第25回高校生ものづくりコンテスト全国大会
化学分析部門 課題

2025年5月9日 訂正版

1 課題

キレート滴定法により、試料水（2種類）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（EDTA・2Na・2H₂Oの秤量操作は時間に含まない。）

3 実験概要

事前に乾燥処理されたEDTA・2Na・2H₂O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（2種類）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、JIS K 0101:1998 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、Fe³⁺、Cu²⁺、Zn²⁺等の妨害物質は含まないものとする。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 [mgCaCO₃/L] に換算して表す。

(2) 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。

(3) 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。

(4) 実験操作や器具の選択は、準備された計量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行う。

(5) 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。

(6) 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。

(7) 大会1日目に、実験室の施設・設備の説明を受け、各自で必要な実験器具の準備、洗浄及び操作の確認等を行う。

(8) 大会2日目の競技開始前に、EDTAの秤量を行う。

※参考資料『2019年版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（キレート滴定編）』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

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) 白衣又は作業服、作業靴、保護メガネ、耐薬品手袋、筆記用具、電卓、時計又はストップウォッチ、安全ピペッター（ゴム製）、ビュレット（25mL又は50mL）は、競技者が用意する。踏み台等の持ち込みは禁止する。安全ピペッター（ゴム製）、ビュレット（25mL）は、事務局が用意したものを使用することも可能とする。

(3) (2)とは別にビュレットを予備として、持参してもよい。

(4) 電卓のプログラム機能を使用した場合は、失格とする。

(5) 競技中は実験室でのルールを守り、安全に配慮する。

(6) 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。

(7) 競技会場内における動画、写真等の撮影は、禁止とする。

6 評価の観点

(1) 作業態度

(2) 技術度

(3) 測定結果報告書

7 審査基準

評価観点	配点	評価項目	内容	
作業態度 20	10	安全 (思考・判断)	服装・作業姿勢は適切か	
			安全に配慮した実験ができているか	
	5	実験環境 (思考・判断)	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	
	5	実験マナー (表現)	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	
			実験後の片付けは適切か	
	技術度 30	5	計画性 (思考)	実験手順は正しいか
状況を判断し、適切な行動が取れているか				
5		器具等 (判断・表現)	器具等の選択は正しいか	
			器具等の配置は適切か	
			器具等の取り扱いは適切か	
5		秤量・計量 (判断)	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	
5		試薬・薬品類 (思考・判断)	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・薬品類の取り扱いは適切か	
10		滴定終点操作 (判断・表現)	手際良く滴定操作ができているか	
			終点の判断は適切か	
測定結果 報告書 50		15	記載内容 (表現)	必要事項の記載漏れがないか
		5	反応式・計算 (判断・表現)	反応式・計算は正しいか
	5	誤差考慮 (判断)	誤差を考慮したか	
	25	測定値 (表現)	全硬度・カルシウム硬度・マグネシウム硬度は正しいか	
合計	100			

※同点の場合は、測定値や所要時間他の総合的な協議により、上位者を決定する。

8 各実験台に用意されている器具・試薬等

器具の名称	規格等	個数	備考
試料水A		1	容量は競技開始まで公開しない
試料水B		1	容量は競技開始まで公開しない
デシケーター	ガラス製	1	内径 12cm×内高さ 80mm
秤量瓶		1	恒量済み、デシケーター内 φ40mm×40mm
時計皿		1	φ100mm
ビュレット台		1	磁性（馬蹄式ビュレット挟み付き）
ホールピペット	50 mL	1	IWAKI 製 JIS Aクラス
	25 mL	1	IWAKI 製 JIS Aクラス
	10 mL	1	IWAKI 製 JIS Aクラス
	5 mL	1	IWAKI 製 JIS Aクラス
駒込ピペット	5 mL	2	シリコンゴム キャップ付き
	2 mL	1	
メスフラスコ	500 mL	1	IWAKI 製 JIS Aクラス
	250 mL	1	IWAKI 製 JIS Aクラス
ピペット置	6本架	1	ステンレス製・波型
コニカルビーカー	200 mL	4	HARIO 製 50～200mL に 25mL 毎の目盛り付き
ビーカー	500 mL	1	HARIO 製
	300 mL	1	
	200 mL	1	
	100 mL	2	
取手付ポリビーカー	1000 mL	1	廃液用（樹脂製）
細口試薬瓶	500 mL	1	ポリエチレン製・半透明（標準溶液用）
ガラスロート		1	φ上内径 45mm×足長 45mm
		1	φ上内径 30mm×足長 30mm
H S N N 指示薬	10 mL	1	メーカースポイト瓶(50mL)入り 同仁化学(富士・和光)「NN Solution(349-02061)」
E B T 指示薬	10 mL	1	スポイト瓶(30mL)入り キシダ化学「エリオクロムブラック T 溶液(910-00445)」
E D T A 粉末 (EDTA・2Na・2H ₂ O)	10 g	1	各自のデシケーター内(秤量瓶入り) 同仁化学(富士・和光)「343-01861」
K O H 水溶液	50 mL	1	関東化学特級「32344-00」を使用して希釈
塩化アンモニウム -アンモニア緩衝液	50 mL	1	富士・和光「343-1545」
pH 万能試験紙	pH 1～11	1	ADVANTEC UNIV 変色表付き
ラベル 用紙	大	1	標準溶液用、実験後は報告書に貼付る
水切りかご		1	測定操作時は実験台に置かなくてよい

洗浄瓶	500 mL	1	サンブラテック製 ポリエチレン広口タイプ
ガラス棒	15 cm	1	φ 6 × 150mm
葉さじ	T型	1	カダヤ製 さじ幅(小 8mm・大 12mm)長さ 180mm
洗浄ブラシ		1	黒馬毛 2号
洗剤			ファミリーフレッシュコンパクト
実験用ティッシュ		1箱	キムワイプ s-200
雑巾		2枚	

※試料水（未知試料）の作り方について（例）

カルシウムは、99.95%の炭酸カルシウム(富士和光 039-20932)を 1.2345 g とって少量の塩酸で溶かし、KOH水溶液にてpHを中性に調整して1 Lのメスフラスコに入れる。

マグネシウムは、0.05mol/L 塩化マグネシウム標準溶液(富士和光 135-14215)F=1.004を 50mL ホールピペットでとって、そのメスフラスコに入れ、蒸留水で希釈し標線を合わせる。

この場合の未知試料の値は次のとおりとする。

- Ca 硬度は $1.2345 \times 0.9995 \times 1000 \div 1 = 1233.88 \dots = 1230 \text{ mgCaCO}_3/\text{L}$
- Mg 硬度は $0.05 \times 1.004 \times 100.1 \times 50 \div 1 = 251.25 \dots = 251 \text{ mgCaCO}_3/\text{L}$
- 全硬度は $\dots = 1485.13 \dots = 1490 \text{ mgCaCO}_3/\text{L}$

未知試料の値は、上記の丸めていないCa 硬度、全硬度の値とする。

9 競技会場に用意している器具等

器具の名称	規格	個数	備考
ビュレット	25 mL	10	ARROW 製 JIS Aクラス
安全ピペッター	50 mL	10	シリコンゴム製 [持参可]
精製水	20 L	4	JIS K 0557 種別 A3 以上の蒸留水
メートルグラス	20 mL	10	
ゴミ箱		10	
廃液タンク	20 L	2	白色ポリタンク

10 天秤室に用意している器具・機器等

器具の名称	規格	個数	備考
精密電子天秤	精度 0.0001 g	3台	島津製作所製 ATX224R
電子上皿天秤	精度 0.01 g	3台	オーハウス製 NV422JP
葉包紙	105mm × 105mm	適宜	各天秤横に配置
ゴミ箱		1	
実験用ティッシュ		1箱	キムワイプ s-200
はけ		3本	各天秤横に配置

11 実験操作における注意事項及び確認事項

- (1) 予め準備された器具に不備があり、交換が必要な場合は申し出る。
- (2) 器具は洗浄済みではあるが、大会 1 日目の準備時間に洗浄してもよい。洗浄は各自、指定された実験台の洗い場を使用すること。また、準備時間の洗浄については、審査の対象にはしない。
- (3) 各実験台に置いてある実験器具等の中から必要なものを選び、使用すること。器具が破損したときは、競技実行委員に申し出て、予備の器具を使用してもよい。
- (4) 競技会場内での飲食は禁止だが、健康管理のため、水筒やペットボトル等のフタの閉まる飲料水を持ち込み、各実験台横の指定された場所において摂取してもよい。
- (5) 大会期間中、引率者は競技会場に入室できない。
- (6) 大会 2 日目、競技開始の前に、EDTA 秤量の時間を設ける。この時間は審査の対象となる。電子上皿天秤、精密天秤を使用し秤量操作を行う。なお、競技開始後に天秤を再度使用する場合は、競技実行委員の付き添いのもとで天秤室へ行って使用してもかまわない。
- (7) 天候、室温、湿度等の環境項目は掲示された値を記入する。
- (8) ドラフトチャンバー内で換気をしながら使用すべき試薬があるが、実験台上で安全に留意して使用すること。
- (9) 器具が破損したり、薬品をこぼしたりした場合は、速やかに競技実行委員に申し出ること。競技実行委員からの指示に従って、ケガをしないように十分注意して各自で対処すること。
- (10) 実験終了時に、使用した器具の洗浄を行い、整理整頓に努めて片付けること。
- (11) 実験終了時に、全ての廃液を廃液タンクに捨てること。ただし、試料水、試薬類、洗浄びんの中身については、廃棄する必要はない。
- (12) 全ての片付けを終えてから「測定結果報告書」と「計算メモ用紙」を提出し、持参品（保護メガネ、耐薬品手袋、筆記用具、電卓、安全ピペッター、ビュレット、飲料水）を全て持って退室すること。「測定結果報告書」と「計算メモ用紙」の提出をもって競技終了とする。競技時間内にそれらが提出されなかった場合は、審査の対象とならないので、十分注意すること。
- (13) 競技者は、許可なく競技会場へ再入場はできない。競技途中で体調不良となったりトイレに行く必要がある場合、競技実行委員に申し出て退出すること。競技を続ける場合には再入場できる。

12 測定結果報告書作成における注意事項

- (1) 報告書の様式は p 6 ～ p 7 のとおりとする。
- (2) 分子量は、次の値を使用すること。
 $\text{CaCO}_3 = 100.1$ $\text{EDTA} \cdot 2\text{Na} \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 372.24$
- (3) 計算方法は JIS に準じ、計算途中で数値を丸めないフルスケールの値を用いること。「測定結果報告書」には、次のように有効数字等を考慮して記入すること。また、必要な単位を明記すること。
 - ア EDTA 質量については、精密天秤の計量値から判断する。
 - イ EDTA 溶液のファクターについては、有効数字 4 桁とする。
 - ウ ビュレットの滴定値及び報告値については、ビュレットの読みから判断する。
 - エ 硬度の結果については、実験データの精度から有効数字を判断する。
 - オ 希釈倍率については整数又は分数で表す。
 - カ 報告値については、原則として滴定値 3 回の平均値を用いるが、平均値を用いない場合は、必ずその理由を付記する。

※測定値の評価（審査）は、報告書に記入された EDTA の質量、希釈倍率、ホールピペットの容量、報告値を引用して計算したフルスケールの値を用いる。

測定結果報告書

1 測定年月日 令和 年 月 日 () ※ 報告書提出時刻 時 分 秒

2 環境項目 天候 室温 [°C] 湿度 [%]

3 EDTA 標準溶液調製

EDTA 質量		計算式
表示濃度		
ファクター		

4 試料水 A の測定

(1) 予備試験

試料採取量		計算式
予備試験滴定値		
試料の希釈倍率		

(2) 全硬度

	滴定値	使用するホールピペットの容量	
1 回目		計算式	
2 回目			
3 回目			
報告値			

(3) カルシウム硬度

	滴定値	使用するホールピペットの容量	
1 回目		計算式	
2 回目			
3 回目			
報告値			

5 試料水Bの測定

(1) 予備試験

試料採取量		計算式
予備試験滴定値		
試料の希釈倍率		

(2) 全硬度

	滴定値	使用するホールピペットの容量	
1回目		計算式	
2回目			
3回目			
報告値			

(3) カルシウム硬度

	滴定値	使用するホールピペットの容量	
1回目		計算式	
2回目			
3回目			
報告値			

6 測定結果

	全硬度	カルシウム硬度	マグネシウム硬度
試料水 A			
試料水 B			

7 備考

EDTA ラベル貼付欄

--

メモ用紙

この用紙は、報告書と共に提出してください。

ゼッケン番号	
--------	--