

クロマトグラフィーを用いた濃度測定 真和中学高等学校 化学部

1. 目的

未知の溶液の濃度を測定する実験方法は中和滴定が一般的だが、実験に多くのガラス器具を使用し、操作が煩雑である。そこで、ペーパークロマトグラフィーを用いて少ない手順でも濃度の測定ができる方法を模索する。

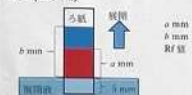
2. 使用する試薬

- ・ADVANTEC 円形定性ろ紙 No.2
- ・フェニルフルオレン溶液(以下 PF)
- ・フェニルフルオレン 1.0 g をエタノール 90% で溶解
- ・メチルレッド(以下 MR)
- ・メチルレッド 0.10 g をエタノール 90% で溶解
- ・塩基 水酸化ナトリウム水溶液
- ・酸 塩酸、シュウ酸水溶液、塩酸、食酢

3. 実験装置(図参照)



4. 原理(図参照)



5. 基礎実験

(1) 基礎実験1 同時に実験するろ紙の本数により結果が異なるかを検証する。



ろ紙の本数を増やしても、濃度量に大きな違いがない。したがって4枚ずつ実験する。

(2) 基礎実験2 ろ紙の幅の違により吸着に差が生じるかどうかを検証する。



ろ紙の幅を変えても濃度量に変化がない。したがって、水溶液の量やろ紙の量を考慮して、幅 10 mm で実験を行うことにした。

6. 実験1 水酸化ナトリウム水溶液

(1) PF 溶液 100 μ L + 0.005, 0.047, 0.0095 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液 10 mL
10 分間置置し、展開液の移動距離を測る。

(2) 結果 指示薬と展開液の移動距離を示したグラフである。



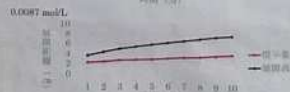
6 分から値が一定になっているため、6 分での配液を用いる。
6 分間置置させたろ紙の様子



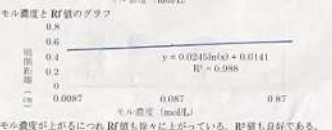
7. 実験2 硫酸

(1) MR 100 μ L + 1.2, 0.087, 0.0087 mol/L 硫酸 10 mL

(2) 結果 1.2 mol/L



結果では、5 分過ぎてから結果がほぼ一定になっているため、5 分での値を使用する。また、ここから先の結果についても5 分での値を用いる。
5 分間置置させたろ紙の様子

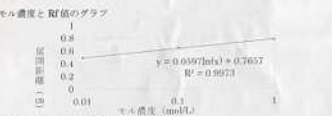


モル濃度が上がるにつれ R 値も徐々に上がっている。R 値も良好である。

8. 実験3 シュウ酸

(1) MR 100 μ L + 0.98, 0.10, 0.010 mol/L シュウ酸水溶液 10 mL

(2) 結果

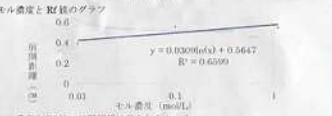


硫酸と同じような、良好な結果が得られた。

9. 実験4 塩酸

(1) MR 100 μ L + 1.1, 0.10, 0.010 mol/L 塩酸 10 mL

(2) 結果



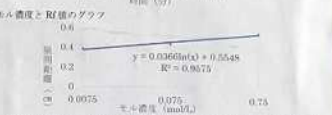
モル濃度と R 値に相関関係は見られなかった。

10. 実験5 食酢

参考として食酢の R 値を測定した。食酢には酢酸以外にも様々な化合物が含まれているが、教科書等で食酢に含まれる酢酸のみとする設定が多く見られるため、酢酸とみなして実験を行った。

(1) MR 100 μ L + 食酢(Mishan 殺菌酢、純度 4.2%) 10 mL
10 倍希釈食酢(0.075 mol/L) 10 mL
100 倍希釈食酢(0.0075 mol/L) 100 mL

(2) 結果



不純物を多く含んでいるにも関わらず、硫酸、塩酸と同様に、良好な結果がみられた。

11. まとめ

(1) 塩基 (水酸化ナトリウム水溶液) について
・R 値とモル濃度の関係が式化することはできなかった。
・シャーレの面積が大きいため、空気との接触が多くなり、二酸化炭素の影響や水分の影響があったと考えられる。
・1.0 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液では、色が薄すぎて目視による計測ができなかった。これは、pH13 以上になると、フェニルフルオレンの構造がさらに変化して赤の発色が減ってしまうからである。pH13 以上 (水酸化ナトリウム水溶液 0.10 mol/L 以上) の場合は別の指示薬を用いる必要があった。したがって、フェニルフルオレンを用いる場合は、ある程度濃度を薄める (0.10 mol/L 以下にする) 必要がある。

(2) 酸について
硫酸、シュウ酸、食酢において、それぞれ 0.0087~1.0 mol/L、0.010~0.98 mol/L、0.0075~0.75 mol/L の範囲で式化することができた。(y = ax + b)
R 値_{硫酸} = -0.0245ln(x) + 0.6141
R 値_{シュウ酸} = -0.0397ln(x) + 0.7667
R 値_{食酢} = -0.0360ln(x) + 0.5548
・塩酸については、式化できなかった。水酸化ナトリウム水溶液と同様に、シャーレと空気との接触面積が大きく、電化水素の発生の影響があったのではないかと考えられる。

12. 研究の成果とこれからの展望

今回の実験では、実験した 12 種類の酸と塩基に対してそれぞれ濃度を求める式を作ることができた。塩酸は酸度の性質からこの今回の方法での濃度測定は適さないこともわかった。また、1 学年、ペーパークロマトグラフィー用ろ紙を用いて行った同様の実験との比較により、実験に使用するろ紙の違いは、濃度測定に必要な検出限に大きな影響を及ぼすことが分かった。しかし、希釈空間で実験を行っていないため、様々な外的環境の影響し、正確な値を得るのに困難であった。

今後の課題は、密閉容器を作り、外的要因の排除を極力行うこと。水酸化ナトリウム水溶液は BTB 溶液など別の指示薬で実験すること。水酸化ナトリウム水溶液と塩酸の濃度測定が正確な結果の検証。ペーパークロマトグラフィーを用いた濃度測定の方法をさらに試行錯誤していくことである。

13. 参考文献

- ・西田雅幸 化学部会資料 東京理科大学出版 東京理科大学出版 東京理科大学出版 11-26 2015
- ・市村大志 ペーパークロマトグラフィー 濃度測定によって異なる分離の機構 化学と教育 63 巻 12 号 2017
- ・伊藤孝 食酢(1) 日本醸造協会誌 1978