風解性もなく，空気中で化学変化もせず安定であること。また，高純度のものが得られることから，質量を正確に秤量すれば正確なモル濃度の溶液を調製することができるから。

(4) 水酸化ナトリウム水溶液は，なぜシュウ酸標準溶液で滴定しなければ正確な濃度を求められないのか。（なぜ，正確な濃度の溶液をつくることができないのか。）

水酸化ナトリウムの結晶には潮解性があり，空気中で吸収した水の質量が加わるため正確に秤量できない。また，結晶も水溶液も空気中のCO_2を吸収して中和反応を起こすため徐々に濃度が変化する。

(5) メスフラスコの使用法（使う手順）をまとめよ。

①純水ですすいで濡れたまま使用してよい。

②あらかじめビーカーで溶かしておいた溶液を注ぎ入れ，ビーカーを純水ですすぎ，その液も加える。これを3回ほど行う。

③純水を標線近くまで加え，駒込ピペットで純水を1滴ずつ加えて，標線に合わす。

④栓をし，逆さまにして撹拌する。

(6) ホールピペットの使用法（使う手順）をまとめよ。

①使用する溶液を少し吸い上げ，共洗いを2～3回行う。（加熱乾燥をしてはいけない）
②標線より上まで吸い上げ，人差し指で上の口を押さえて，留出を止める。
③指の力を緩めて，ゆっくり滴下し，ちょうど標線で止める。
④コニカルビーカーなどの器壁に先端を触れて，人差し指を離し注ぎ込む。
⑤口を人差し指で押さえ，球部を手の平で握って温め先端に残った液を押し出す。

(7) ビュレットの使用法（使う手順）をまとめよ。

①コックを閉じて，使用する液を少し入れ，共洗いを2～3回行う。
②漏斗を使って上部まで溶液を注ぎ入れる。このとき，漏斗を少し浮かせておく。
入れ終わった後、忘れずに漏斗を取り除いておく。
③コックを全開にして，先端の空気を押し出す。
④目盛りと目盛りの間を目分量で10等分して 0.01 mL の位まで読む。

(8) 水酸化ナトリウムのモル濃度をさらに正確に求めるためには，具体的にどのような工夫をすればよいか。 ①この実験ではシュウ酸を 0.63 g はかり取ったので，有効数字2桁の精度しか出ないが，精度の高い電子天秤を使用し 0.630 g（0.001 g の位）まで秤量すれば，有効数字3桁（1/1000 の精度）まで求めることができる。
②1滴は約 0.03 mL であるので，1/3 滴で滴定すれば，滴下量を 0.01 mL の精度（10 mL に対して 1/1000 の精度）で求めることができる。
③3回とも同じ滴下量で滴定できるようになるまで練習を積む。

※ NaOHaq が空気に触れていても，数時間であれば測定できるほどの濃度変化は起きない。

(9) その他　気づいたこと　考えたこと

中和点を少し超えて，フェノールフタレインが赤く呈色した液を数分間置いておくと赤色が消えてしまう。これは，空気中のCO_2のためにごく少量の水酸化ナトリウムが中和されてしまい溶液の pH が７に近づいたためだと考えられる。

使用前にメスフラスコの標線より上についている純水の分、体積に誤差が出るので濃度が正確にならない。

［ 感想，自己評価 ］ ●測定は原則として3回以上の奇数回行うのはなぜか。

偶数回で結果が半分半分に分かれてしまった場合，どちらの値にすべきかわからなくなるからだ。（たとえば，４回実験し最終桁が 3 が 2 回，4 が 2 回出たとします。平均値は 3.5 となり、四捨五入して，3 にすべきか 4 にすべきかわかりません。）

実験日時　　月　　日（　）　校時　２年　　組　　番（　　班）氏名