

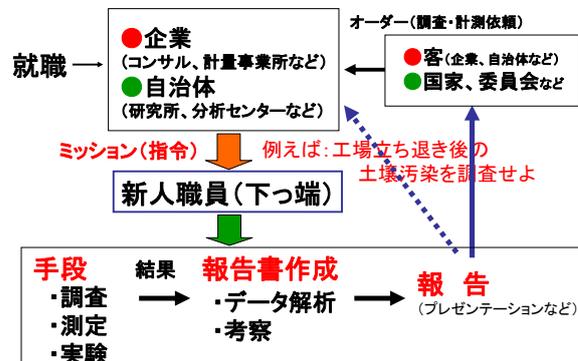
環境基礎実験(第2回目講義)

担当: 岩見、宮脇、伊藤、大島

今日の内容

1. 器具類の種類と器具・機器の取り扱い
 ガラス器具……種類、用途、**洗浄方法**、**計量上の注意**
 電子天秤(精密天秤)……使用方法、計量上の注意
2. 水について
3. 薬品(試薬)の取り扱い
4. 試薬類の調整
 濃度の計算……百分率濃度、モル濃度 etc.
 濃度の調整方法……操作手順
5. 器具の洗浄と溶液の計量
 ・汚れたビーカーの洗浄
 ・メスシリンダーによる溶液の計量

1年次の実験実習の大切さ



ある計測業者に土壤の定期観測を依頼し、以下のデータ得た

	10/1	11/1	12/1	1/10	1/10	2/1	3/1	4/1	5/1	6/1
pH値	5.8	4.5	3.6	14.5	12.8	7.8	18.8	8.3	2.9	6.1

机の上の器具類



2-1 ガラス器具等の取り扱い

一般的なガラス器具



ビーカー



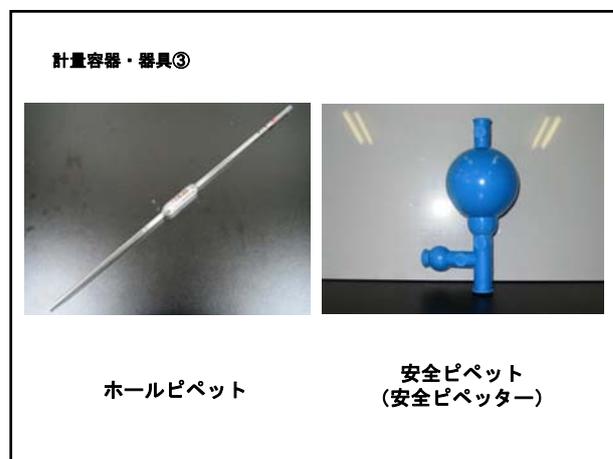
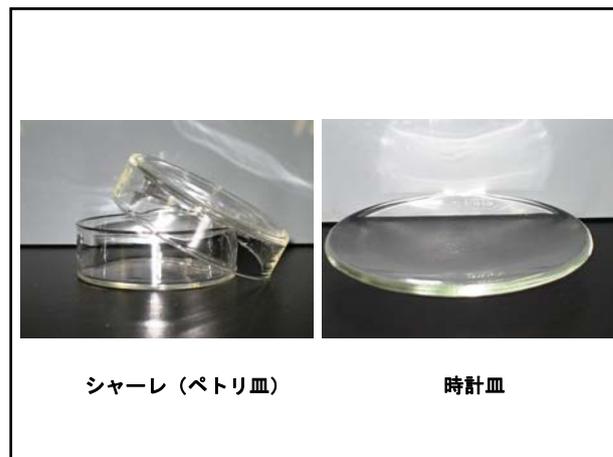
三角フラスコ



コニカルビーカー



試験管



計量容器・器具④



乳頭

メスピペット

計量容器・器具⑤



ビュレット

ビュレットは架台に固定して使う

その他実験器具



洗浄ビン

スパーテル



分液ロート

溶存酸素ビン(ふらんビン)



蒸発皿 (磁皿)

るつぼさみ (トング)

ろ過関連①

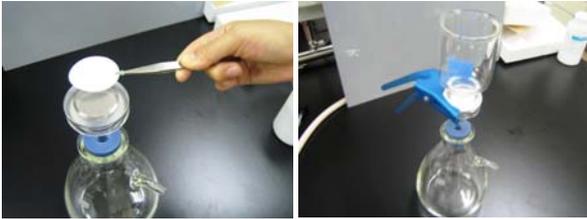


セパロート (減圧濾過用 フィルターホルダー)

ろ過瓶 (耐圧瓶)

アスピレーター (吸引器)

ろ過関連②



ベース上にも紙を置く

ファンネルをクランプで留める

ろ過関連③

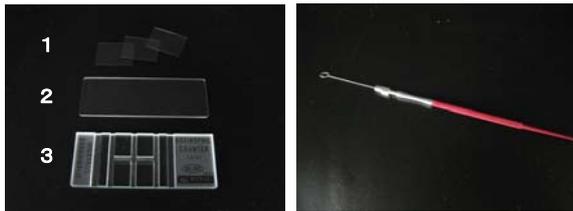


シリンジ
(注射筒)



ロート

微生物実験関連①



- 1 カバーガラス
- 2 スライドガラス
- 3 計算盤 (微生物計数盤)

エーゼ (白金耳)

微生物実験関連②



パスツールピペット



ガスバーナー

透視度計



透視度計

下部拡大

2-1-2 ガラス器具等の取り扱い

(1) 水の分析

化学分析の中でも微量・低濃度の場合が多い。

環境分析で用いられるmg/Lまたはmg/kgという濃度は、%の 10^{-4} 倍にあたる。

したがって、洗い方のちょっとした手落ちが分析誤差のもとになる。

器具の洗い方は水質分析の最も基本である。

(2) 器具類

使用直後に十分に洗浄し、所定の場所に片づける。

新品のまだ使っていない器具については、使用前にも洗浄する。

(3) ビーカー、フラスコ、ビン類の洗い方

(a) 溶液類を扱ったもの

洗剤またはクレンザーをつけたスポンジまたはブラシで洗い、水道水で泡がなくなるまで**少なくとも3回はすすぐ（通常10回）**。次いで**2回以上純水**（または**蒸留水**）ですすぐ。

重金属測定用に用いる器具は、**酸槽**に一晩着け置き取り出した後、上記同様にすすぐ。

(b) 沈澱物、固体、泥を扱ったもの

最初に中性洗剤またはクレンザーで洗い、**3回以上水道水ですすぐ**。次いで**2回以上の純水ですすぐ**。

(c) 酸類を扱った容器

最初に水ですすいで酸を除去しないと、洗剤の石鹸分が析出する。

(d) BOD(生物学的酸素要求量)の測定で使う溶解酸素ビン

フタと本体が組になっていて、内容積が測定されているから、フタと本体の番号を洗う時に一致させる（基本的に水系で結んである）



(4) メスフラスコ、分液ロートの洗い方

メスフラスコ、分液ロートなど、内部の洗浄が不十分になりやすい器具は、**外側のみ前記同様**に中性洗剤またはクレンザーで洗浄し、水道水でよくすすいだ後、**超音波洗浄機で洗浄**する。

(5) ビュレットの洗い方

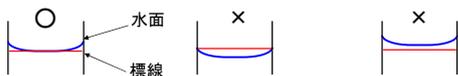
ビュレット、コック等のすり合わせのグリースは、洗う前にふき取ること。
超音波洗浄機に入れて洗浄する。

※注意：強アルカリの取り扱い

水酸化ナトリウムなど強アルカリを扱ったときは、**アルカリでガラスが侵される**ため使用後すぐによく洗う。

標線の読み方

メスフラスコ、ホールピペット、メスピペット、メスシリンダーなどの標線は、**目の高さ**で正確に読み取る様に操作すること。水面は表面張力で湾曲する(**メニスカス(英語meniscus)**)ので、湾曲底部で標線と一致させる。同じ液量でも斜めから見ると違って見えるので、**標線の真横**から読み取る。



2-2 電子天秤の取り扱い

(1) 天秤の種類と性能

化学実験において、**物質の重さを正確に知る**必要がある。

したがって、物質の重さ(正しくは質量)を測定するための**天秤**は、**化学実験**に使用する理化学機器の中で**最も重要**なものの一つである。そこで化学実験を始めるにあたって、天秤の性能およびそれらの使用方法について熟知しておく必要がある。

実験の目的および試料の重さや形状に応じて、最も適当な天秤を使用することが肝要である。

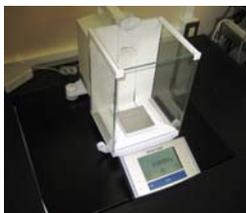
- 上皿電子天秤：微量でない試料の重さを計るのに用いる
- 電子天秤(フード付き)：通常の化学分析に使用されている。

※注意

天秤の感量(読み取れる最小目盛り)が小さくなるにつれて、その取り扱い**は極めて厳密**に行う必要があることを忘れてはならない。

現在、実験室には、**0.00001 g**まで計測できるものが設置されている。

フード付電子天秤



ガラス製のフード

ゼロ点設定ボタン

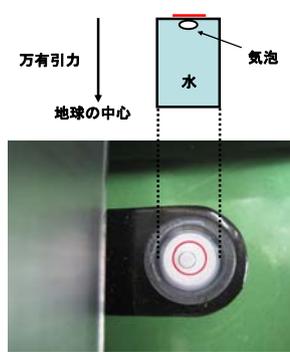


表示部拡大



天秤

1g~30kgの物が範囲が計量できる



水準計(上から見たところ)

(2) 天秤の使用上の一般的な注意

天秤に限らず、実験に使用する機器の取り扱いについては、**その性能を十分に発揮させ、常に最高の状態で使用**しうるように**保守**を行うための注意が必要である。

一般に天秤の使用上および保守のための共通な注意点

- (a) 天秤は精密な機器であるので、天秤台は**常に清潔に保ち**、特に天秤を**薬品類で汚染させてはならない**。
- (b) 天秤は**振動**に対して極めて**敏感**であるので、**水平で、振動しない台**の上に置く。
- (c) 天秤を設置したら、必ず水平になっていることを付属の水準器で確かめる。
- (d) 不用意に無用な振動や衝撃を与えてはいけない。
- (e) その天秤の、**最大秤量値以上の重量物をのせてはならない**。

(f) 使用前に必ず天秤の皿の上を備え付けの筆などで掃き、清潔にしておく。**この後に、天秤のゼロ調整**をする。

(g) 試料などを秤量する時にはこれらを**直接天秤の皿の上のせてはならない**。

試料の性質や形状などに応じて、**薬包紙、ピーカー、時計皿**を用いたり、**硫酸紙**に包んで計る。試料は**天秤の皿の中央**に置く。

吸湿性の物質を正確に秤量しようとする時には、**秤量ピン**を使用する。秤量ピンは、あらかじめ洗って清浄にし、乾燥した後にその重さを計っておく。

(h) フードの戸は、**必ず閉めて**計量する。外部の空気の流れにより変動が生じる。

(i) **秤量物の温度は、天秤室の室温に等しく**してから計る。**室温より温度の高いものや低いものは、熱対流を生じて、その重さを正確に計ることができない**。

(j) **使用後は、天秤およびその周辺を清浄に保つ**こと。また、天秤が正常に作動しない時には、取り扱いマニュアルを確認したのち、解決しない場合は職員に連絡する。

(k) 天秤の上に試料・ガラス容器など置いたままに放置すると、装置の精度が落ちるので、十分に注意する。**素早く計量**して、試料は天秤の皿から下ろす。

(l) 電子天秤は、ウォーミングアップが必要で、**使用する前にスイッチを入れて安定させる**。機種によるが、精密測定を行うものは30分程度必要である。頻繁に使用する際は、電源は入れたままにしておく。

2-3 純水

一般的に実験において**純水**には、**蒸留、イオン交換、RO膜処理**、または、それらの組み合わせによる処理方法で製造されたものが用いられる。

表 純水の製造法と用途

純水	製造法	用途
蒸留水	水道水または井戸水をガラス容器中で蒸留したもの。電解質をわずかに含む。	普通の分析化学実験では十分
イオン交換水	イオン交換樹脂を通して精製したもの。有機物がわずかに残存する。	普通の分析化学実験では十分
RO膜処理水	MILLIPORE Elix 蒸留水、イオン交換水よりも純度の高い純水。	環境分析で行う実験のほとんどの用途において使用可能 器具洗浄の最終段階での純水によるすすぎにも用いる
超純水	MILLIPORE Milli-Q 純水をさらにイオン交換樹脂、数種類のフィルターを通して精製したもの。	ICP、ICP-MSによる検出下限値近傍の計測 TOC計による1mg/L以下の低TOCの計測など



MILLIPORE Milli-Q



2-4 薬品の取り扱い

2-4-1 等級と用途

一級：

不純物も多く、精密分析では用いられない。塩酸、硝酸（一級）は、ガラス器具洗浄用にも用いる。

特級：

一般の分析に用いる。

精密分析用：

不純物の濃度が規定されている（ラベルに記載）。

有害金属測定用：

有害重金属の含有量が低く、不純物がかなり少なくなっている。**ICP（誘導結合プラズマ発光分析）**や**ICP-MS（誘導結合プラズマ発光分析-質量分析）**での分析では必ず、この等級の硝酸を使用すること。分析・試験法において、適した等級に指示がある場合は、それに従うこと。

2-4-2試薬調整（希釈）時の注意事項

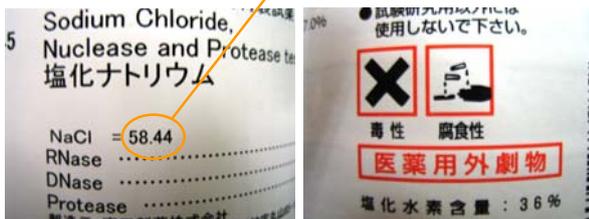
- (1) 酸を希釈し所定の濃度に調整する場合発熱するので注意する。
特に硫酸などの強酸を希釈する場合は**十分な量の水に硫酸を少量ずつ加える**。発熱が激しいときは**冷却**する。
- (2) アルカリ（固体）と水を混合する場合**発熱**するので、激しいときは冷却する。
- (3) 刺激性のガスを発生するような薬品は**ドラフト内**で使用する。
- (4) 液体の薬品は**ラベルを上向き**にして移す。
(液だれによってラベルが汚れるのを防ぐため)
- (5) 一度試薬**ビンから取った薬品**は、**試薬ビンに戻さない**こと。
- (6) 水酸化ナトリウムなどの固体で**潮解性**のものは、試薬ビンの**蓋をしっかりと閉める**こと。
- (7) 水酸化ナトリウム溶液などの**アルカリ性溶液**は**ガラス容器で保存しない**こと。
- (8) **スパーテル（薬さじ）**は**試薬ごと**に洗うかきれいなものを使用すること。

試薬



試薬ラベル

分子量が明記してある



試薬名
分子量

劇物表示
含有量

2-5 試薬の調整

(1) 濃度の定義

濃度は、一定量の溶液に溶けている溶質の質量で表わす。

(a) 物理的表示法

溶媒または溶液の一定の体積または質量中に溶けている溶質の質量または体積で表わす。

- 溶質の質量 (g) / 溶媒の体積 (L)
- 溶質の質量 (mg) / 溶液の質量 (kg) = ppm (parts per million)
- 溶質の質量 (μ g) / 溶液の質量 (kg) = ppb (parts per billion)

(b) 百分率濃度

- 重量百分率 (% wt%) : 溶液 100 g 中の溶質の重量
- 容量百分率 (vol%) : 溶液 100 cm^3 中の溶質の容量 (cm^3)
- 重量対容量比 (w/v%, v/w%) : 溶液 100 (m^3 または g) 中の溶質の量 (g または m^3)

(c) モル濃度 (M, mol/L)、重量モル濃度

溶液 1 L 中の溶質のモル数をいう。

1 L 中に1モル溶けていれば、その溶液の**モル濃度は 1 M**である。
また、溶液 1 kg 中に溶けているモル数を表わした、重量モル濃度を用いられることもある。

元素の周期表の □ 内の意味

原子番号 — 19
 元素記号 — K
 原子量 — 39.0983
 元素名 — カリウム

元素の周期表を参考に次の物質の分子量とモル濃度を計算してみよう

《課題》

次の化合物の名称を記し、分子量を求めよ。
また、この化合物の2M溶液を1L作成するときの必要な量(g)を計算せよ。

- ① KMnO_4
- ② H_2SO_4
- ③ $\text{CO}(\text{NH})_2$

レポート提出: 10月8日(土)講義開始時に回収

注意: A4レポート用紙を用いること

(参考) (d) 規定度 (N)

現在は、SI (Le System International d'Unites(仏語))単位では使用されない。反応する薬品の量を考える上で利便性の高い単位であり、分析指導書でしばしば見かけられるので、紹介する。

溶液1L中に溶けている溶質のグラム当量数をいう。
1L中に1グラム当量だけ溶けているとすると、その溶液の濃度は1Nである。

実際に溶液を調製する場合は、1.002Nというように、値に端数がつくことが多い。
このようとき、1.002Nを1N($f=1.002$)と書いてもよい。(fはファクターまたは規定度係数と呼ばれるものである。)

$$f = \text{実際に計り取った量} / \text{計算より求めた量}$$

(2) 各種の試薬溶液の調製法

(a) 液体試薬の水溶液

市販の液体試薬を希釈して希望する溶液をつくるには、まず試薬の濃度と密度から希釈率を計算する。

例えば、濃塩酸(約12M)より6M塩酸水溶液を作る場合は
 $12 \div 6 = 2$ すなわち2倍にうすめ(希釈)ればよい。

したがって、100mLの6M塩酸水溶液を作るとすると、100mLメスフラスコへ、50mL弱の水を入れ、続いて注意しながら50mLの濃塩酸を加えよく混合し、最後に標線まで純水を加える。

※注意

- 濃度の高い溶液を希釈する場合は、必ず溶媒に原液を加える。
- 硫酸を加える場合は発熱が激しいので、十分な注意が必要である。
- アンモニア水などはアンモニアの揮発が早いので、調製後の保存に気をつける。・・・しっかりと密閉すること。

(b) 固体試薬の水溶液

試薬の必要量を天秤で計りとり、溶媒に溶かす。少し温めると早く溶ける。

※注意

- 体積計(メスフラスコ)の中で溶解させてはならない。
特に、水酸化ナトリウムなど、溶解する際に発熱する試薬は溶解させないこと。
- 過マンガン酸カリウム、硝酸銀などの褐色の試薬ビンに入って市販されている試薬を用いて調製した溶液は、同様の褐色の試薬ビン中に保存する必要がある。



(c) 標準液

定量分析において、滴定中に進行する化学反応に関与する一つの成分を、分析上要求される正確さで含む溶液を標準液という。標準液に基準物質として既知量含まれるものを標準物質と呼ぶ。この標準物質の一定量を正確に秤量して水に溶かし、一定体積の溶液とすれば標準液が得られる場合、この物質を一次標準物質という。

例えば、中和滴定におけるシュウ酸やスルファミン酸、酸化還元滴定におけるシュウ酸ナトリウムなどがそれにあたる。

一次標準物質以外のものを含む標準液を調製する時には、希望する濃度に近い溶液を作り、これを適当な一次標準物質を用いて、直接あるいは間接的に標定し、ファクターを求める必要がある。

例えば、BOD(生物化学的酸素要求量)測定時に滴定に用いるチオ硫酸ナトリウム溶液の正確な濃度は、標準物質として重クロム酸カリウム溶液を用いてファクターを算出して、求める。

一次標準物質を含む標準液は、定量分析において最も基本となるので、その調製には特別な注意が要求される。

[標準液の調整方法 操作手順]

- ① 一次標準物質は日本工業規格(JIS)などで定められた方法で処理(洗浄、粉砕など)した後、計算量に近い量を上皿天秤を用いて秤量びんに取る。秤量びんは、あらかじめきれいに洗浄した後乾燥し、その重量を電子天秤(フード付き)を用いて正確に計っておく。直ちに秤量びんにフタをし、化学天秤で正確に秤量する。以上の操作において、秤量びんに直接触れてはいけない。
- ② ロート台を用いて、メスフラスコの上にロートをのせる。まず、秤量びんのフタをとって、その内面を洗びんから水を吹きつけながら、液をメスフラスコの中に洗いこむ。
- ③ 次に、秤量びんの内容物を同じ要領でメスフラスコ中に流し込み、秤量びんの内面を十分に洗う。内容物の溶解熱がかなり大きいとき、あるいは水に溶けにくい物質の場合には、ピーカーに移して完全に溶かし、冷却してから同じ要領でメスフラスコの中に流し入れる。ピーカーの内面に付着している溶液は、洗びんを用い水を吹き付けて完全に洗い込む。また、ロートの内面に水を吹き付けて洗い込み、最後にロートの足の外壁を洗いながらロートを取り去る。
- ④ メスフラスコ丸部の中心付近まで水を加え、軽くゆすりながら十分に混合し、溶解する。次に、メスフラスコの標線より約1cm下の位置まで水を加える。その後、適当なピペットに水を吸い上げ、ピペットの外壁の水滴をろ紙でそと拭きとってから、静かにメスフラスコに差し入れ、水滴がはねないように注意しながら徐々に水を滴下し、水面の下端をきっちりと標線にあわせる。
- ⑤ メスフラスコの栓についた水をろ紙で拭きとった後、しっかりと差し込んで、メスフラスコを倒立させる操作を数回行って、溶液を均一に混合させる。出来あがった標準液は、乾燥した試薬ビンに入れて保存する。

