

第23回高校生ものづくりコンテスト福岡県大会 化学分析部門 実施要項

1 趣 旨

近年、若者の製造業離れが進み、ものづくりの技術・技能の継承が危ぶまれている。我が国の持続的発展を維持するためには、産業を支える技術・技能水準の向上を図るとともに、若年技術・技能労働者を確保し、育成することが急務である。

公益社団法人全国工業高等学校長協会（以下、全工協会という）では、各高等学校で取り組んでいる、ものづくりの学習効果の発表の場として、全国の高校生が一堂に会して、技術・技能を競い合う全国的な大会を企画し、過去20回実施した。

今回は福岡県立三池工業高等学校において、高校生ものづくりコンテスト福岡県大会「化学分析部門」を実施する。

2 日 程

- (1) 令和6年6月8日（土）
 - 10時00分 関係者集合
 - 10時30分 運営委員会
 - 13時30分 事前準備・打合せ（説明・会場見学等）
 - 16時30分 解散
- (2) 令和6年6月9日（日）
 - 7時40分 関係者集合
 - 8時00分 受付開始
 - 8時45分 開会式
 - 10時00分 競技開始
 - 12時30分 競技終了、片付け、昼食
 - 15時00分 表彰式・閉会式
 - 16時00分 解散

3 会 場

福岡県立三池工業高等学校
〒836-8577 福岡県大牟田市上官町4丁目77番地
TEL 0944-53-3036 FAX 0944-52-1832

4 表 彰

(1) 各賞

表彰は部門ごとに表彰するものとし、各部門第1位から第3位までを公表し表彰する。

5 審査

(1) 審査基準の策定と公表

- ① 審査基準は、事前に策定し公表する。
- ② 審査員は、審査基準にしたがい審査判定する。
- ③ 同点の場合の優先順位は、あらかじめ協議しておく。

(2) 審査員

審査員は、大学教授・企業の技術者に委嘱するものとし各部門3名を基本とする。

6 競技規定

課題に併記する。

7 前日の競技会場・使用器具・使用薬品の説明

令和6年6月8日（土）13時30分から福岡県立三池工業高等学校で実施します。

参加できない場合は、前日までに福岡県立三池工業高等学校 工業化学科 熊丸 までご連絡ください。

8 問合せ

福岡県立三池工業高等学校 工業化学科 熊丸敦治
〒836-8577 福岡県大牟田市上官町4丁目77番地
TEL 0944-53-3036 FAX 0944-52-1832
Mail kumamaru-a2@fku.ed.jp

9 課題

(1) 課題

キレート滴定法により、試料水のカルシウム及びマグネシウムの定量を行うことで、試料水中の各硬度を求め、測定結果報告書を提出する。

(2) 競技時間

2時間 30分

(3) 実験概要

事前に乾燥処理された $\text{EDTA} \cdot 2\text{Na} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ を用いて EDTA 標準溶液を調製し、キレート滴定法により用意された試料水の全硬度・カルシウム硬度・マグネシウム硬度を求める。

(4) 実験の要件

- ① 実験方法は、JISK0101:1998 工業用水試験法の 15.1.1 及び 15.2.1、15.3.1 (49.1 及び 50.1 に準ずる。ただし、試料水には、 Fe^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Zn^{2+} 等の妨害物質は含まないものとする。
- ② 全硬度・カルシウム硬度・マグネシウム硬度は、全て炭酸カルシウム相当量[$\text{mg CaCO}_3/\text{L}$]に換算して表す。
- ③ EDTA 標準溶液は亜鉛溶液を用いた濃度標定は行わず、計算によりファクターを求める。
- ④ 実験に必要な薬品は、準備されたものの中から適切に判断して使用する。
- ⑤ 実験操作や器具の選択は、準備された器具の容量や化学実験の基本的な操作方法及び測定精度を考慮しておこなう。
※参考資料『日本工業化学教育研究会 高校生ものづくりコンテスト化学分析部門 研究委員会発行 高校生ものづくりコンテスト化学分析部門ブロック大会標準テキスト 2019年版 (キレート滴定法)』標準テキスト PDF 版
- ⑥ 課題を進めるときは、安全・実験マナー・分析技術・測定精度等を考慮する。
- ⑦ 実験結果は、測定結果報告書に記載し、競技時間内に提出する。
- ⑧ 競技会前日に実験室の施設・設備の説明を受け、各自の実験器具の収集、洗浄及び操作の確認を行う。
- ⑨ 競技会当日の競技開始前に EDTA の秤量を行う。

(5) 注意事項

- ① スマートフォンや通信機能付きの時計の持ち込みは禁止とする。
- ② マスク・白衣 (実習服) ・筆記用具・電卓・作業靴は、競技者が用意する。それ以外の踏み台等の持ち込みは禁止する。
- ③ 電卓は使用可とする。ただし、プログラム機能等の使用は失格とする。
- ④ 競技中は実験室でのルールを守り、安全に配慮する。
- ⑤ 全日程において競技委員の指示に従わない場合は失格とする。
- ⑥ 実験室内におけるビデオ・写真等の前日撮影は禁止とする。

(6) 評価の観点

- ① 作業態度
- ② 技術度
- ③ 完成度・結果

(7) 審査基準

評価観点	配点	項目	内容
作業態度 21	5	安全	服装・作業姿勢は適切か
			安全に配慮した実験ができていますか
	8	実験環境	廃液等の処理は適切か
			実験台は清潔に保たれているか
			器具・薬品類の配慮は適切か
	8	実験マナー	迷惑行為・危険行為はなかったか
破損器具・こぼした薬品等の後始末は適切か			
実験後片付けは適切か			
技術度 37	4	計画性	実験手順は正しいか
			状況を判断し、適切な行動がとれているか
	8	器具等	器具等の選択は正しいか
			器具等の配置は適切か
			器具等の取り扱いが適切か
	10	秤量・計量	秤量・計量の方法は適切か
			目盛りを読み取る姿勢は正しいか
	7	試薬・薬品類	試薬・薬品類の選択は正しいか
			試薬・薬品類の配置は適切か
			試薬・薬品類の取り扱いが適切か
8	滴定・終点操作	手際良く滴定操作ができていますか	
		終点の判断は適切か	
完成度 結果 42	10	報告書	必要事項の記載漏れがないか
	8	反応式・計算	反応式・計算は正しいか
	21	測定値	全硬度・カルシウム硬度・マグネシウム硬度は正しいか
	3	所要時間	実験は正確かつ迅速であったか
合計	100		

※同点の時は、所要時間が短い選手を成績上位者とする。

(8) 各実験台に用意されている器具・試薬等

品名	規格	数	備考
ビュレット	50mL	1	テフロンコック、 選手が持参した物でも可
ホールピペット	25mL	1	
ホールピペット	50mL	1	
メスフラスコ	250mL	1	EDTA 調製及び希釈用
ユニカルビーカー	200mL	4	
ビーカー	100mL	2	
ビーカー	200mL	1	
ビーカー	300mL	1	
ポリエチレンビーカー	2000mL	1	廃液用
ポリエチレン製試料びん (広口)	250mL	1	EDTA 標準溶液用
ポリエチレン製試料びん (広口)	500mL	1	希釈用
ビュレット台		1	米式ビュレット挟み含む
駒込ピペット	2mL	1	シリコンゴムキャップ付き
駒込ピペット	5mL	2	シリコンゴムキャップ付き
秤量びん	φ 30×30(H)以上	1	洗浄し乾燥したもののデシケーター内
デシケーター	150mm	1	秤量びんの入るもの
ガラス棒		1	
ロート	φ 45mm	1	口径サイズ
ロート	φ 60mm	1	口径サイズ
洗びん (広口)	500mL	1	精製水追加可
ピペット台	6 本掛け	1	金属製・波型
雑巾		2	
ラベル	大	2	
ゴミ箱	小	1	プラスチック製
メモ用紙	A4	1	
安全ピペッター	50mL 用	1	シリコン製・選手が持参した物でも可
メスシリンダー	50mL	1	
終点評価用紙	A4 サイズ	1	ラミネート処理
水切りかご		1	

薬さじ	中	1	ステンレス製
キムワイプ		1箱	
保護メガネ		1	選手が持参した物でも可
踏み台		1	
試料水	100mL	1	容器は100mL
KOH水溶液	適量	1	8mol/L
塩化アンモニウム -アンモニア緩衝液	適量	1	
HSNN溶液 (指示薬)	適量	1	スポイド瓶 (丸型)
E B T溶液	適量	1	スポイド瓶 (角型) アンモニアが入っていないもの
各競技者が用意するもの マスク・白衣 (実習服) ・筆記用具・電卓 (プログラム機能は使用しない) ・作業靴・ タオル類・飲料水 500mL 程度 (水筒可)			

(9) 共用として実験室に用意している器具等

品名	規格	数	備考
EDTA粉末	適量	4	
電子上皿天秤	0.01g	4	
電子化学天秤	0.1mg	4	
廃液用タンク	18L	2箇所	
純水用タンク	18L	2箇所	
薬包紙		4箱	
ゴミ箱	大	2箇所	可燃及び不燃
ほうき		2箇所	
ちりとり		2箇所	
モップ		2箇所	
ハケ		4	各天びん横に配置
耐薬手袋	大・中・小	各1箱	選手が持参した物でも可
温・湿度計		1箇所	
計時		1箇所	デジタル式 (前方)

(10) 測定操作方法

① 0.01mol/L-EDTA 標準溶液の調製

- (1) 秤量びんを精秤する。
- (2) EDTA・2Na・2H₂O を約 1.0[g]を上皿天秤で採取し、その後精秤する。
- (3) はかりとった EDTA・2Na・2H₂O をビーカーに移し、秤量びんに付いた EDTA を純水で完全に洗い落とし、適量の純水を加え溶解する。
- (4) メスフラスコ 250mL に (3) の溶液を全て移し、標線まで純水を加えてキャップをし、溶液が均一になるまで反転する。
- (5) 調製した 0.01mol/L-EDTA 標準溶液を試薬びんに移し、ラベルを書く。
(調製溶液の名称、濃度、ファクター、調製日及び調製者氏名等)

② 試料溶液の予備実験

- (1) ビュレットを 0.01mol/L-EDTA 標準溶液で共洗いした後、目盛りを 0.00mL に合わせる。
- (2) 試料溶液 5mL を駒込ピペットでコニカルビーカーに採取する。
- (3) 純水を加え、全量を 50mL にする。
- (4) 塩化アンモニウム-アンモニア緩衝溶液を 1mL と EBT 指示薬を適量加え、攪拌した後 0.01 mol/L-EDTA 標準溶液で滴定をする。
- (5) 試料溶液の色が青になったところを終点とする。
- (6) 全硬度を計算により求め、定量範囲に入るよう希釈倍率を決定する。
- (7) 希釈する必要のない場合は (3) の操作を省いてもよい。

③ 希釈操作

- (1) ホールピペットを用いて試料溶液をメスフラスコ 250mL に採取し、純水を標線まで加えてキャップをし、溶液が均一になるまで反転する。

④ 全硬度の滴定

- (1) 試料溶液の適量をホールピペットでコニカルビーカーに採取する。
- (2) 純水を加え、全量を 50 mL にする。
- (3) 塩化アンモニウム-アンモニア緩衝溶液を 1 mL と EBT 指示薬を適量加え、振り混ぜた後、0.01mol/L-EDTA 標準溶液で滴定をする。
- (4) 試料溶液の色が青になったところを終点とする。
- (5) 次の式により、試料中の全硬度の算出を行う。

$$H = \frac{(b \times F \times 1000 \times 1.001)}{V} \times D$$

H:全硬度[mgCaCO₃/L]

b:滴定に要した 0.01[mol/L]-EDTA・2Na 標準溶液[mL]

V:希釈した検水の採取量[mL]

1.001:0.01[mol/L]-EDTA・2Na 標準溶液 1 [mL]に相当する炭酸カルシウムの量[mgCaCO₃/ mL]

F:0.01[mol/L]-EDTA・2Na 標準溶液[mL]の力価

D:検水の希釈倍率

⑤ カルシウム硬度の滴定

- (1) 試料溶液の適量をホールピペットでコニカルビーカーに採取する。
- (2) 純水を加え、全量を 50 mL にする。
- (3) 8mol/L-KOH 溶液 4mL を加え振り混ぜた後、5 分間静置する。
- (4) HSNN 指示薬を適量加え、よく攪拌した後、0.01mol/L-EDTA 標準溶液で滴定をする。
- (5) 試料溶液の色が青になったところを終点とする。
- (6) 次の式により、試料中の Ca 硬度の算出を行う。

$$H_{Ca} = \frac{(a \times F \times 1000 \times 1.001)}{V} \times D$$

H_{Ca} : カルシウム硬度 [mgCaCO₃/L]

a : 滴定に要した 0.01 [mol/L]-EDTA・2Na 標準溶液 [mL]

V : 希釈した検水の採取量 [mL]

1.001: 0.01 [mol/L]-EDTA 標準溶液 1 [mL] に相当する炭酸カルシウムの量 [mgCaCO₃/mL]

F : 0.01 [mol/L]-EDTA・2Na 標準溶液の力価

D : 検水の希釈倍率

⑥ マグネシウム硬度の算出

- (1) 次の式によってマグネシウム硬度を算出する。

$$\text{マグネシウム硬度} = \text{全硬度} - \text{カルシウム硬度}$$

【参考】

○予備試験について

(1) 予備試験の目的

JIS(K0101)49.1 及び 50.1 より、定量範囲が、カルシウム硬度：Ca0.2～5mg、全硬度：Mg と Ca の含量が Ca として 0.15～5mg であるので、予備試験を全硬度で行う。

(2) 希釈倍率の決定

定量範囲とは、試料をホールピペットでコニカルビーカーに採取した量が定量範囲となるようにする。したがって、25mL のホールピペットを用いて採取し、純水を加えて 50mL とした場合、試料 25.00mL 中のカルシウムやマグネシウムの量が定量範囲となっている必要がある。

全硬度の定量範囲はマグネシウムとカルシウムの含量が 0.15～5mg であるため、試料溶液の硬度はカルシウム量で計算すると

$$0.15\text{mg では } 0.15 \times \frac{1000}{25} \times \frac{100.1}{40.1} = 14.98 \text{ mgCaCO}_3/L$$

$$5\text{mg では } 5.00 \times \frac{1000}{25} \times \frac{100.1}{40.1} = 499.25 \text{ mgCaCO}_3/L$$

の範囲となる。滴定量を考慮した場合には、できるだけ最大となる量の試料濃度とすることが望ましい。

例えば、希釈前の試料溶液 5mL を駒込ピペットで採取し、EDTA 標準溶液のファクターを 1.000 としたときの最大滴定量を換算すると、

$$\frac{499.25 \times 5.00}{1.001 \times 1000} = 2.49\text{mL} \quad \text{となるので、}$$

予備試験での EDTA 標準溶液の滴定量はおおよそ

2.5mL 以下	希釈の必要なし
2.5～12.5mL の範囲であれば	5 倍希釈
12.5～25.0mL の範囲であれば	10 倍希釈

したがって、駒込ピペットの試料の採取量の誤差や EDTA 標準溶液のファクターも考慮して、予備試験の滴定値を $V_0\text{mL}$ とし、EDTA 標準溶液のファクターを F とすると、希釈倍率 D は次のように求められる。

$$D = \frac{V_0 \times F}{2.49}$$

D の値が	1 以下の場合	希釈の必要なし
	1～5 の範囲であれば	5 倍希釈
	5～10 の範囲であれば	10 倍希釈