

酢酸ナトリウム結晶成長における不純物の影響

5年B組 辻本 理菜
5年C組 水戸 愛琳
指導教員 鵜飼 哲真

1. 概要

酢酸ナトリウムの再結晶では、過飽和水溶液に種結晶を加えることで、長い針状の結晶ができる。この再結晶において、水溶液中にコロイド粒子が存在すると、結晶の成長が妨げられ、枝分かれすることを発見した。さらに、水溶液中にコロイド粒子が多いほど、結晶の枝分かれも多くなることが分かった。

2. 研究背景

中学生のとき理科の授業で再結晶について学習し、夏休みの課題で結晶作りに挑戦した。酢酸ナトリウムの再結晶では、過飽和状態の溶液に種結晶を落とすことで、針状の結晶が放射状に成長する（図1）。この実験において、溶液中に小さなごみなどの不純物があると結晶が枝分かれしてしまい、きれいに成長しないことに気がついた（図2）。



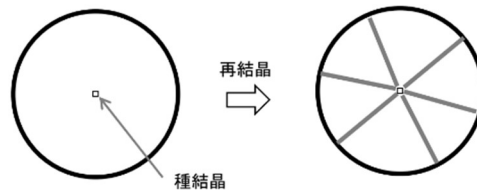
図1. 酢酸ナトリウムの針状結晶
(不純物 なし)



図2. 酢酸ナトリウムの枝分かれ結晶
(不純物 あり)

そこで、成長中の結晶がコロイド粒子（不純物）と衝突することで枝分かれが生じるのではないかと、という仮説を立て、調べることにした（図3）。

(a) 溶液中にコロイド粒子を含まないとき
針状の結晶が放射状に伸びるように成長する



(b) 溶液中にコロイド粒子を含むとき
結晶の成長が妨げられ、結晶は枝分かれする

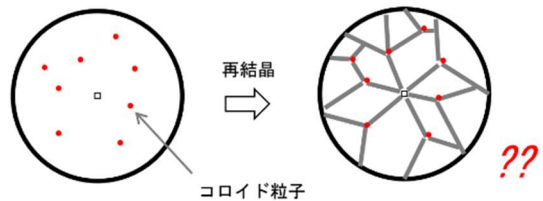


図3. 研究の仮説

3. 研究目的・意義

本研究ではコロイド粒子を不純物と見立て、コロイド溶液中における酢酸ナトリウムの再結晶を行うことで、含まれる不純物の数と結晶の枝分かれについて因果関係を明らかにする。これにより、酢酸ナトリウム結晶の枝分かれの様子から、溶液に含まれるコロイド粒子の濃度を求めることが可能

になると考えた。コロイド濃度を求める既存の分析方法としては、粒子の数を測定する単粒子測定法が挙げられるが、この手法では高度な測定技法や高額な費用が必要である¹⁾。酢酸ナトリウムは安価で安全性も高く、数分で簡単に結晶が析出することから、本研究では酢酸ナトリウムの再結晶を利用することで手軽にコロイド濃度を求める測定法の開発を目指したい。

4. 実験

実験で用いた酢酸ナトリウム三水和物は、ナカライテスク（試薬特級）をそのまま利用した。温度の測定には、アルコール温度計（0～100°C 測定用）を用いた。水浴は、東京理化工学ウオーターバス SB-350 を用いた。純水や溶液をはかり取るときは、マイクロピペット（クリアピペット EP-ML-10, 1～10 cm³ 用）を用いた。

実験 4-1 「どの濃度の酢酸ナトリウム水溶液のときに結晶が析出しやすいか」

6 本の試験管 a～f に、10.0 g の酢酸ナトリウム三水和物 $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ をそれぞれ入れた。これらに表 1 に示す量の純水をそれぞれ加えて、試験管をよく振った。

表 1. 試験管 a～f に加えた純水の体積

試験管	a	b	c	d	e	f
純水 [mL]	2	5	6	7	8	10

試験管を 80°C まで加熱し、酢酸ナトリウムを完全に溶解させた。この溶液をシャーレ（直径 9 cm）に流し入れ、室温（16.0°C）で数分間放置した。室温付近まで冷えたら、シャーレの中央に酢酸ナトリウム三水和物の種結晶（約 0.8mm）を落

とし、結晶化の様子を観察した。

実験 4-2 「シャーレに含まれるコロイド粒子の数が増えると、酢酸ナトリウム結晶の枝分かれの数も増えるのか」

デンプン 0.3g に水を加え、デンプンのコロイド水溶液を 10mL 調製した。次に 5 本の試験管 A～E に酢酸ナトリウム三水和物 10.0 g をそれぞれ入れた。表 2 に示す割合で上記のデンプン水溶液と純水を試験管に加え、よく振った。

表 2. デンプン水溶液と純水の割合

試験管	A	B	C	D	E
デンプン溶液 [mL]	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
純水 [mL]	4.9	4.8	4.7	4.6	4.5

実験 4-1 と同様に、80°C まで温めた溶液をシャーレに流し入れ、冷却してから種結晶を落とし、結晶が成長する様子を観察した。

実験 4-3 「コロイド粒子の種類により酢酸ナトリウム結晶の枝分かれに違いは見られるか」

5 本の試験管①～⑤を準備し、酢酸ナトリウム三水和物 10.0 g をそれぞれに入れた。これらにコロイド（①デンプン、②墨汁、③絵具²⁾、④牛乳、⑤ゼラチン）の水溶液 0.3mL 加え、さらに蒸留水を加えて全量が 5mL になるよう調製した。80°C まで温めた溶液をシャーレに流し入れ、冷却してから種結晶を落とし、結晶が成長する様子を観察した。

5. 結果と考察

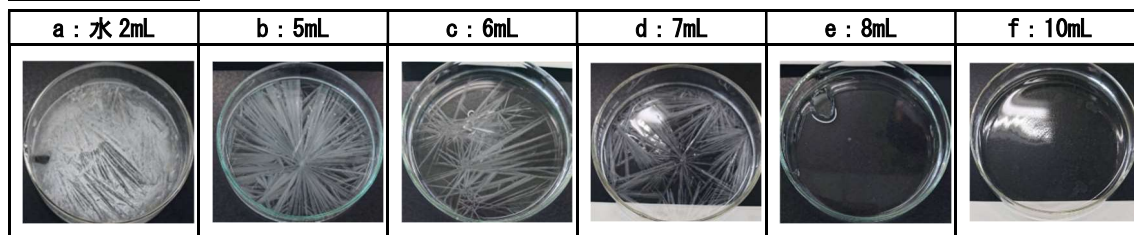


図 4. 水の量による酢酸ナトリウム結晶の析出の比較

実験 4-1 の結果を図 4 に示す。酢酸ナトリウムの過飽和水溶液に種結晶を入れて観察した結果、酢酸ナトリウムの針状の結晶がきれいに析出する条件は、水の量が 5mL (試験管 b) のときであった。以前に文献を元に作成した酢酸ナトリウムの溶解度曲線は図 5 のようになり、水温が高くなるにつれて溶解度は大きくなる²⁾。

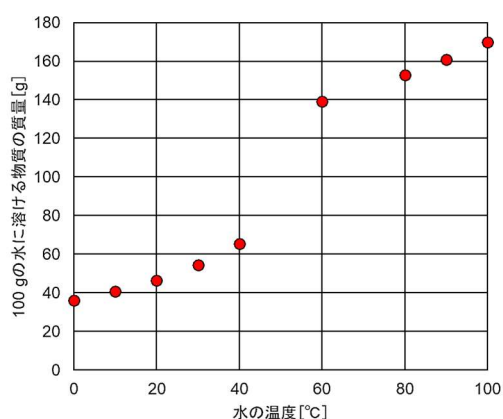


図 5. 酢酸ナトリウムの溶解度曲線²⁾

溶解度曲線から予想される最も結晶が析出しやすい条件は、水の量が 2mL (試験管 a) のときである。しかしながら、実際

に実験すると水の量が 2mL のときは水の体積が少ないためか、結晶がきれいに成長しなかった。水の量が 8mL 以上のときは水溶液が飽和しておらず、種結晶を入れてもそれ自体が水に溶けてしまい、結晶が析出しなかった。

実験 4-2 の結果を図 6 に示す。A~E のいずれも結晶が放射状に析出した。加えたコロイド溶液が多いほど、結晶の枝分かれも多くなる傾向が見られた。何度も試行を繰り返したが、枝分かれの程度にはばらつきが見られた。実験結果を正確に得るためには再現性が必要である。結晶化させるシャーレなどの実験器具にコロイド以外の不純物が入ってしまうと本来得られるはずの結果が得られない。また、気温の変化によって結晶成長の速度が変化するため同じ結果を得ることが難しい。このような課題を解決するためには、できる限り実験を行う条件をそろえる必要があると考える。

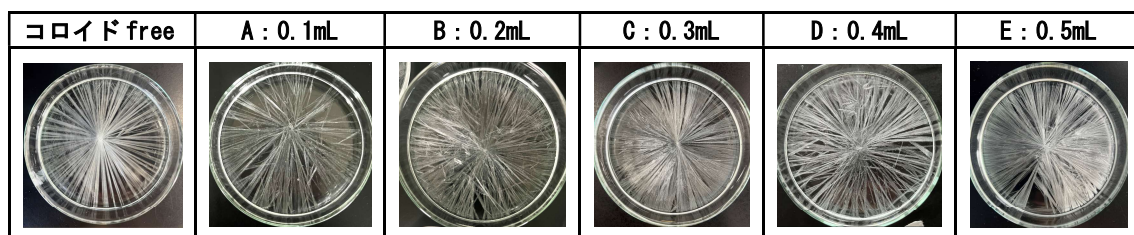


図 6. 加えたコロイド (デンプン) 溶液の量による酢酸ナトリウム結晶の析出の比較

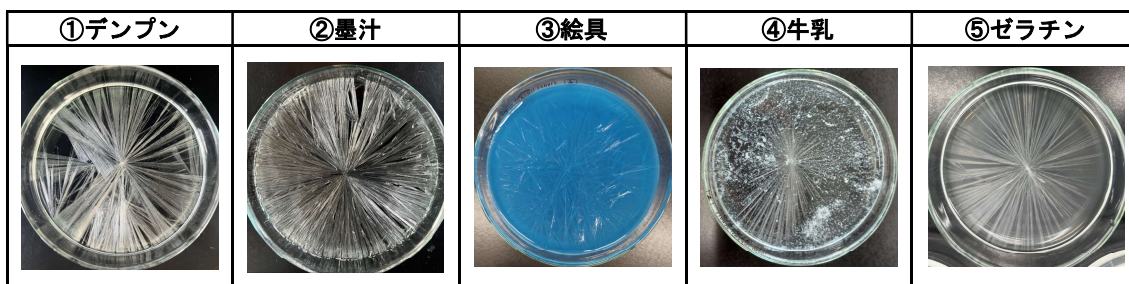


図 7. 加えたコロイド溶液による酢酸ナトリウム結晶の析出の比較

実験 4-3 の結果を図 7 に示す。③絵具を用いた実験では、①デンプンと同様に結晶の枝分かれを確認できた。一方で、②墨汁、④牛乳、⑤ゼラチンでは枝分かれが生じなかった。

親水コロイドは、水中では水分子がコロイド粒子の周りに集まって安定化しているため、少量の電解質を加えても沈殿（凝析）が起こりにくい。しかしながら、多量の電解質を加えると、コロイド粒子に水和している水分子が取り除かれ、コロイド粒子同士が集まって沈殿（塩析）してしまう。今回、②墨汁と④牛乳においては実験中に沈殿物が確認された。酢酸ナトリウムは水中で CH_3COO^- と Na^+ に電離する電解質であるため、墨汁と牛乳では塩析が起きたと考えられる。コロイド粒子が沈殿してしまったことで、結晶の成長を妨げることができなくなったことが、枝分かれが生じなかった原因であると考えられる。

また、ゼラチンの成分はタンパク質であ

り、 70°C 以上では変性し、固まりにくくなることが知られている。今回の実験では、酢酸ナトリウムの粉末を溶かすために、水溶液を 80°C で温めた。これにより、ゼラチンが変性してしまい、完全に水溶液に溶解してしまったことが、枝分かれしなかった原因であると考えられる。

結晶の枝分かれのようすを正確に評価するためには、数値化が必要だと考えた。枝分かれした本数や、枝分かれするまでの結晶の長さなど、比較できる要素はあるものの、目視でそれらを数えると正確さに欠けてしまう。そこで画像解析ソフト（ImageJ）を用いた分析を試みた（図 8）。写結晶領域の面積を数値化し、比較を行おうと試みたが、写真撮影時の室内照明を調整するのが難しく、光の反射が写りこんでしまった。その結果、画像に局所的な明度変動が生じ、結晶領域の正確な面積の推定は困難であった。

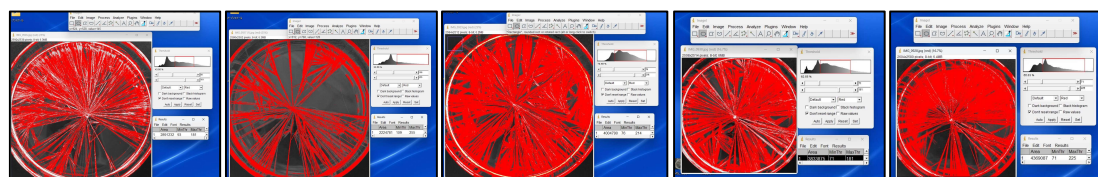


図 8. ImageJ により酢酸ナトリウムの結晶画像の解析のようす

6. まとめ

実験 4-1 より、酢酸ナトリウム三水合物 10g に対し、水 5ml の条件が最も酢酸ナトリウムの再結晶に適していると分かった。実験 4-2 からはデンプン水溶液の濃度が高くなるにつれ、結晶の成長途中で枝分かれする程度大きくなる傾向が見られた。実験 4-3 では、デンプンと絵具を使用すると結晶に枝分かれが生じたが、墨汁、牛乳、ゼラチンの場合は枝分かれが見られなかった。

コロイド粒子の数と枝分かれの数に相関性があることを示そうと、Image J による分析試みたが、十分な成果は得られなかった。

7. 今後の展望

現在、結晶の枝分かれのようすを、人工知能 AI を用いた画像認識によって分析できないか検討中である (図 9)。検証実験⁴⁾では 200 枚の画像で画像分類を試み、判定の結果、枝分かれなし画像の正答率が 98%、枝分かれあり画像の正答率は 65% となり、まずまずの結果を得た。

今後はさらに精度の高い機械学習の検討や、機械学習に必要なデータ数を増やすことで、枝分かれのようすを効果的に AI に分析させる手法を確立したい。そして、枝分かれの数から、コロイド溶液の濃度を間接的に求める分析法を開発したい。

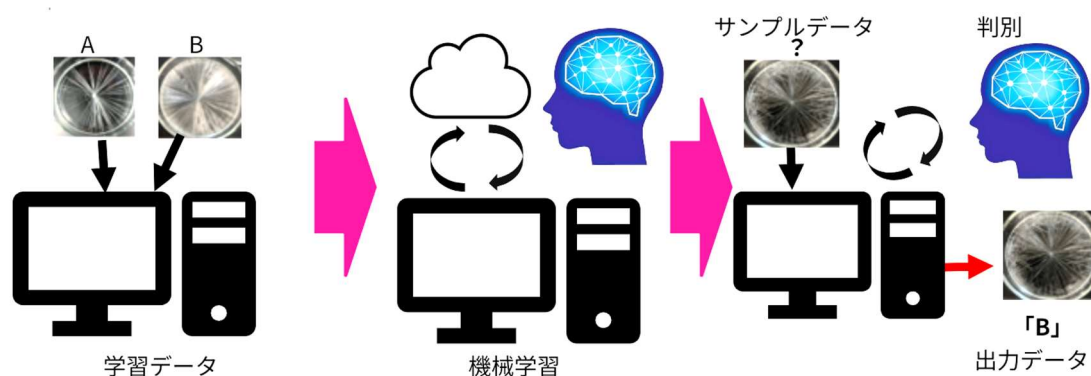


図 9. 人工知能 AI の画像分類による結晶分析のながれ

参考文献・注釈

- 1) 金井豊 (2007). 「コロイドを観察・分離する分析法について」. 地質ニュース 631 号,19-23.
- 2) サクラクレパスのマット水彩 (ポリチューブ入)
- 3) 水戸愛琳, 辻本理菜, 由井さくら (2022). 「溶液中のコロイド粒子は結晶成長を妨げるのか」. 奈良女子大学附属中等教育学校 令和 3 年度 SSH サイエンス研究会生徒論文集.
- 4) ためになる社内 SE ブログ. <https://www.it-edu-suport.com/>