



第4回 科学の甲子園 全国大会

実技競技① 「つくばの名水」

実験の手引き

目 次	ページ
1. 実験上の注意事項	2
2. 実験で使用する試薬類と器具類	3, 4
3. 試薬類の使用量	4
4. 器具類の準備と使い方	5～8
5. 水質検査キットの使い方	8, 9
6. 片付け	9

1. 実験上の注意事項

(1) 保護めがねと白衣の着用

実験中は保護めがねと白衣を必ず着用すること。実験用手袋も用意してあるので、アルカリを用いる際には着用すること。

(2) マイクロスケール化学実験

マイクロスケール化学実験とは、実験のスケールを小さくして、使用する薬品類などをできるだけ少なくして行う実験である。環境にやさしいグリーンケミストリー(化学物質による環境汚染を防止し、人体や生態系への影響を最小限に抑えることを目指した化学)の理念に則っている。

本競技における実験は、4ページの「3. 試薬類の使用量」にしたがって行い、少ない使用量で精度の高い結果を出せるように努めること。

(3) 試薬類・器具類の確認

競技がスタートしたら、試薬類や器具類が揃っているかを3ページ「2. 実験で使用する試薬類と器具類」と4ページの写真で確認し、不足や不具合があれば競技支援員に申し出ること。なお、純水が不足したときは、競技支援員に申し出れば、所定の場所で補充ができる。他の試薬類、器具類などは、原則として追加補充はできないので注意すること。

(4) 器具の破損

ガラス器具等を破損したときは、競技支援員に申し出て、指示を受けること。

(5) 廃液の処理

実験で器具の洗浄に使用した水や試薬類の廃液などは、机上の廃液回収容器(取手付ポリビーカー)に入れること。廃液回収容器が一杯になったら、競技支援員に申し出ること。

(6) トラブルや体調不良など

競技中に怪我などのトラブルが発生したり、体調がすぐれなくなったときは、競技支援員に申し出ること。トイレに行く場合も申し出ること。

(7) 片付け

競技が終了したら全員で片付けを行うので、競技支援員の指示にしたがうこと。詳細は9ページの「6. 片付け」で確認すること。

(8) その他

競技に必要な基本的事項は「問題」と、この「実験の手引き」に記載してあるので熟読すること。したがって、競技中の質問は原則として受け付けない。

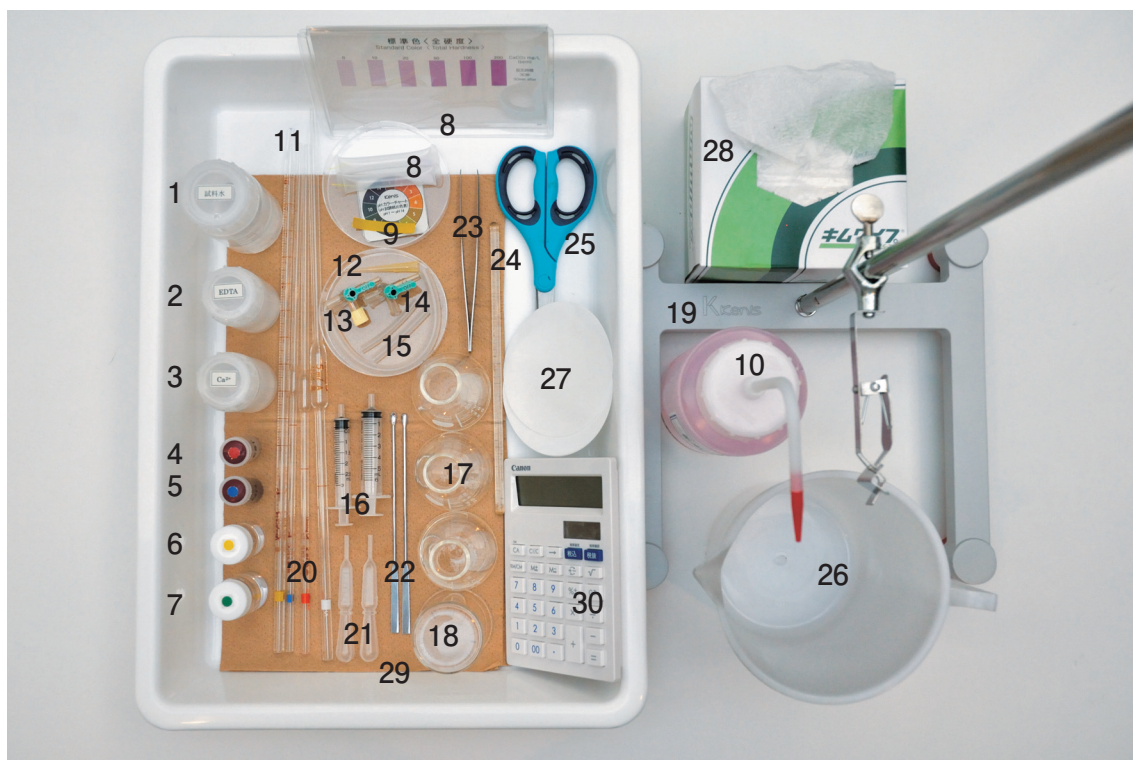
2. 実験で使用する試薬類と器具類 (p4 の写真参照)

試薬類 ※純水を除き原則として補充はできない。

No.	名称・濃度など	試薬の入っている容器と備考 ([]内はラベルの表記やシールの色)	内容量
1	試料水(つくばの名水)	100 mL PP 広口ビン [試料水]	100 mL
2	EDTA 溶液(約 1×10^{-2} mol/L)	50 mL PP 広口ビン [EDTA]	50 mL
3	Ca ²⁺ 標準溶液(1.00×10^{-3} mol/L)	50 mL PP 広口ビン [Ca ²⁺]	50 mL
4	EBT 指示薬(Na ₂ SO ₄ 希釈粉末)	5 mL サンプル管 [●]	1 g
5	NN 指示薬(K ₂ SO ₄ 希釈粉末)	5 mL サンプル管 [●]	1 g
6	pH 10(NH ₃ -NH ₄ Cl)緩衝液	10 mL スクリュー管 [●]	10 mL
7	KOH 水溶液(3.0 mol/L)	20 mL スクリュー管 [●]	15 mL
8	水質検査キット	全硬度測定用チューブ 標準色(比色表)付	2本
9	pH 試験紙・比色表	測定範囲 pH 1 ~ 14	5 cm
10	純水	500 mL 洗浄ビン ※補充可	500 mL

器具類

No.	名称	規格・用途など	数量
11	メスピペット	容量 1 mL, 目盛 0.01 mL。マイクロビュレット本体として使用する。	1
12	ピペットチップ	三方活栓に接続し、マイクロビュレット先端部に使用する。	1
13	三方活栓 A	キャップ付き。メスピペット先端とピペットチップを接続する。	1
14	三方活栓 B	キャップなし。メスピペット後端とシリンジを接続する。	1
15	シリコンチューブ	内径 3 mm, 4 mm, 5 mm の3種類。適当な長さに切り、部品同士の接続や固定に使用する。	5 ~ 15 cm
16	シリンジ(注射筒)	容量 2.5 mL, 5 mL の2種類。マイクロビュレットやホールピペットに溶液を吸い上げるときに使用する。	各1
17	50 mL 三角フラスコ	滴定のときに Ca ²⁺ 標準溶液や試料水を入れる。	3
18	50 mL ビーカー	パックテストのときに試料水を入れる。	1
19	スタンド	付属のビュレット挟みでマイクロビュレットを支持し固定させる。	1
20	ホールピペット	容量 1 mL, 2 mL, 5 mL の3種類。Ca ²⁺ 標準溶液や試料水を正確に量り取るときに使用する。3種類を組み合わせ使用してよい。	各1
21	2 mL スポイト	pH 10 緩衝液や KOH 水溶液の添加に使用する。	2
22	ミクروسパーテル	EBT 指示薬や NN 指示薬の添加に使用する。	2
23	ピンセット	適宜使用する。	1
24	ガラス棒	適宜使用する。	1
25	はさみ	シリコンチューブを切るときに使用する。	1
26	取手付ポリビーカー	洗浄水や廃液等の回収に使用する。	1
27	ろ紙	滴定のときに三角フラスコの下に敷いて呈色を見る。	2枚
28	キムワイプ	ティッシュペーパーや紙タオルとして使用する。	1箱
29	キムタオル	紙タオルとして使用する。	5枚
30	電卓	計算に使用する。	1



実験で使用する試薬類と器具類(1～30の番号は3ページの表のNo.である。)

3. 試薬類の使用量

No.	試薬類	1回の測定における 使用量	備考
1	試料水(つくばの名水)	水質検査キットによる測定結果をもとに操作4, 5の滴定における使用量を決める。	使用量をホールピペットで正確に採取する。
2	EDTA 溶液 (約 1×10^{-2} mol/L)	1 mL 未満を厳守し, 滴定量は小数第3位(最後の値は目分量)まで正確に計測する。	マイクロビュレットへのEDTA 溶液の充てんは, 先端を溶液に入れてシリンジで吸い上げて行う。溶液の吸い上げや滴下の際には三方活栓のコックの位置に注意する。
3	Ca^{2+} 標準溶液 (1.00×10^{-3} mol/L)	5.00 mL	ホールピペットで正確に採取する。
4	EBT 指示薬 (Na_2SO_4 希釈粉末)	ミクロスパーテル約 $\frac{1}{5}$ 杯	呈色が濃すぎたり薄すぎたりしないように適量を加える。呈色の様子は問題2ページを参照のこと。
5	NN 指示薬 (K_2SO_4 希釈粉末)	ミクロスパーテル約 $\frac{1}{5}$ 杯	
6	pH 10(NH_3 - NH_4Cl) 緩衝液	約 1 mL	スポイトで加える。溶液の pH は pH 試験紙で確認することができる。
7	KOH 水溶液(3.0 mol/L)	約 1 mL。 Mg^{2+} が共存するときは, 3～5 分間放置してから, 指示薬を加える。	
8	水質検査キット (全硬度測定用チューブ)	1本	使用法は 8, 9 ページを参照のこと。
9	pH 試験紙	1 cm 程度	pH の確認に使用できる。
10	純水	適宜	器具類の洗浄等に使用する。

4. 器具類の準備と使い方

(1) 器具の洗浄

- ① 実験で使用する器具は洗浄済みであり、そのまま使用してもよい。実験中に洗浄が必要になったときは、洗浄ビンの純水で2～3回すすぎ洗いをする。洗浄後に水滴を拭く必要があるときはキムワイプを使用する。
- ② 液体の体積の計量や測定に使用する器具については、使用直前に器具に入れる溶液を洗液とした「共洗い（ともあらい）」が必要になる場合がある。

(2) マイクロビュレットの組み立てと2.5 mL シリンジの取り付け

・3ページの「実験で使用する器具類」のNo.11～16の材料を使用する。

① マイクロビュレットの組み立て方（図1～図3参照）

- ・メスピペット先端に接続する三方活栓Aは、側方接続口のキャップをしっかりと締めて密栓する。
- ・ピペットチップを三方活栓Aの細い方の接続口に、しっかりと差し込み、適当な長さに切ったシリコンチューブで、両者を固定する。
- ・シリコンチューブを適当な長さに切って三方活栓Aの太い方の接続口につなぎ、接続口の奥までしっかりと差し込む。
- ・1 mL メスピペットの先端をシリコンチューブに深く差し込む。このとき、メスピペットの先端を三方活栓Aの接続口に入り込ませて安定させ、三方活栓Aとメスピペット先端とのすき間をできるだけ少なくする。

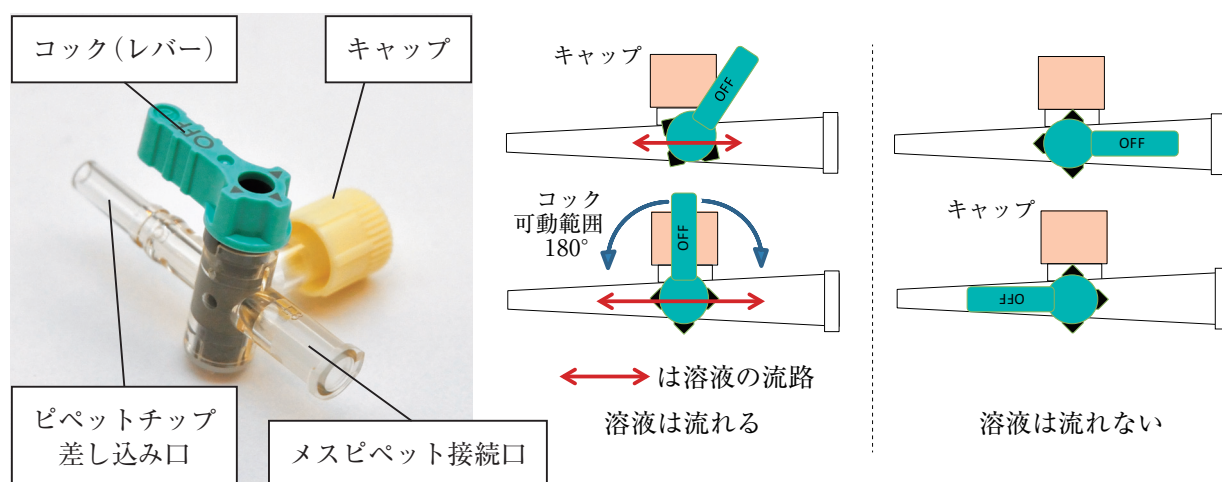


図1 三方活栓Aとコックの位置による溶液の流路

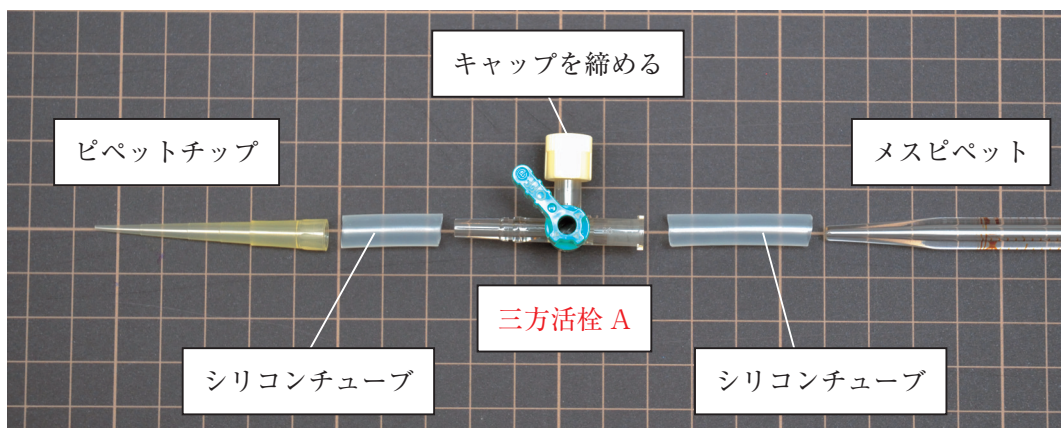


図2 使用する部品と組み立て方法 (背景の罫線は1目盛1cm)

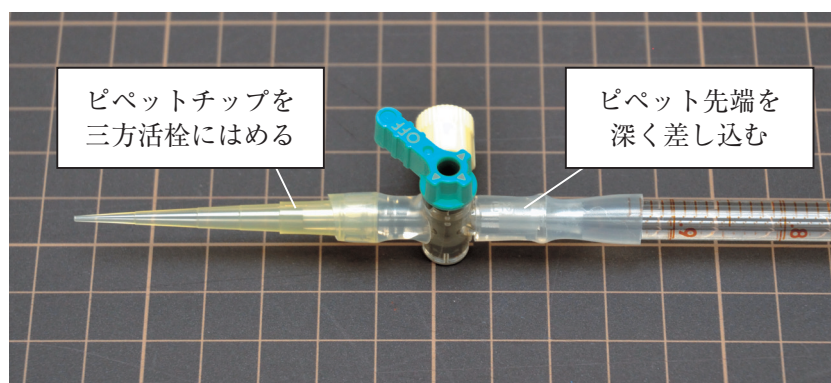


図3 完成したマイクロビュレット先端部分

② 2.5 mL シリンジの取り付け (図4～図6 参照)

- ・三方活栓B (キャップなし) に2種類のシリコンチューブを適当な長さに切ってつなぐ。
- ・これらのシリコンチューブにメスピペットの後端と2.5 mL シリンジをそれぞれつなぐ。

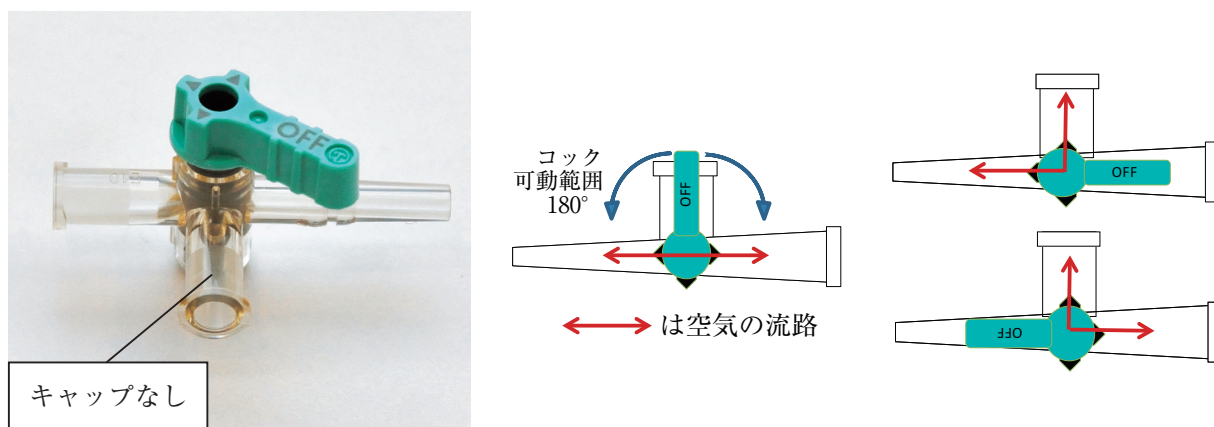


図4 三方活栓Bとコックの位置による空気の流路

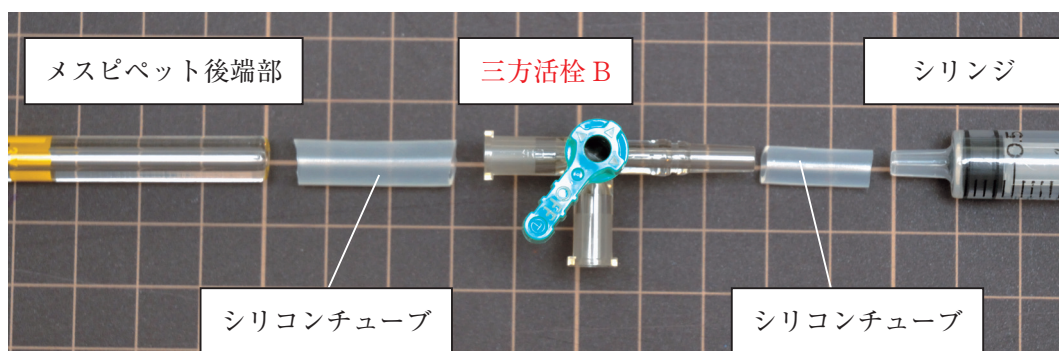


図5 部品と組み立て方法

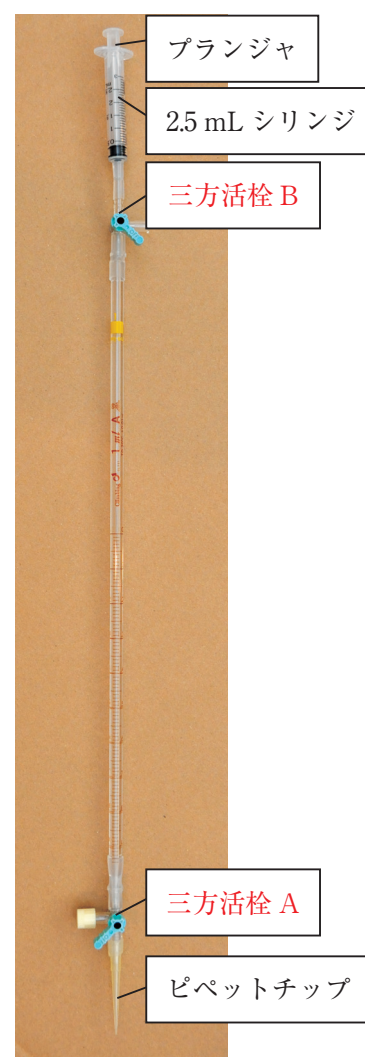


図6 完成したシリンジ取り付け部分

(3) マイクロビュレットへの EDTA 溶液の充てん法(右図)

- ・2つの三方活栓 A, B のコック(レバー)をそれぞれ適切な位置に合わせ, シリンジのプランジャ(ピストン部)を押してシリンジ目盛を 0 にする。
- ・シリンジで溶液を吸い上げるために, 三方活栓 A, B のコックを適切な位置に合わせる。
- ・ピペットチップの先端を EDTA 溶液に入れ, シリンジのプランジャをゆっくり引いて溶液を吸い上げる^{注)}。
- ・EDTA 溶液の滴下ができるように, 三方活栓 A, B のコックをそれぞれ適切な位置に合わせる。
- ・ピペットチップの先端まで EDTA 溶液で満たされていることを確認する。
- ・EDTA 溶液の液面を, メニスカスに注意しながら, 目盛 0 に合わせる。目盛 0 に合わせるのが難しいときは, 0.001 mL の位まで読み取る(小数第 3 位は目分量で読む)。読み取った目盛が滴定の始点になる。

注) 吸い上げた溶液中に気泡が入ってしまったときは, プランジャで溶液を押し出して取り除き, 再度溶液をゆっくり吸い上げる。
三方活栓 A のキャップやシリコンチューブによる密栓・密着が不完全だと気泡が入りやすくなる。



(4) ホールピペットによる溶液の採取法

- ・ホールピペットで Ca^{2+} 標準溶液や試料水を採取するときは、ホールピペット後端に 5 mL シリンジをシリコンチューブで接続し、標線より上までシリンジで溶液を吸い上げる。このとき、シリコンチューブやシリンジの中に溶液を吸い込まないように注意すること。
- ・次に、ホールピペットからシリコンチューブとシリンジを取り外し、すばやく人差し指でホールピペット後端をふさぐ。
- ・わずかに指をずらして、溶液の液面をゆっくり降下させ、メニスカスに注意して液面をホールピペットの標線に一致させる。
- ・採取した溶液すべてを三角フラスコに移す。

(5) 滴定操作

- ・マイクロビュレットをスタンドのビュレット挟みに固定し、三方活栓 A, B のコックの操作に注意して、中和滴定と同様の操作で滴定する。
- ・滴定の終点は、溶液の色の赤味が消え、完全に青色（金属指示薬が遊離したときの色）に変化した点とする。（問題 2 ページ参照）
- ・滴定は複数回行うなど、実験の精度を高める工夫をすること。

5. 水質検査キットの使い方

(1) 測り方



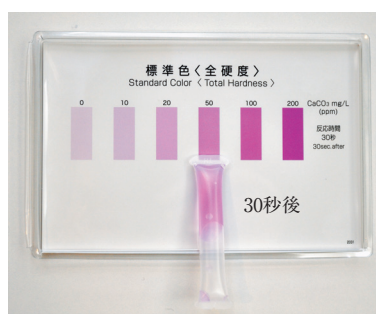
①チューブ先端のラインを引き抜く。



②穴を上にして、指でチューブを強くつまみ、中の空気を追い出す。



③そのまま②の状態、穴を検水の中に入れ、つまんだ指をゆるめ、半分くらい水を吸い込む。



④かるく10回程度振りまぜて、30秒後に図のように標準色の上に乗せて比色する。

(2) 比色と測定値の読み方

- ・ 試料水を吸い込んでから 30 秒後にチューブ内の色と標準色を比べ、一番近い色がその試料水のおよその測定値になる。
- ・ 発色が標準色の間の場合は、中間のおよその値を読む。

6. 片付け

(1) 器具類などの片付け

- ・ マイクロビュレットはビュレット挟みから外し、純水を通してすすぎ洗いをしたのち、(分解せずに)学校名と番号を書いた荷札を三方活栓 A の部分に取り付け、テーブルに置いておく。
- ・ その他、使用した器具類は中身を取手付ポリビーカーにあげ、純水ですすぎ洗いをして、白バットに戻す。
- ・ 全硬度測定用チューブや試薬類の入った容器はそのまま白バットに戻す。

(2) 廃液回収容器(取手付ポリビーカー)の片付け

- ・ 中の廃液はそのまま、白バットの横に置いておく。

(3) その他

- ・ ゴミはまとめて白バットに入れる。
- ・ 保護めがね、実験用手袋はまとめてテーブルに置いておく。白衣は持ち帰る。