

分析実習におけるビュレット操作の問題点

○向日 良夫¹, 鈴木 俊宏¹, 兎川 忠靖¹, 片山 昌勅¹, 松田 兆史¹, 櫻庭 均¹
(¹明治薬大)

【目的】 本学2年次の分析系実習では、pHメーターを用いた電位差滴定法によるホウ酸の定量を実施している。滴加した標準液量とpH測定値から、滴定曲線及び微分曲線を作成し終点を求めている。そのとき滑らかな微分曲線が得られず、極大値による終点が正しく求められないことがある。そこで、適切な微分曲線を得るための工夫と学生のビュレット操作の問題点について報告する。

【方法】 日局ホウ酸の定量法に準じて、D-ソルビトールを添加して水酸化ナトリウム標準液で滴定する。指示薬にはフェノールフタレインを用い、ガラス電極を用いる電位差滴定による終点は、作図法の電位差滴定曲線と1次微分曲線により求める。電位差滴定時は、ビュレット先端にマイクロピペット用ロングチップを装着し、その先端を試料液に浸漬して滴定する。

【結果及び考察】 各班2名によるホウ酸の定量値 ($n=30$) は、指示薬： $100.0 \pm 1.1\%$ 、滴定曲線： $100.3 \pm 1.2\%$ 、微分曲線： $100.2 \pm 1.2\%$ と、ほぼ同様な結果が得られた。通常のビュレットによる定量値（微分曲線）は、 $100.8 \pm 2.3\%$ ($n=30$)であったが、1滴の液量が約1/3となるロングチップを装着したビュレットの使用により、定量値が $99.9 \pm 1.5\%$ ($n=32$) とばらつきが小さくなった。しかし、微分曲線の滑らかさに反映しなかったため、ビュレット操作の方に問題があると考え、滴加する mL 数でなく、実際に滴加した mL 数を確認させた。そのように読取った正しい mL 数を用いることで、より滑らかで極大の明確な微分曲線が得られるようになり、定量値は $100.2 \pm 1.2\%$ ($n=30$)であった。このようにビュレット目盛りの正しい読取りは、水剤調製時に用いるメートルガラスなどの目盛りの読取りの確かさにも通じるので、学生への注意と適確な指導が必要である。