

化学実験に関する研修

材料・化学系（応用化学科） 若杉 清仁

1. 研修日時・場所

日時 平成8年6月26日～3月27日
場所 北見工業大学 化学システム工学科

2. 研修目的

私の従事している一般教養の学生化学実験に比べて、北見工大での実験の形式、内容がどのように実施されているかを知り、今後の参考にすることを目的とした。

3. 研修内容

3.1 実験形式

実験は選択科目になっており、約50名の定員で一班4～5名で行われている。

実験日は前期に化学システム工学科が担当し、週に3回行われ、後期に機能材料工学科の担当で週2回行われている。

3.2 実験項目

実験項目は強酸・強塩基および弱酸・強塩基の中和滴定、金属指示薬の性質、水道水中のカルシウムおよびマグネシウムイオンのキレート滴定などの容量分析と、オルト・フェナントロリン法による鉄の定量、酸塩基指示薬の解離定数の測定などの比色分析、蛍光指示薬および酸塩基指示薬の合成、およびアルカリ金属元素炎色反応などの実験などが行われている。

3.3 実験見学

私が見学した時の実験テーマは、比色分析に関するもので「種々の酸塩基指示薬の吸収スペクトルの測定」であった。実験に入る前に講義室で約15分間実験についての説明と注意事項があり、その後実験室に移動して実験が行われた。

実験は、吸収スペクトル測定用の試料調製から始まり、セルブランクの測定、吸収スペクトルの測定で一連の実験が終了した。以下に比色分析法について感じたことを鉄を例に記述する。

1) 比色分析

溶液発色を利用する定量法は最も古くから行われている分析法の一つで、発色溶液の色の濃さを肉眼で比較して分析していた。比色分析法の基本原理は、ランバートの法則（1760年）とベールの法則（1852年）により成立している。ランバートの法則とは、

濃度の等しい希薄溶液では吸光度（光が吸収される割合の対数）は液層の厚さに比例するという法則である。濃度（ c ）が一定条件のもとでは、図1に示したように通常は幅（ l ）10 mmのセルを使用するが、幅（ l ）を20 mm、30 mmにした場合にはその吸光度は幅（ l ）に正比例するという法則である。ベールの法則を Fe^{2+} を例に図2に示した。横軸に Fe^{2+} の濃度、縦軸に吸光度をプロットしたものであるが、それぞれの濃度に対して吸光度が正比例するという法則である。

肉眼で対比することには欠点があり、有機試薬の開発の進歩により、分析対象成分との鎖形成による呈色反応や各種装置の考案がなされ、その後、電磁波の波長領域を使用した分光光度計が発明され現在に至っている。図3に Fe^{2+} とオルト・フェナントロリン錯体の構造式を示した。

一般的に、溶液の発色を利用する分析法は感度および精度が良いことから分光光度法または吸光光度法と呼ばれ幅広く利用されている。波長と吸光度の関係を図4に示した。このようなグラフを吸収スペクトルと呼び、それぞれ固有の極大吸収波長がある。

2) 光と色と波長の関係

比色分析に用いられる試料の着色は可視光線を入射した時、その溶液に吸収される光の波長に相当する光の余色になる。余色とは、可視光線が物質に当てられた時、吸収されずに透過した光が示す色のことである。例えば、過マンガン酸カリウムの水溶液は赤紫色に見えるが、これは過マンガン酸イオンが525 nmに極大吸収を持つ緑色の光を吸収しているためである。我々の目に映るのは溶液によって吸収された光の余色である。

関係表を表1に示す。

3) セルブランクの測定

吸光度の測定には石英製またはガラス製セルを使用するが、セル固有の誤差や長時間の使用により表面に傷等が生じ、吸光度が減少する。そこで、使用するそれぞれのセルの吸光度を測定し、一番小さい透過率を示したセルを吸光度0に合わせる。他のセルの誤差は試料溶液を測定した吸光度からセルブランクを差し引くことによって、正確な吸光度を測定することができる。

4) 対照溶液

発色溶液を用いる光吸収分析では、溶媒や加えた過剰の試薬などにより少しはその光を吸収する。通常は同じセルの幅（ l ）および、試薬を通過してきた光の強さを基準にすることによって、溶媒などの吸収を考慮しないで済むように、空試験溶液を対照溶液として吸光度の0または透過率の100%調整を行う。

4. 所 感

今回の研修では、同じ国立大学でも授業の形式・内容がかなり異なり、大変参考になる所があった。例えば、実験が失敗した時の再実験やレポートの再提出などは私の所では取り入れていない制度であり、また、少人数で実験が行われているため、きめの細かいアド

バイスなどができ、学生の方も実験の内容や操作などをよく理解し、取り組み方も真面目であった。今後、良い点を見習い教官に提言していきたいと思う。

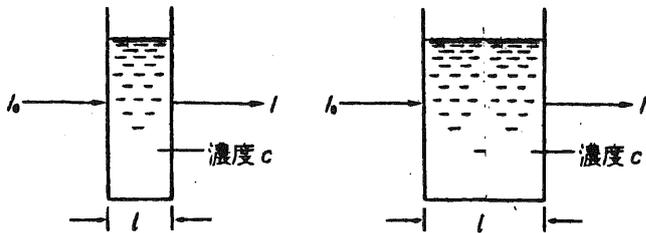


図 1 溶液による光の吸収 (ランバートの法則)

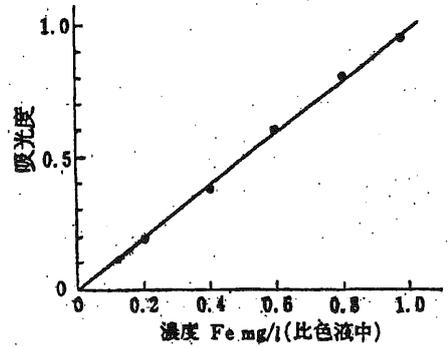


図 2 Fe^{2+} 検量線の例 (ベールの法則)

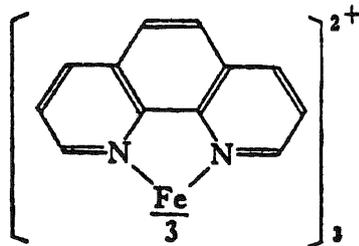


図 3 Fe^{2+} とオルト・フェナントロリン錯体

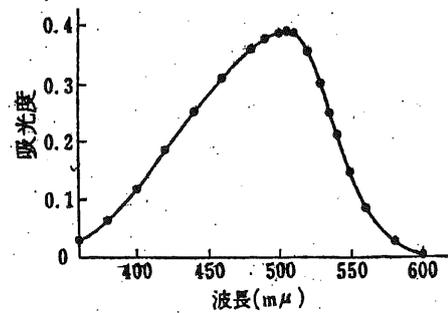


図 4 Fe^{2+} 吸収曲線の例

表 1 光の波長・色・余色の関係

波長 mμ	色	余色	波長 mμ	色	余色
~400	紫 外	—	560~580	黄 緑	紫
400~435	紫	黄 緑	580~595	黄	青
435~480	青	黄	595~610	橙	緑 青
480~490	緑 青	橙	610~750	赤	青 緑
490~500	青 緑	赤	750~	赤 外	—
500~560	緑	赤 紫			