

兵庫県立神戸高等学校

総合理学科

サイエンス入門

化学実験編

1年9組 番氏名

サイエンス入門 評価・振り返りシート

月 日 1年9組 番 氏名

◎本時の実験・実習項目 ※簡単に内容を書く	
◎本時の自己評価	自己評価(○をつける)
① 本時の内容に興味・意欲を持って取り組み、積極的に参加したか。	A B C
② 本時の内容をよく理解できたか。	A B C
③ 資料の整理や記入等手際よく行うことができたか。	A B C
◎本時を振り返って(自由記述) *気がついたこと・調べたこと・今後の展望・感想・反省・疑問などを具体的に書く。	

- [目的] 1. 試薬瓶や実験器具として利用しているガラスの性質・特徴を知る。
 2. 簡単なガラス器具を自作できるようになる。
 3. 高温加熱の方法と注意点を知る。

1. ガラスの構造

ガラス（硝子，glass）とは，

- (1) 石英・炭酸ナトリウム・石灰石などを高温で熔融し，冷却して製した硬く透明な物質。
- (2) 融点以上の高温で熔融した物体を急冷・固化させた等方性無定型物質。このような固体状態をガラス状態と言う。結晶と同程度の大きな剛性を持ち，粘性は極端に高い。非晶質でもゴム状態のように柔らかいものはガラスとは呼ばない。

ガラス状態：液体状態を凍結したような状態のこと。ガラスは固体ではあるが，粘度が非常に高くなった液体であるという捉え方もある。そのため，例えば古い建物の窓ガラスは，ごくわずかに上部のガラスが下の方に垂れたような形に（下部が分厚く）なっている。

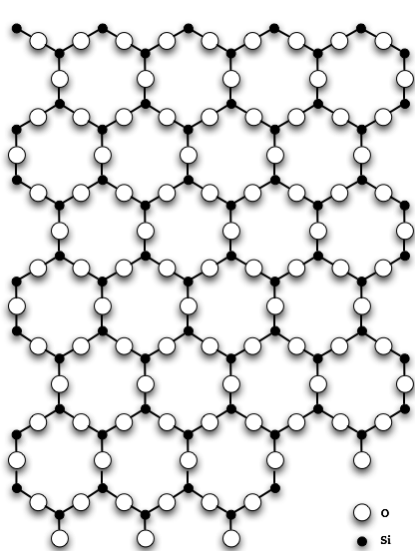


図1 水晶 rock crystal の分子構造

結晶を形成している。ケイ素原子（黒丸）と酸素原子（白丸）からなる共有結合の結晶。SiO₂

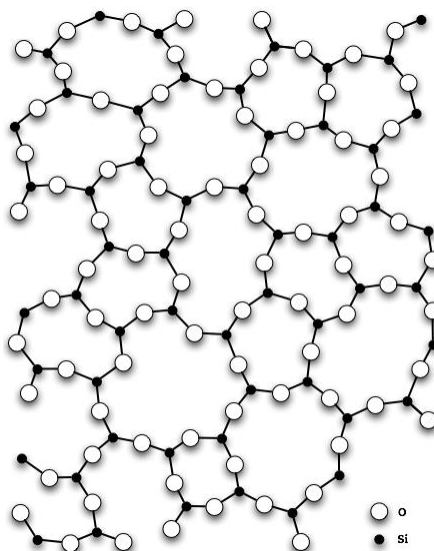


図2 アモルファス構造をとった二酸化ケイ素 SiO₂

石英ガラスの状態
 この3点のモデル図は，すべて二次元構造だが実際は三次元網目構造である。

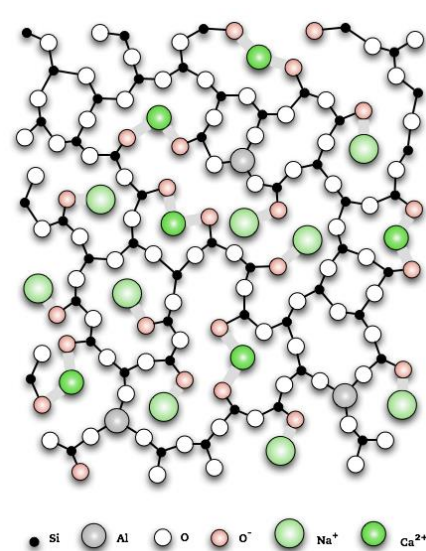


図3 ガラスの分子構造例

アモルファス構造をとった二酸化ケイ素 SiO₂ が骨格となり，ナトリウムイオン，カルシウムイオンなどを含む。

2. ガラスの種類と見分け方

軟質ガラス soft glass（ソーダ石灰ガラス）	切り口の色：緑
硬質ガラス hard glass（カリガラス）	切り口の色：黄～黄緑
耐熱ガラス（パイレックス）	切り口の色：淡黄
石英ガラス（シリカガラス）	切り口の色：白

3. ガラスの種類と特性

ソーダ石灰ガラス (soda-lime glass) : ソーダガラスとも呼ばれ、安価なことから板ガラス、ガラス瓶などに広く利用される。ケイ砂 (SiO_2), 炭酸ナトリウム (Na_2CO_3), 炭酸カルシウム (CaCO_3) を混合して融解することにより得られる。炭酸ナトリウムを加えるとガラス転移点は $730\text{ }^\circ\text{C}$, 融点は $1,000\text{ }^\circ\text{C}$ 近くまで下がり加工が容易になる。しかし炭酸ナトリウムを加えると水溶性になるため、さらに炭酸カルシウム (石灰石) を加えることでこれを防いでいる。

ソーダ石灰ガラスの小片をガスバーナーの火炎中に入れるとナトリウム, カルシウムの混じった炎色反応がみられる。また, 粉々にくぐり水に入れると微量の Na^+ , Ca^{2+} が溶け出し加水分解が起こり, わずかな塩基性を示す。340 nm 以下の紫外線を吸収する。

ホウケイ酸ガラス (borosilicate glass) : ガラスの主成分である二酸化ケイ素にホウ酸を混合したガラスである。耐熱ガラスとも呼ぶ。アメリカのコーニング社が開発し, パイレックス (PYREX) という名前で商標登録されている。

ガラスの熱膨張率を示す膨張係数は, COE 30~40 程度とかなり低い。ソーダ石灰ガラスでは COE が約 80~100 である。そのため, 熱衝撃に強く, 耐熱製品として利用されるほか, 理化学器具やガラス工芸の分野で広く利用されている。

膨張係数 the coefficient of expansion [COE]

加熱によって膨張する相対的な量のこと。正確には平均熱膨張係数。[係数 $\times 10^{-7}/\text{K}$] で表す。

石英ガラス (quartz glass) は石英 (SiO_2) から作成されるガラスで, SiO_2 純度が高いものをいう。シリカガラスなどとも呼ばれる。耐食性, 耐熱性にすぐれ, 非常に透明で 200 nm までの紫外線も透過することから, 高温用理化学器具, 紫外分光光度計用のセルや光ファイバーの材料などに用いられる。

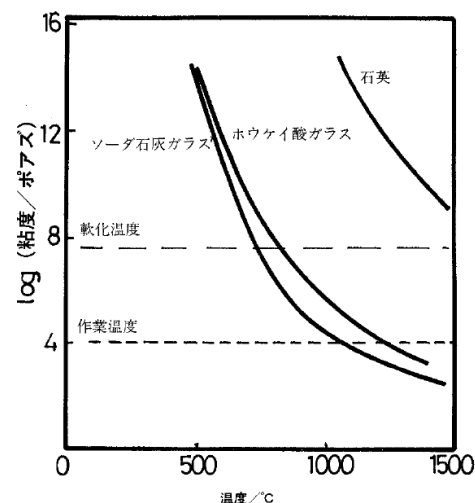


図4 ガラスの温度による粘度の変化

※他にも様々なガラスがある。成分と特性を調べて以下にまとめよう。

クリスタルガラス (鉛ガラス), 強化ガラス, 金属ガラス, サファイアガラス, ウランガラスなど

4. ガラス細工法

準備：ガラス細工用バーナー， エアーポンプ， 石膏ボード， セラミック板， ピンチコック， 着火器具
ピペット台， ピンセット，
保護眼鏡， ガラス管， 両刃やすり

① 準備を確認。保護眼鏡を着用。

② ガスと空気のコックが閉じていることを確認して，バーナーに点火。

ガス量を調節し，空気孔を開ける。ポンプからの空気量を調整する。

③ ガラスは回転しながら徐々に加熱するようにする。急激に加熱すると割れて飛び散ることがある。

④ テキストに記述されている基本操作を組み合わせて，ピペットを作成する。

⑤ 最後に空気を入れていない赤い炎であぶり，ひずみを取る。（焼きなまし，annealing）
ひずみが残っていると後でひびが入る事がある。

①



②



③



④



図5 ガラス管の持ち方

- ①左手の小指と薬指でガラス管を支え，
- ②親指と人差し指で回転させる。
- ③右手中指の爪の上にガラス管をのせ，親指と人差し指で回転させる。基本的には以上のような持ち方をするが，接合するときなど，④のような持ち方をすることもある。

※1 ガラスはさめにくく，赤熱していなくても非常に熱い。やけどしないように！ 加熱部が触れないようにピペット台においてきます。

※2 やけどをしたときは，すぐ（1秒以内）に水道水で十分に冷やす。

ビデオを鑑賞し，操作のポイントをまとめよ

[切断法・閉鎖法]

[伸張法] 毛細管

[屈折法] L字管

1. ガラス細工の実演 [L字管とピペットの作成法] うまく作るためのコツをよく観てまとめよ

観察眼を養おう！

2. 自作した器具名

3. 出来具合の自己評価



科学的な文章で記述

4. 製作上で、工夫したこと、注意したこと

5. 今後の課題（次につくるとき、どのようにするとよいか）

サイエンス入門 評価・振り返りシート

月 日 1年9組 番 氏名

◎本時の実験・実習項目 ※簡単に内容を書く	
◎本時の自己評価	自己評価(○をつける)
④ 本時の内容に興味・意欲を持って取り組み、積極的に参加したか。	A B C
⑤ 本時の内容をよく理解できたか。	A B C
⑥ 資料の整理や記入等手際よく行うことができたか。	A B C
◎本時を振り返って(自由記述) *気がついたこと・調べたこと・今後の展望・感想・反省・疑問などを具体的に書く。	

- [目的] 1. 温度の測定法を知る
 2. 融点測定の方法を習得する。
 3. 融点の観察から物質の純度検定ができること、
 混融試験により、物質の同定ができることを知る。

1. 温度の測定器具

① 水銀温度計 (精度がよい)

割ったとき、水銀の蒸気を吸入しないように注意が必要。肺を通じて人体に取り込まれ、主に腎臓や神経に悪影響を及ぼす(水銀中毒)。

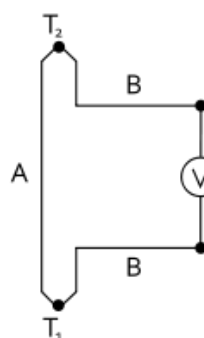
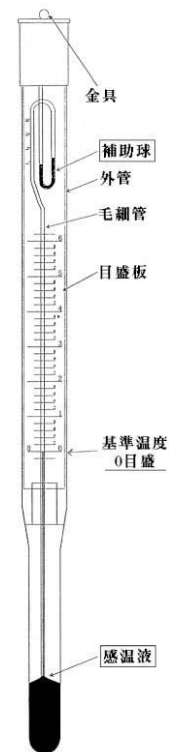
② 赤液温度計 (着色したペンタンやトルエンなどの油が入っている)

アルコール温度計という人がいるが、アルコールは入っていない。有機液体温度計ともよばれる。

③ 熱電対温度計 (高温の測定ができる)

異なる二種の金属を接合すると、2つの接合点の温度差に応じた電圧(熱起電力という)が発生し一定の方向に電流が流れることを利用した温度センサ。異種金属の2接点間の温度差によって熱起電力が生じる現象をゼーバック効果という。アルメル(-)ークロメル(+), 銅(-)ーコンスタン(+), 白金(-)ー白金ロジウム合金(+)などがある。ガス器具の立ち消え防止装置に応用されている。

ベックマン温度計は水銀温度計で特に目盛り間隔を大きくして温度の読み取り分解能を高くしたもの。0.001℃の分解能。その反面測定範囲が5℃と小さくなるという欠点を持ち、基準温度で校正することができないので、相対的な温度比較にのみ用いられる。たとえば融点や沸点の微小な変化の測定に用いられた。それらの計測も現在は電気的な方法で計測されるので、学生実験などで用いられるだけになっている



熱電対の回路

④ サーミスタ温度計 (精度がよい)

サーミスタ (thermistor) とは、温度変化に対して電気抵抗の変化の大きい抵抗体のことである。この現象を利用し、温度を測定するセンサとしても利用される。センサとしては-50℃から500℃前後まで測定ができる。ニッケル、マンガン、コバルト、鉄などの酸化物を混合して焼結したものである。

⑤ 赤外線放射温度計 (非接触で高速に測定できる)

物体から放射される赤外線や可視光線の強度を測定して、物体の温度を測定する温度計である。物質によって熱放射の放射率が異なるため、放射率の補正を考慮しないと、測定温度が正しく測れない場合がある。放射率は黒体を1としたとき、ゴムやセラミックなどでは0.95でおおよそ測定できるが、金属等表面光沢がある物は0.9未満であり一般的に放射率が低く誤差が大きくなる。



白熱している物体(可視光線を出している物体)の温度を測定する機器をパイロメーターという。

これらの赤外線や可視光線といった熱放射は黒体放射によって生じ、温度と放出エネルギーとの関係を表すシュテファン=ボルツマンの法則およびプランクの法則によって、物体の温度を算出することができるのを活用している。

(色温度, Planck's law of black body radiation, 黒体放射などを調べておこう。)

- ⑥ **ガリレオ温度計** ガリレオが発明した温度計ではないが、1592年ガリレオ・ガリレイが球付のガラス柱を水面に倒立させて、球部を暖めることによって水面が変化することを示したことにちなんで名付けられた。最初に体温計を創始したのは、ガリレオの同僚のサントーリオ・サントーリオで1612年のことである。これが最初の温度計で現在では空気温度計と呼ばれる。



2. 液浴による融点の測定

実験は要領よく

- ★ 一般に1°Cくらいの温度範囲（測定誤差の範囲）で融ければ、その物質は純粋であると見なす。
- * 温度計の測定値は液浴の温度であり、試料の温度そのものではない。しかし、ゆっくり昇温すれば測定物質とほぼ同温となる。
- * 普通の温度計の目盛は、温度計全体がその温度になったときの温度を示している。融点測定では、大部分が液の外に出ているため、厳密には4.の補正をする必要がある。（今回は補正をしない）

[準備] 融点測定管, 温度計, コルク栓, シリコンオイル, ブンゼンバーナー, 着火器具, 毛管 (3), 輪ゴム, スパチュラ, シャーレ (小), ルーペ

尿素の構造式を調べて記せ

(1) 片側を閉じた、内径1~1.5 mm, 長さ約50 mmの毛管（キャピラリー）を準備する。

(2) 試料粉末（尿素とケイ皮酸）を2~3 mmの高さになるように、隙間なくきっちり毛管に詰める。

(3) 試料2本を温度計の両側に輪ゴムで取り付け、融点測定管にセットする。

(4) バーナーに点火し、空気を入れた青い炎でできるだけ小さい炎にする。測定管の底をあぶったり、離したりして、ゆっくり昇温する。

(5) 予想融点の20°C下までは、あぶる時間をやや長くし、1分間に5°Cの速さで昇温する。

その後は、時々あぶる程度にして毎分1~2°Cの一定速度で昇温していく。

ケイ皮酸の構造式を記せ

[昇温をできるだけゆっくりすれば正確な結果が得られる。]

(6) 融け始める前に、半融の現象（粉全体が縮んで汗をかいて湿ったようになる現象）が見られたときはその温度を記録しておく。半融にならないことが多い。

融け始めと融け終りの温度を0.1℃の位まで目分量で読み記録する。目盛りが読みにくければルーペを使用する。

(7) バーナーの火を消し、毛管を取り出す。オイルをキムワイプでぬぐい取り、毛管をはずす。

※さめるまで、オイルの部分に触れないこと。高温であり、やけどに注意。

連続して測定するときは、あおいで空気冷却する。早くするには、60℃程のお湯に浸して冷却する。

3. 混融試験 mixed melting point test

★ 不純物を含んでいると、融点が下がり、しかも融点範囲が広がる。

2つの物質を混ぜて融点を測定すれば、同一物であるか、異なる物質であるかを判断することができる。

(1) 尿素とケイ皮酸をほぼ同量スパチュラの小さじで取りよく混ぜ、毛管に詰める。

(2) 融解の様子をよく観察しながら、融点を測定する。

4. [参考] 融点の補正

普通の融点測定装置では、温度計の大部分が浴の外に露出しているため、温度計の読みは実際の融点より少し低くなる。この誤差を補正するためには、図のようにして、融点測定用温度計Aの水銀柱の露出部の中心付近の温度を別の温度計Bで測り、つぎの式で計算した補正値を測定値に加えればよい。

露出部に対する補正の算出

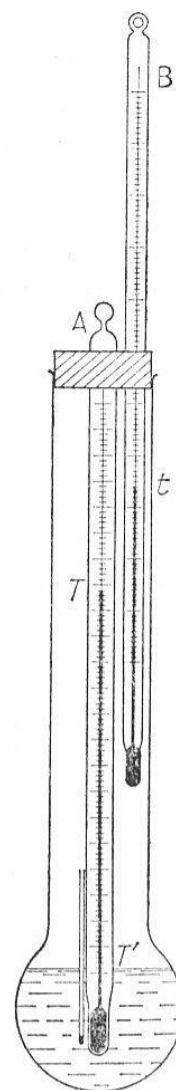
$$\Delta T = \frac{(T - T')(T - t)}{6300}$$

T : 融点測定用温度計Aの読み
 T' : 加熱浴の液面の位置にある温度計Aの目盛
(0℃目盛が液面より上にあれば T' は負号をとる) ※1
 t : 補正用温度計Bの読み (温度計Aの水銀柱露出部の平均温度)

普通の融点測定装置では、露出部の補正は100℃付近で1℃前後、200℃付近で3~5℃、300℃付近では5~10℃程度になる。

以上のようにして求めた融点の正確さを知るために、融点測定の標準となる化合物を利用する方法がある。尿素 132.7℃、サリチル酸 159.0℃などは、容易に純粋な結晶が得られやすく、その融点が比較的正確に測定されており融点測定標準物質として利用される。試料の融点に近い融点をもつ標準物質について、同じ装置で融点を測定して比較すればよい。たとえば試料の融点が160.0℃と読まれたとすれば、同じ装置で(なるべく同時に)純粋なサリチル酸の融点を測り、159.0℃となれば、試料の融点160.0℃は正しいことがわかる。また標準物質としてのサリチル酸の融点が156.0℃と読まれたら、試料の正しい融点は163.0℃となる。

※1 普通の融点測定装置では温度計のごく一部が浴液中に入っているだけであるから、温度計の0℃の目盛はたいいてい液面より上にあり、 T' は負の値をとる。また多くの複合、液面には目盛がない。このような場合には温度計の液面の部分に目印をつけておいて、0℃以下の目盛を外挿によって求める。



図

1. 尿素 文献値 mp 132.7 °C

融け始め _____ °C, 融け終わり _____ °C, (半融したとき _____ °C)

[融解の観察] (できるだけ詳細に)

観察眼を養おう!

2. ケイ皮酸 文献値 mp 133 °C

融け始め _____ °C, 融け終わり _____ °C, (半融したとき _____ °C)

[融解の観察] (できるだけ詳細に)

3. 混融試験 予想融点 95~120°C

融け始め _____ °C, 融け終わり _____ °C, (半融したとき _____ °C)

[融解の観察] (できるだけ詳細に)

4. わかったこと, 感想

科学的な文章で

サイエンス入門 評価・振り返りシート

月 日 1年9組 番 氏名

◎本時の実験・実習項目 ※簡単に内容を書く	
◎本時の自己評価	自己評価(○をつける)
⑦ 本時の内容に興味・意欲を持って取り組み、積極的に参加したか。	A B C
⑧ 本時の内容をよく理解できたか。	A B C
⑨ 資料の整理や記入等手際よく行うことができたか。	A B C
◎本時を振り返って(自由記述) *気がついたこと・調べたこと・今後の展望・感想・反省・疑問などを具体的に書く。	

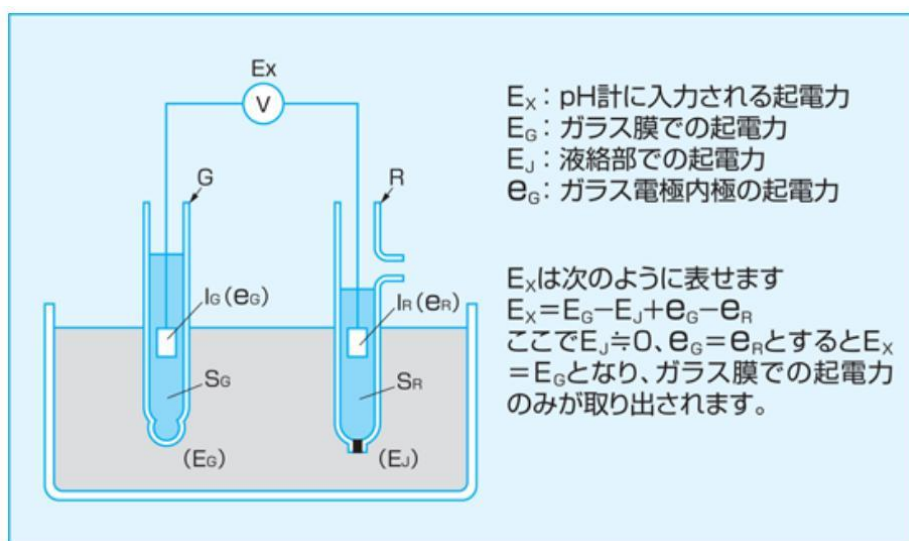
- [目的] 1. pH の測定方法とスペクトルの測定法を体験により知る。
 2. メスピペット (安全ピペッター) , マイクロピペット, メスフラスコの使用法を知る。
 3. 酸塩基指示薬の変色とスペクトルの特徴の関係を調べることにより, 物質 (溶液) の色と吸収波長の関係を知る。

1. 使用機器

●ガラス電極 pHメーター [英語ではピーエイチと読む]

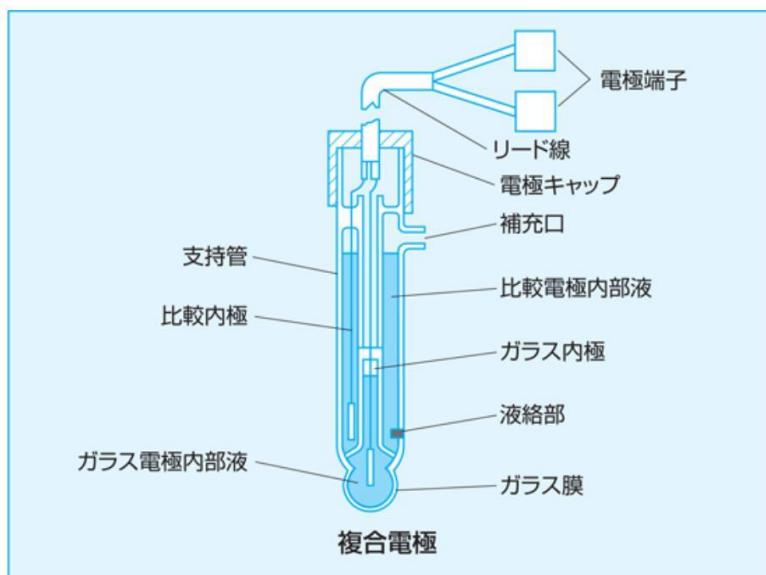
[原理]

右図のように電極を設置すると, ガラス薄膜は H^+ イオンを透過するためガラス電極 G 内部は外部溶液 (検液) と H^+ 濃度が等しくなる。比較電極 R の内部は標準溶液 (中性 KCl 水溶液) で満たされており, 両極に接する水溶液の H^+ の濃度に差が生じる。濃度差に比例して生じる電位差を測定すれば pH が測定できる。
 pH が 1 の差で起電力は約 59 mV になる。



ガラス電極 glass electrode は, 1909 年発明された。最初の商業的な pH メーターは, 1936 年頃にデンマークのラジオメーター社及びアメリカ合衆国のアーノルド・ベックマンによって開発された。ラジオメーター社は, pH の概念を提唱したセレン・セーレンセンの依頼により pH メーターを製造した。1950 年, 国産初のガラス電極式 pH メーターを堀場製作所が開発した。

右図の様に, ガラス電極と比較電極を 1 本にまとめたものを複合電極という。なお, ガラス電極では, pH を 0.01 までの精度で測定できる。



今回使用するコンパクト pH メーターは、筒状ガラス電極をフラット形状に集積し、ビーカーに浸す測定スタイルからそのまま平面電極に滴下する測定スタイルとした電極である。0.1 mL のごく微量試料で測定が可能であり、水分を含む固形物や粉末・シート状の試料も測定できる。



■コンパクト pHメーター twin pH AS-211 [堀場製作所]

[仕様] 測定方式：ガラス電極法 表示方式：LCDによるデジタル表示

測定範囲：pH 2～12 再現性：±0.1 pH

使用温度：5～40℃ 機能：自動1点校正

【センサー部分は、絶対にこすったり触れたりしないこと！】

[使用法]

① 校正 最初に1回だけ、校正をする。

pH 標準液を電極2点が液で結ばれるように滴下する。

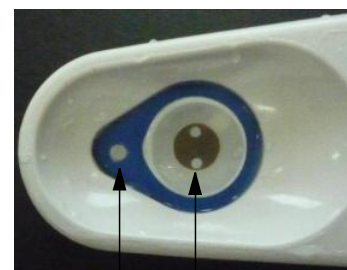
CAL ボタンを押す。しばらくして、笑顔マークが出れば完了。

※ 実験途中で、CAL ボタンを押さないこと。

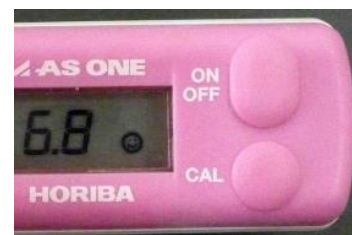
② 洗浄 純水ですすぎ、水を切るだけ。

③ 測定 検液を滴下し、笑顔マークが出るか、10 秒以上経過後、表示を読む。

※ 連続して使用するときには、電源 ON のままにしておいてよい。



ガラス電極のセンサー部分



■紫外可視分光光度計 UVmini-1240 [島津製作所]

簡単な比色分析から、高度な定量測定並びにスペクトル測定が可能。

[仕様] 測定波長範囲：190～1100 nm

スペクトルバンド幅：5 nm

測光方式：シングルビーム測光方式



■可視分光光度計

SPECTRONIC200 [Thermo Fisher Scientific]

パソコンに接続し、ソフトを使用して、比色分析から、高度な定量測定並びにスペクトル測定、多波長分析も可能。

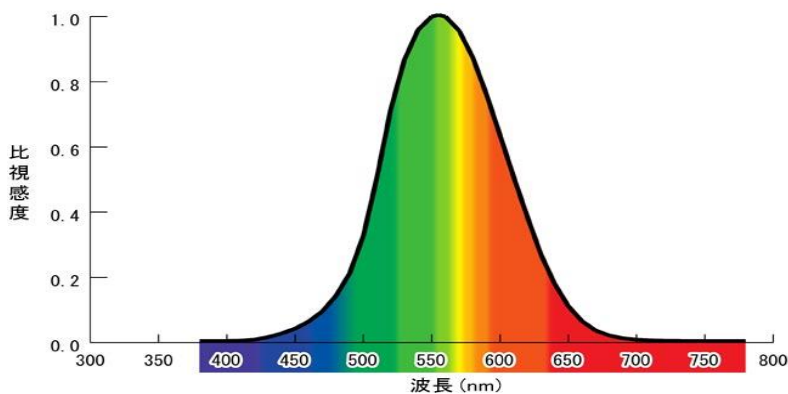
[仕様] 測定波長範囲：340～1000 nm

スペクトルバンド幅：4 nm

測光方式：CCD ポリクロメーター測光方式



―― [スペクトル・吸光度について知っておくべきこと] ―――

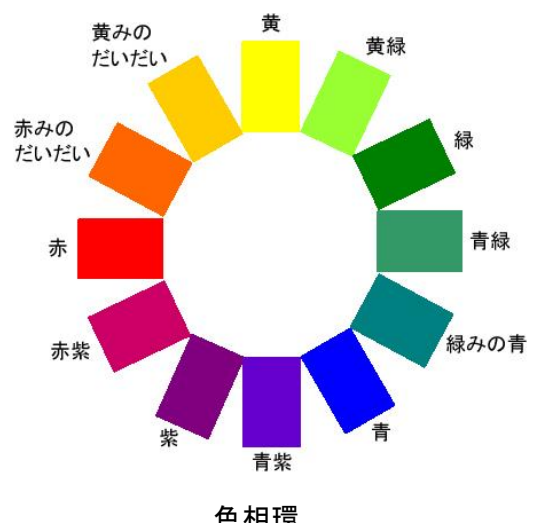


視感度 luminosity factor とは、ヒトの目で見える可視光（波長約 380～780 nm）の中で最も強く感じる波長 555 nm の光を 1 として、他の波長の感じる明るさを比を用いて表現した値。また、多数の人の視感度を平均化し、国際照明委員会（CIE）が合意したものを標準比視感度（比視感度） [左図] という。

白色光 white light 可視光のすべての光が混合された光のこと。ヒトはこれを白色と認識する。

物質の色 透明な物質では透過光について、不透明な物質では反射光について、その物質が特定の波長の光を吸収すると、その補色が物質の色だとしてヒトは知覚する。

例えば、430～480 nm の青色が吸収されると、補色である黄橙色に見える。600～630 nm の橙色が吸収されると緑青色に見える。



吸光度 absorbance : ある物体を光が通った際に強度がどの程度弱まるかを示す量。

分析化学において、波長 λ における吸光度 A_λ は、

$$A_\lambda = -\log_{10} \frac{I_1}{I_0} \quad \text{と定義される。}$$

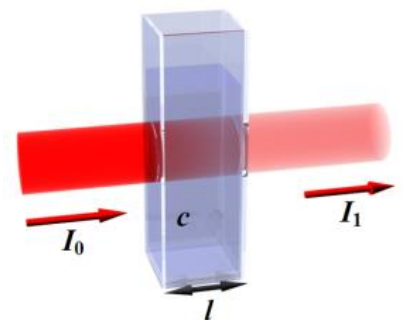
つまり、入射光に対して、透過光が 1/10 であれば $A_\lambda = 1$, 1/100 であれば $A_\lambda = 2$ となる。

吸光度の値は濃度に比例する。これを利用して濃度を測定する方法を**比色定量**という。

$$A = -\epsilon c l$$

ここで ϵ はモル吸光係数と呼ばれる物質に固有の値。

c は媒質のモル濃度、 l は光が透過する溶液の長さ。



2. pHとスペクトルの測定実験

[準備] 0.025%ブロモチモールブルー溶液, 0.1 mol/L リン酸二水素カリウム水溶液, マイクロピペット, 純水, 0.04 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液, 0.2 mol/L 塩酸, 50 mL メスフラスコ, 50mL ビーカー, 2 mL 駒込ピペット(2), 2 mL メスピペット(2), 安全ピペッター, ピペットスタンド, 保護眼鏡 **【NaOH 使用時は必ず着用】**

実験は要領よく

【中性水溶液】

- (1) 50 mL メスフラスコに, 教卓上のマイクロピペットで BTB 溶液 1.0 mL と KH_2PO_4 aq 2.0 mL を加える。さらに, 純水をメスフラスコの約 1/3 量加えて薄める。
- (2) 0.2 mol/L NaOHaq を各自のメスピペットで 1 滴加えてよく混ぜる。これを繰り返し, 溶液を緑色(中性)にする。このとき加えた液量を読んで記録する。
- (3) 中性になった水溶液に, 純水を加えて 50 mL ちょうどにし, 混合する。これを中性検液とする。
- (4) 中性検液を各自の駒込ピペットで少量取り, pH を測定し, 記録する。
- (5) 中性検液を測定セルに約 2/3 の高さに入れ可視スペクトルを測定し, グラフを印刷する。
- (6) 検液を教卓の廃液ビーカーに捨て, メスフラスコを水道水で洗い, 純水で 2~3 回すすぐ。

【塩基性水溶液】

- (7) (1)の混合水溶液をつくり, 0.2 mol/L NaOHaq をメスピペットで 1.50 mL 加え, 青色にする。これに純水を加えて 50 mL にする。これを塩基性検液とする。
- (8) 塩基性検液の pH と可視スペクトルを測定し, グラフを印刷する。
- (9) 検液を教卓の廃液ビーカーに捨て, メスフラスコを水道水で洗い, 純水で 2 回ほどすすぐ。

【酸性水溶液】

- (10) (1)の混合水溶液をつくり, もう 1 本のメスピペットで 0.2 mol/L HCl aq を 0.50 mL 加え, 黄色にする。これに純水を加えて 50 mL にする。これを酸性検液とする。
- (11) 酸性検液の pH と可視スペクトルを測定し, グラフを印刷する。

1年9組 [] 番 氏名 []

1. 中性水溶液

このとき加えた NaOHaq の液量_____mL 溶液の色 ; _____色 , p H_____

吸収スペクトルの peak 2 点 (波長_____nm , 吸光度_____) , valley (波長_____nm , 吸光度_____)

2. 塩基性水溶液

このとき加えた NaOHaq の液量_____mL 溶液の色 ; _____色 , p H_____

吸収スペクトルの peak (波長_____nm , 吸光度_____) , valley (波長_____nm , 吸光度_____)

3. 酸性水溶液

このとき加えた HCl_{aq} の液量 _____ mL 溶液の色 ; _____ 色 , p H _____

吸収スペクトルの peak (波長 _____ nm , 吸光度 _____) , valley (波長 _____ nm , 吸光度 _____)

【考察】

1. 酸性水溶液中で BTB は何色を吸収しているか。その peak 波長は何 nm か。
2. 塩基性水溶液中で BTB は何色を吸収しているか。その peak 波長は何 nm か。
3. 中性水溶液中で BTB は緑色を呈するのはなぜか。吸収波長とその色から説明せよ。
4. KH₂PO₄ aq に NaOH_{aq} を加えた液や KH₂PO₄ aq に HCl_{aq} を加えた液は、少量の酸や塩基を加えても pH が大きく変化しない。この働きを緩衝作用といい、このような溶液を緩衝液という。緩衝液は、なぜ pH が変化しにくいのか、調べて説明せよ。
5. その他の考察や調べたこと (書ききれないときは裏面を使用してよい)

サイエンス入門 評価・振り返りシート

月 日 1年9組 番 氏名

◎本時の実験・実習項目 ※簡単に内容を書く	
◎本時の自己評価	自己評価(○をつける)
⑩ 本時の内容に興味・意欲を持って取り組み、積極的に参加したか。	A B C
⑪ 本時の内容をよく理解できたか。	A B C
⑫ 資料の整理や記入等手際よく行うことができたか。	A B C
◎本時を振り返って(自由記述) *気がついたこと・調べたこと・今後の展望・感想・反省・疑問などを具体的に書く。	

- [目的] 1. 化学分析には、どのような方法があるかを知る。
2. 比色分析の方法を体験により知る。
3. 身近な環境中にあるNO₂の濃度を測定する。

1. 基礎知識

分析化学 analytical chemistry とは、試料中の化学成分の種類や存在量を解析したり、解析のための目的物質の分離方法を研究したりする化学の分野である。

化学分析 chemical analysis の方法：試料中の成分判定を主眼とする分析を**定性分析 qualitative analysis** といい、その行為を**同定する identify** という。また、試料中の特定成分の量あるいは比率（濃度）の決定を主眼とする分析を**定量分析 quantitative analysis** といい、その行為を**定量する fixed quantity** という。

◆定性分析の方法

- ・炎色反応，呈色反応，沈殿反応，スペクトル分析，融点測定（混融試験）などがある。機器分析法 instrumental analysis method としては、クロマトグラフィー，原子吸光分析，蛍光 X 線分析，IR（赤外分光法），NMR（核磁気共鳴スペクトル法），MS（質量分析法）などがある。

◆定量分析の方法

・重量分析〈gravimetric analysis〉

測定に先立って成分の分離を行い、その後質量を計測する。たとえば、試料中の塩化物イオンの分析では、硝酸銀を加えて塩化銀としてすべて沈澱させ、生成した塩化銀をろ過で捕集して乾燥質量を測定する。

・容量分析〈volumetric analysis〉

分離精製した気体の体積測定による方法もあるが、通常は**滴定 titration** により滴下した容量を測定し、計算により濃度を求める方法を指す。中和滴定，酸化還元滴定，キレート滴定などがある。滴定には、ホールピペット，ビュレット，コニカルビーカーなどの器具を使用する。

・比色分析〈colorimetric analysis〉

比色分析はあらかじめ、含量を精密に決定した基準試料 authentic sample を複数用意して測定し、検量線 calibration curve, Standard curve とよばれるグラフを作成し、基準試料の空隙を補完することで精密に定量する方法。

近年は、分光光度計 absorption spectrophotometer や比色計などの機器を使用し、特定波長の吸光度を測定することで濃度を求めている。

この機器分析法は、吸光光度法 absorptiometry, absorption spectrophotometry（略称 UV 又は VIS）とよばれる。

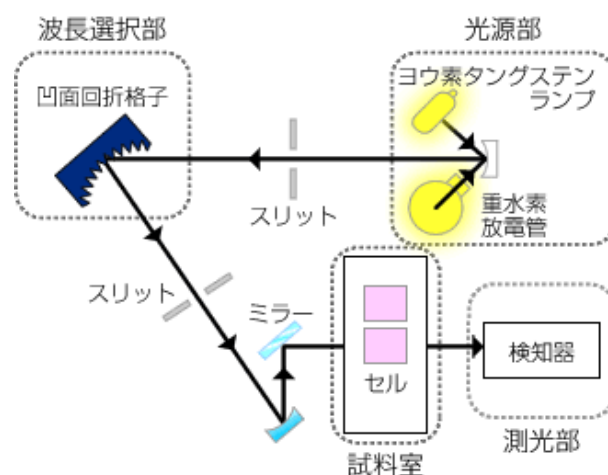


図1 分光光度計の原理

他に、機器分析では色調以外にも、電気，光学的強度，磁気，熱，放射能など多彩な物理量を測定することで定量分析が可能である。蛍光光度法（蛍光光度計），AAS（原子吸光法），ICP 発光分析法などやボルタンメトリーなどの電気分析法もある。

今日では成分分離に高速液体クロマトグラフィー法を量測定に各測定器を組み合わせた分析機器が定量分析用機器の主流になっている。

- ◆**純度 purity** 定量分析により決定した主成分の試料中に占める割合を純度とよぶ。通常、純度は質量比 w/w で示されるが、利用目的によっては重量の代わりに容量で比 v/v を取る場合がある。そのため、主成分あるいは全試料の測定方法を示す符号を純度とともに併記する場合もある。

2. NO₂の比色分析実験

【準備】 ザルツマン試薬, 10 mg/L(10 ppm)亜硝酸イオン(NaNO₂)標準溶液, 純水, 1000 μL マイクロピペット, 5 mL メスピペット, 安全ピペッター, 試験管(4), 100 mL ビーカー, 45 L ポリエチレン袋, 輪ゴム, 分光セル

【検量線のグラフ作成】

- 試験管 4 本に下の表のとおり, 亜硝酸イオン標準溶液とザルツマン試薬を加えよく混ぜる。
亜硝酸液は 1000 μL マイクロピペットでザルツマン試薬は 5 mL メスピペットではかり取る。
- 5 分以上静置し, 分光光度計用セルに注ぎ入れ, 545 nm の波長の吸光度を測定する。
- 検量線のグラフを作成する。(静置している間に次の実験を行う。)

【気体中の NO₂ の定量】

- 呼気(吐いた息), 空気, ガスコンロの燃焼後の排気などをポリ袋に約 1/2 体積(約 20 L)採取する。
- ポリ袋にザルツマン試薬 5.00 mL を注ぎ込み, 気体が漏れないようにして, 1 分間振り混ぜる。
- 100 mL ビーカーに取り出し, 5 分間静置したあと, 分光光度計のセルに注ぎ入れる。
(待ち時間に, ポリ袋を水道水でよく洗い, しっかり水を切っておく。)
- 545 nm の波長の吸光度を測定し, 検量線から含まれていた NO₂ の体積[L]を求める。
- その気体中に含まれる NO₂ 濃度を ppm 単位で求める。

【結果】

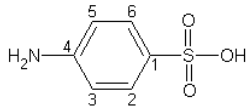
この体積混ぜる		混合した溶液中の			545 nm の 吸光度 absorbance
NO ₂ ⁻ 標準溶液 [mL]	ザルツマン 試薬[mL]	NO ₂ ⁻ 質量 [μg]	NO ₂ 質量 ※ [μg]	NO ₂ 体積 [×10 ⁻⁶ L]	
0.00	5.00	0.00	0.00	0.00	
0.20	4.80	2.00	2.38	1.24	
0.40	4.60	4.00	4.76	2.49	
0.60	4.40	6.00	7.14	3.73	

※ザルツマン係数を 0.84 としている。

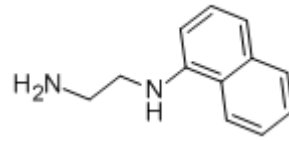
	吸光度 ABS	NO ₂	
		体積 [×10 ⁻⁶ L]	濃度 [ppmv]
呼気			
実験室の空気			
ストーブの排気			
自動車の排ガス			

◆ザルツマン試薬

二酸化窒素と反応し赤く呈色する試薬。吸光光度法により、大気中の二酸化窒素濃度を測定するのに使用される。1 L にスルファニル酸 5.0 g，酢酸 50 mL（又はリン酸 30 mL），N-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 50 mg を含む。

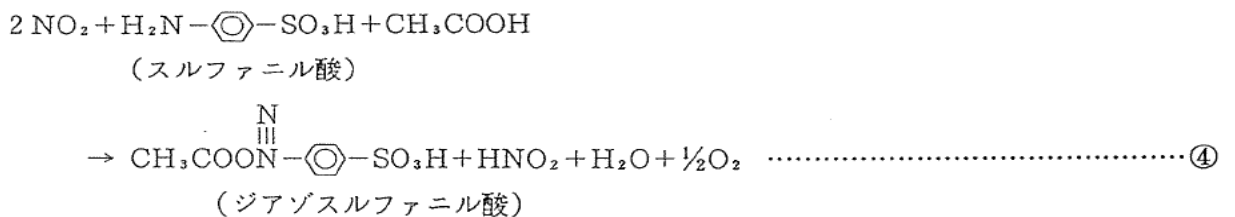
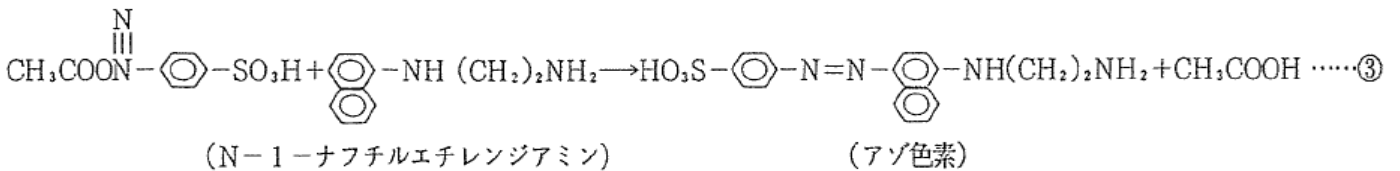
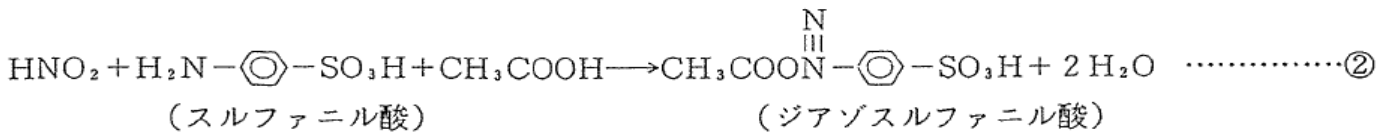
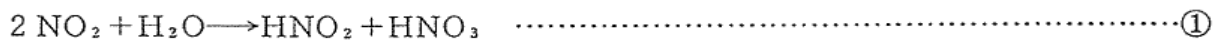


スルファニル酸 4-アミノベンゼン-1-スルホン酸
Sulfanilic acid 4-Aminobenzene-1-sulfonic acid



N-(1-ナフチル)エチレンジアミン
N-(1-Naphtyl)ethylenediamine

◆ザルツマン試薬の呈色反応



◆理想気体の状態方程式 を使って NO₂ の質量を体積に換算する方法

気体の圧力を P ，体積を V ，物質量を n ，気体定数を R ，熱力学温度（絶対温度）を T とおくと，ボイル・シャルルの法則とアボガドロの法則から， $P V = n R T$ が成り立つ。

R は，気体定数とよばれ，気体の種類に関係なく一定である。 $R = 8.31 \times 10^3 \text{ Pa} \cdot \text{L} / (\text{K} \cdot \text{mol})$

ボイルの法則；同温一定のとき一定物質量の気体の体積は圧力に反比例する。 $P V = k_1$ (一定)

シャルルの法則；圧力一定のとき，一定物質量の気体の体積は絶対温度に比例する。

$$V = k_2 T \quad (k_2 \text{ は一定}) \quad \text{絶対温度 [K]} = \text{セルシウス温度 [}^\circ\text{C]} + 273$$

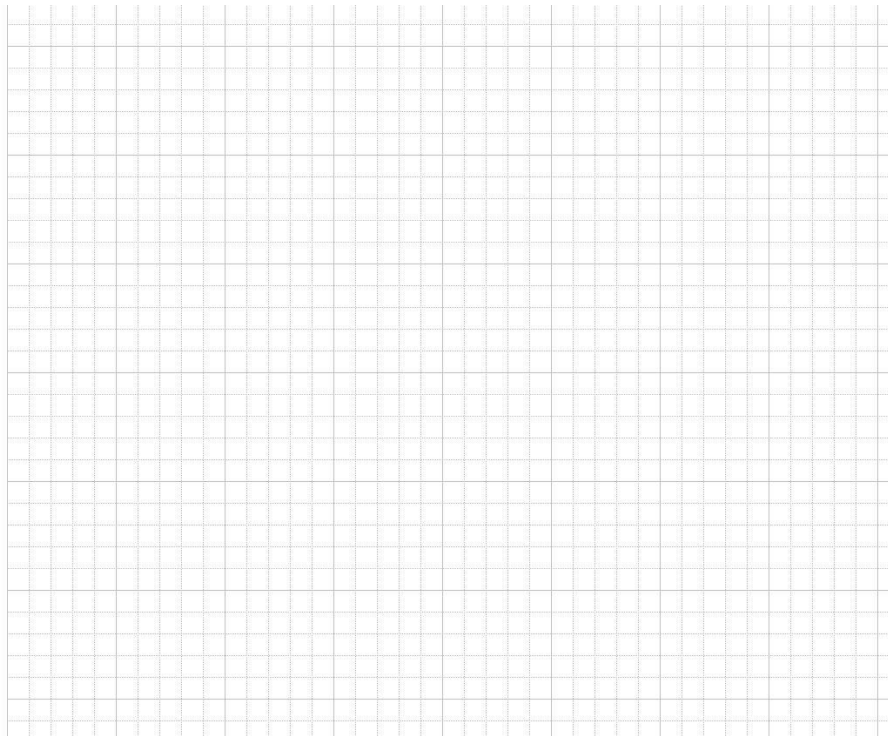
アボガドロの法則；同温・同圧・同体積の気体は，気体の種類にかかわらず，同数の分子を含む。

NO₂ = 46.0 より，質量を体積に換算する。 $n = \frac{w}{M}$ より 室温 20°C，大気圧 $1.013 \times 10^5 \text{ Pa}$ とすると，たとえば，NO₂ が 4.76 mg のとき

$$V = \frac{nRT}{P} = \frac{wRT}{MP} = \frac{4.76 \times 10^{-6} \text{ g} \times 8.31 \times 10^3 \text{ Pa} \cdot \text{L} / (\text{K} \cdot \text{mol}) \times (273+20)\text{K}}{46.0 \text{ g/mol} \times 1.013 \times 10^5 \text{ Pa}} \doteq 2.49 \times 10^{-6} \text{ L}$$

1年9組 [] 番 氏名 []

検量線のグラフを作成せよ。（方眼紙に手書きするか，Excel 等で作成し印刷したものを貼付する）



NO₂ の体積に対する吸光度の検量線（測定波長 545 nm）

【考察】

1. ランベルト・ベールの法則 Lambert-Beer law とは，何か調べて説明せよ。

2. 呼気，部屋の空気，排ガスの NO₂ 濃度測定結果から，わかること，考えられることを記せ。

3. その他の考察や調べたこと