

# 実験13 中和滴定

## 1 シュウ酸標準溶液の作成

- (1) シュウ酸 $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ （2価の酸）の結晶約0.6gを直示上皿天秤で1mgの単位まで正確に秤量する。（0.6gに近ければ、たとえば0.693gでもよい。）
- (2) (1)で量ったシュウ酸を100ml メスフラスコに入れ、管壁についた試薬を純水で流し入れる。更に純水をメスフラスコの半分程まで入れ、よく振り混ぜてシュウ酸を完全に溶かす。
- (3) 純水を追加して、液面を目盛線に一致させる。（目盛線近くになったら、純水を試験管にとりガラス棒等について少しづつ追加すれば、加えすぎることはない。）ついで、メスフラスコに栓をし、栓をおさえて何回か逆さにし、中の溶液を均一に混ぜる。



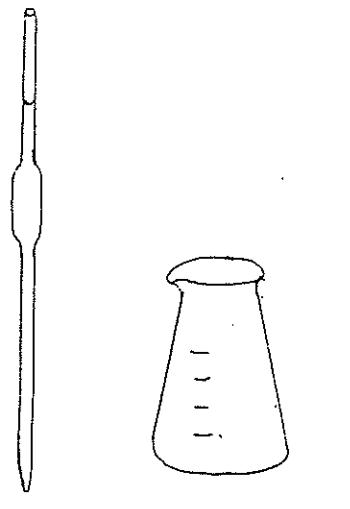
## 2 水酸化ナトリウム溶液の滴定

- (1) 濃度未知の水酸化ナトリウム溶液（青テープのある専用の洗瓶に入れてある）をピュレットに少量取り、内部を洗ってから液を流し出す。ついで、コックを閉じ、目盛の上部まで水酸化ナトリウム溶液を加え、液を少量流し出してコックの下の空気を追出す。コックを回す操作の際、一方の手で本体を支え、もう一方の手で押し気味におこなわないと、コックがゆるんで液が洩れてしまうので注意すること。（コックのすりあわせ部分にはワセリンが塗ってある。）

(2) 10mlホールピペットに1で作ったシュウ酸溶液を少量とり、内部を洗ってする。よく洗った100mlコニカルビーカー（乾燥していくともよい）に、シュウ酸溶液をホールピペットで正確に10mlとり、フェノールフタレン1~2滴加える。ピュレットから水酸化ナトリウム溶液を加え、液がわずかにピンク色になるまで加えた量を測定する。

（うすいピンク色が10~15秒消えないでいれば終点にしてよい。）

うすく色がついたように感じたら、ピュレットの目盛を読んでメモし、更に一滴加える。このときはっきりと色がついたら、先に読んだ目盛が中和点である。



ホールピペット コニカルビーカー

## ※ ホールピペットの使用法

液を目盛線の上まで吸上げ、すばやく上端を指の腹でおさえ、ついで指のおさえを加減して液面が目盛線に一致するまで液を流出させる。容器に液を出した後先端に残る少量は、ピペット上端を指でおさえ、別の手で中央部のふくらみをにぎって暖め、押出す。

- (3) (2) の測定は、1回目はおおよその量を求めるつもりで行ない、2回目以降、中和点付近を注意深く操作する。少なくとも正確なデータを3つ以上は得ること。

※注：ピュレットの目盛は必ず0.01 mlの単位（1目盛の間を10等分して読み取る）まで読み取って記録する。

## 3 食酢中の酢酸の滴定

- (1) よく洗った100mlメスフラスコに食酢を10mlとる。（メスフラスコは洗ったままでよいが、食酢をとるホールピペットは純水で洗った後、少量の食酢で内部を洗つてから使用する。）これに純水を加えて（泡立てないように壁を伝わらせながら）全量を100mlとし、栓をして均一に混合する。
- (2) 2の水酸化ナトリウム溶液の滴定と同じ要領で、シュウ酸溶液のかわりに3(1)で薄めた食酢10mlをピペットでとり（ホールピペットは純水で洗った後、薄めた食酢少量で洗つてから使用する。）、フェノールフタレンを数滴加え、水酸化ナトリウム溶液で滴定する。
- (3) 正確な測定は少なくとも3回は行ない、時間があれば試料を10mlとった後適当量の純水を加えて滴定し、滴定量が変化するかどうかを調べてみる。

## 4 問題

- (1) 使用する器具のうち、水で洗つて濡れているまま使用してよいのはどれか、またはそれはなぜか。
- (2) 3(3) の滴定前に水を加えて酸の濃度を薄くした場合、滴定結果はどうなるか。それはなぜか。
- (3) 食酢の原液の濃度は何mol/Lか。食酢の比重を1とすると、重量百分率では何%溶液か。