

1 食酢中の酢酸の定量 (マイクロスケール実験)

マイクロスケール化した中和滴定を利用して食酢中の酢酸の量を求める。

1.1 理論

水酸化ナトリウムと食酢中の酢酸は水溶液中で、



で示される中和反応をする。この反応式から、食酢中にあった酢酸と同物質量の水酸化ナトリウムを加えたときに丁度中和することが分かる。従って、食酢中の酢酸の濃度を x mol/L、食酢の体積を v mL とし、これに c_b mol/L の水酸化ナトリウムを v_b mL 加えたときに丁度中和したとすると、(1.1) 式より、

$$xv = c_b v_b \quad (1.2)$$

となるので、食酢中の酢酸の濃度は $x = \frac{c_b v_b}{v}$ mol/L となる。

しかし、水酸化ナトリウムは潮解性もあり、また水溶液は大気中の二酸化炭素を少しずつ吸収するので、正確な濃度の水溶液を調製するのは困難である。そこで、実験に用いる水酸化ナトリウム水溶液の濃度を、シュウ酸 ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) 標準水溶液で予め測定しておく必要がある。シュウ酸水溶液と水酸化ナトリウム水溶液は



と中和反応する。この反応式から、 c_a mol/L のシュウ酸標準溶液 v_a mL に、 c_b mol/L の水酸化ナトリウムを v'_b mL 加えたときに丁度中和したとすると

$$2 \times c_a v_a = c_b v'_b \quad (1.4)$$

となるので、実験に用いる水酸化ナトリウム水溶液の濃度は、 $c_b = \frac{2c_a v_a}{v'_b}$ mol/L となる。

以上の2種類の中和反応により、食酢中の酢酸の濃度を測定することができる。尚、溶液の体積の関係を利用して、濃度や量を測定する実験操作を、一般に滴定といい、中和反応を利用する滴定を中和滴定という。

1.2 実験

滴定は、一定量の体積の酸 (or 塩基) の水溶液を容器に取り、これに一定濃度の塩基 (or 酸) の水溶液を加えることで行う。一般的には、一定量の体積の酸 (or 塩基) の水溶液はホールピペットという器具で量り取り、これをコニカルビーカーという特殊な容器に入れ、これに一定濃度の塩基 (or 酸) の水溶液を滴下用の器具であるビュレットに入れ、ビュレットからコニカルビーカーの水溶液に滴下することで中和反応させることになる。

尚、丁度中和した点 (中和の当量点、終点) を知る為に、予めコニカルビーカー内の溶液に酸塩基指示薬 (フェノールフタレインやメチルオレンジ) を僅かに加えておく必要がある。中和点の近傍では、水溶液の液性 (酸性 ~ 塩基性) が大きく変わるので、これらの指示薬が変色したところをもって、中和点を知ることができるのである。尚、フェノールフタレインは、酸性から中性まででは無色であるが、弱塩基性になると赤色に変色する。よって、フェノールフタレインが微かに赤色に変色した点をもって中和点とする。

今回の実験 (マイクロスケール実験) では、滴定を行わせる容器をコニカルビーカーの代わりにスクリービンとし、ビュレットの代わりに先端チップ付きツベルクリン用 1mL シリンジ (0.01mL まで目盛りが刻まれている) を用いることにする。このように実験スケールを小さくすることで、必要な試薬の量を少なくすることができ (これは廃液の量も減らすことができるということでもある)、且つ実験時間も短縮することができると同時に、より安全に実験することができる。



9.0mL スクリューピン と 先端チップ付きツベルクリン用 1mL シリンジ

1.2.1 器具

先端チップ付きツベルクリン用 1mL シリンジ (0.01mL 目盛; ビュレットの代用)、スクリューピン (9mL; コニカルピーカーの代用)、1mL ホールピペット (or 連続分注ピペット)、廃液用 100mL ビーカー、キムワイプ、純水入り洗瓶、ゴーグル

1.2.2 試薬

10 倍希釈食酢、 5.00×10^{-2} mol/L シュウ酸標準溶液、濃度不明 (約 0.1mol/L) の水酸化ナトリウム水溶液 (点眼ビン)、フェノールフタレイン液 (点眼ビン)

1.2.3 操作

注意：ゴーグルを装着すること！注意：実験の途中では、決してシリンジを水道水や純水で洗浄してはいけない！

【水酸化ナトリウム水溶液の濃度測定】

- (1) スクリューピンに、1mL ホールピペット (or 連続分注ピペット) で、 5.00×10^{-2} mol/L シュウ酸標準溶液を正確に 1.00mL 量り取り、これに点眼ビンからフェノールフタレインを 1 滴加える (加えすぎてはいけない)。
- (2) 先端チップ付きツベルクリン用 1mL シリンジの先端を水酸化ナトリウム水溶液の入ったビンに入れ、ピストンを引いてシリンジ内に 1.0mL 弱 (0.90mL 程度) の水酸化ナトリウム水溶液を取り、シリンジを垂直にし、液面の目盛りを 0.01mL 単位まで読み取り (本来は最小目盛の 10 分の 1 まで読み取るがプラスチックのシリンジでは無理がある)、これを記録する。
- (3) シリンジの先端チップをスクリューピンの上に持っていき (このとき先端チップは絶対に液面に漬けてはいけない)、ピストンを押して、すこしずつ水酸化ナトリウム水溶液をスクリューピン内に滴下し、ビンを少し揺すって中和反応を起こす。最初は部分的にフェノールフタレインが赤に発色するが、溶液を混合すると水溶液には酸が十分残っているので、直ぐに色は消えるが、徐々に赤色が消えにくくなるので、そうなったら水酸化ナトリウム水溶液は 1 滴ずつ注意深く滴下して、微かに赤色が残った点を中和点 (終点) とし、直ちにシリンジを垂直に立て、液面の目盛りを 0.01mL 単位まで読み取り、これを記録する。

尚、微かに赤色になった溶液には、空気中の二酸化炭素が溶けるので、暫く放置すると色は無色になることに注意せよ。

- (4) スクリュービン内の溶液は流しに捨て、水道水で洗った後、少量の純水で濯ぎ、所定の場所に戻す。また、シリンジ内に水酸化ナトリウム水溶液を十分取っておく。
- (5) 以上の操作を 3 回繰り返す (時間がなければ 2 回)。

【10 倍希釈の食酢中の酢酸の濃度測定】

- (6) スクリュービンに、1mL ホールピペット (or 連続分注ピペット) で、10 倍希釈の食酢を正確に 1.00mL 量り取り、これに点眼ビンからフェノールフタレインを 1 滴加える (加えすぎてはいけない)。
- (7) 先端チップ付きツベルクリン用 1mL シリンジの先端を水酸化ナトリウム水溶液の入ったビンに入れ、ピストンを引いてシリンジ内に 1.0mL 弱 (0.90mL 程度) の水酸化ナトリウム水溶液を取り、シリンジを垂直にし、液面の目盛りを 0.01mL 単位まで読み取り、これを記録する。
- (8) シリンジの先端チップをスクリュービンの上に持っていき (このとき先端チップは絶対に液面に漬けてはいけない)、ピストンを押して、すこしずつ水酸化ナトリウム水溶液をスクリュービン内に滴下し、ビンを少し揺すって中和反応を起こす。最初は部分的にフェノールフタレインが赤に発色するが、溶液を混合すると水溶液には酸が十分残っているので、直ぐに色は消えるが、徐々に赤色が消えにくくなるので、そうなったら水酸化ナトリウム水溶液は 1 滴ずつ注意深く滴下して、微かに赤色が残った点を中和点 (終点) とし、直ちにシリンジを垂直に立て、液面の目盛りを 0.01mL 単位まで読み取り、これを記録する。
- 尚、微かに赤色なった溶液には、空気中の二酸化炭素が溶けるので、暫く放置すると色は無色になることに注意せよ。
- (9) スクリュービン内の溶液は流しに捨て、水道水で洗った後、少量の純水で濯ぎ、所定の場所に戻す。また、シリンジ内に水酸化ナトリウム水溶液を十分取っておく。
- (10) 以上の操作を 3 回繰り返す (時間がなければ 2 回)。
- (11) シリンジから先端チップとピストンを外し、シリンジ・ピストン・チップを水道水で洗浄した後、そのまま所定の場所に返却する。

1.2.4 結果

○ 水酸化ナトリウム水溶液の濃度の測定実験

	最初の目盛 (mL)	終点での目盛 (mL)	滴下した NaOH _{aq} の体積 (mL)
1 回目			
2 回目			
3 回目			
平均値	*****	*****	$v'_b =$

従って、式 (1.4) より、

$$c_a = 5.00 \times 10^{-2} \text{ mol/L}、v_a = 1.00 \text{ mL} \text{ であるから、}$$

実験に使用した NaOH 水溶液の濃度 $c_b =$ _____ mol/L

○ 10 倍希釈の食酢の濃度の測定実験

	最初の目盛 (mL)	終点での目盛 (mL)	滴下した NaOHaq の体積 (mL)
1 回目			
2 回目			
3 回目			
平均値	*****	*****	$v =$

従って、式 (1.2) より、

$c_b =$ mol/L、 $v = 1.00$ mL であるから、

10 倍希釈の食酢中の酢酸の濃度 $x =$ mol/L

- ◎ よって、食酢の密度を 1.0g/cm^3 であるとする、食酢中の酢酸の濃度は $10x =$
 mol/L となるので、食酢中の酢酸の質量百分率は、食酢 $1.0\text{L} = 1000\text{g}$ で、ここに含まれる
 酢酸の物質量は mol であるから、酢酸 (モル質量= 60g/mol) の質量は
 g となるので、求める酢酸の質量百分率は % となる。

1.3 考察

実験結果 (2011.8.25 実施)

ミツカンの純米酢 (酸度=4.5%と表記されている) を使用して、この食酢 (酢の酸は全て酢酸であるとして) の酢酸の濃度を求めた。

○ 水酸化ナトリウム水溶液の濃度の測定実験

	最初の目盛 (mL)	終点での目盛 (mL)	滴下した NaOHaq の体積 (mL)
1 回目	0.95	0.11	0.84
2 回目	0.95	0.12	0.83
3 回目	0.95	0.10	0.85
平均値	*****	*****	$v'_b = 0.84$

従って、式 (1.4) より、

$c_a = 5.00 \times 10^{-2}$ mol/L、 $v_a = 1.00$ mL であるから、

実験に使用した NaOH 水溶液の濃度 $c_b = 1.19 \times 10^{-1}$ mol/L = 1.2×10^{-1} mol/L

○ 10 倍希釈の食酢の濃度の測定実験

	最初の目盛 (mL)	終点での目盛 (mL)	滴下した NaOHaq の体積 (mL)
1 回目	0.95	0.29	0.66
2 回目	0.96	0.29	0.67
3 回目	0.98	0.30	0.68
平均値	*****	*****	$v = 0.67$

従って、式 (1.2) より、

$c_b = 1.19 \times 10^{-1}$ mol/L、 $v = 1.00$ mL であるから、

10 倍希釈の食酢中の酢酸の濃度 $x = 7.97 \times 10^{-2}$ mol/L

- よって、食酢の密度を 1.0g/cm^3 であるとする、食酢中の酢酸の濃度は $10x = 7.97 \times 10^{-1}$ mol/L となるので、食酢中の酢酸の質量百分率は、食酢 $1.0\text{L} = 1000\text{g}$ で、ここに含まれる酢酸の物質量は 7.97×10^{-1} mol であるから、酢酸 (モル質量=60g/mol) の質量は 47.8g となるので、求める酢酸の質量百分率は 4.8% となる。

- 1mL のシリンジをビュレット代わりにして中和滴定を行ったが、このマイクロスケール実験でも有効数字 2 桁程度の測定が可能であった。食酢の密度は 1.0g/cm^3 よりも大きいので、食酢中の酢酸の質量百分率も、表示の値に近い値になると思われる。