

物質生命理工学実験C

2019年度

上智大学 理工学部 物質生命理工学科

目 次

I	物質生命理工学実験C履修上の一般的注意	1
I-1	実験に当たって	1
I-2	実験時間, 担当指導者	1
I-3	実験前の注意	1
I-4	実験中の注意	1
I-5	実験後の注意	2
I-6	レポートの書き方	2
II	単位・記号等	3
II-1	SI基本単位と物理量	3
II-2	SI接頭語	3
II-3	特別の名称と記号をもつSI組立単位	3
II-4	基本物理定数の値	4
II-5	ギリシャ文字	5
III	実験	6
III-1	4-ニトロアニリンの合成	7
III-2	メチルオレンジの合成	11
III-3	高分子の合成と粘度測定	15
III-4	ギ酸の酸解離定数	20
III-5	ショ糖の加水分解の反応速度	27
III-6	活性炭による酢酸の吸着	31

I 物質生命理工学実験C履修上の一般的注意

I-1 実験に当たって

1. 実験を行うに相応しい身軽な服装で臨むこと。ハイヒール、サンダル、ブーツ等は底の低い安全な靴に履きかえる。また、長髪は縛るなどして、安全に実験を行えるよう、身だしなみに気をつける。
2. 保護眼鏡(色付きでない普通の眼鏡で代用可)を実験中は必ず着用すること。また、所定事項を記入した安全カードを携帯すること。
3. 実験室中の喫煙、飲食は厳禁とする。
4. 関係のない機械、器具、薬品等には不用意に手を触れてはならない。
5. 電気器具のプラグをコンセントに差し込む前に、必ず主電源が切っていることを確認すること。その他のスイッチ等は、使用書の指示に従うこと。
6. 実験台上およびその周辺は整理整頓を心がけること。
7. 緊急時の処置、避難路、消火器、報知器の位置等については日頃から留意する。
8. 事故発生の場合は直ちに指導者に知らせること。
9. 火災の発生の場合は直ちに大声で周知し、適切な処置を講ずること。

I-2 実験時間、担当指導者

1. 実験時間は木・金曜日の13:30～17:05である。規定の時間内にその日の実験が終了するよう、計画的に実験を行うこと。
2. 上記実験時間内に担当指導者の許可を受けずに実験室を離れた場合、欠席扱いとなることがある。
3. 実験課題毎に担当指導者を定め指導する。実験上の不明な点、装置の故障等、各実験に関するすべての相談は担当指導者に申し出る。

I-3 実験前の注意

1. あらかじめテキストを読み、実験を定められた時間内に計画的に行えるよう、ノートに実験内容をまとめておくこと。また不明な点は参考書などで調べ、出来るだけ理解しておくこと。
2. 必要な器具、薬品はテキストに表示されているから、実験前に確認し、実験台上に揃っていない物は担当指導者に申し出て補充し、余分な物は返却すること。過失による器具の破損・紛失の場合は、始末書を提出させる。

I-4 実験中の注意

1. 全ての実験に共通の器具(天秤、乾燥器等)は、所定の位置(実験配置図参照)で使用する。
2. 実験台に準備されていない器具を借用するときは、貸し出し表に必要事項を記入し、原則として当日中に返却すること。
3. 実験記録用のノートに測定値は無論のこと、測定条件や実験中に起きたどのような些細なことでも全て書き留めるようにする。別の紙にデータを記し、これを後でノートに書き移すようなことは、書き移すときの

書き誤りを防ぐためにも原則として行ってはならない。また、書き誤りは斜線などの印によって消す。

4. 時間的に連続して得られる測定値は、測定中にノートに記入すると同時に、方眼紙にグラフを描き、測定値の妥当性を検討しながら測定を進めること。一般の測定の場合も、測定値を方眼紙にプロットして、測定中に甚だしい誤りがないかをチェックせよ。
5. 実験室内には引火性の薬品があるから、火の取り扱いには十分注意せよ。
6. 廃棄物は、可燃性の物(紙など)、不燃性の物(ガラスなど)それぞれ別の容器に捨てること。廃液は、溶媒ごとに指定された容器に入れること。
7. 酸、アルカリを身体や衣服に着けないように注意せよ。万一の時は、直ちに流水で十分に洗い流すこと。
8. 使用した器具は必ず洗浄する。破損、不足の場合は必ず補充しておくこと。

I-5 実験後の注意

1. 実験が終了後、器具が全部揃っていることを確認し、担当指導者の点検を受ける。
2. ガス、水道を必ず閉じ、電気器具のスイッチを切り、プラグを抜く。

I-6 レポートの書き方

本実験のレポートは、考察を記入する時間を十分に取るために、目的、原理、方法などは省略し、用意されたフォームを参考にして、下記の項目について記入する。課題4～6は、結果をレポートフォームに直接記入して提出しても良い。

I 実験題目

II 提出者氏名(学生番号)、(共同実験者名(学生番号))

III 提出年月日

IV 実験要旨

実験課題の内容を数百字程度でまとめる。

V 実験結果

レポートフォームを参考にして、実験概要や数値データをまとめる。また、グラフを作成する課題では、結果とともにグラフも提出する。

VI 考察

得られた結果を、課題の内容と共に記述する。

II 単位・記号等

II-1 SI基本単位と物理量

物理量	量の記号	SI単位の名称		SI単位の記号
長さ	<i>l</i>	メートル	metre	m
質量	<i>m</i>	キログラム	kilogram	kg
時間	<i>t</i>	秒	second	s
電流	<i>I</i>	アンペア	ampere	A
熱力学温度	<i>T</i>	ケルビン	kelvin	K
物質量	<i>n</i>	モル	mole	mol
光度	<i>I_v</i>	カンデラ	candela	cd

II-2 SI接頭語

倍数	接頭語	記号	倍数	接頭語	記号
10	デカ	deca da	10 ⁻¹	デシ	deci d
10 ²	ヘクト	hecto h	10 ⁻²	センチ	centi c
10 ³	キロ	kilo k	10 ⁻³	ミリ	milli m
10 ⁶	メガ	mega M	10 ⁻⁶	マイクロ	micro μ
10 ⁹	ギガ	giga G	10 ⁻⁹	ナノ	nano n
10 ¹²	テラ	tera T	10 ⁻¹²	ピコ	pico p
10 ¹⁵	ペタ	peta P	10 ⁻¹⁵	フェムト	femto f
10 ¹⁸	エクサ	exa E	10 ⁻¹⁸	アト	atto a

II-3 特別の名称と記号をもつSI組立単位

物理量			SI単位の名称と記号			基本単位表現
周	波	数	frequency	ヘルツ	hertz	Hz s ⁻¹
	力		force	ニュートン	newton	N m·kg·s ⁻²
圧	力	応力	pressure, stress	パスカル	pascal	Pa m ⁻¹ ·kg·s ⁻²
エネルギー, 仕事, 熱量			energy, work, heat	ジュール	joule	J m ² ·kg·s ⁻²
工	率	仕事率	power	ワット	watt	W m ² ·kg·s ⁻³
電		荷	electric charge	クーロン	coulomb	C s·A
電		位	electric potential	ボルト	volt	V m ² ·kg·s ⁻³ ·A ⁻¹
静	電	容量	electric capacitance	ファラド	farad	F m ² ·kg ⁻¹ ·s ⁴ ·A ²
電	気	抵抗	electric resistance	オーム	ohm	Ω m ² ·kg·s ⁻³ ·A ⁻²
コンダクタンス			electric conductance	ジーメンズ	siemens	S m ² ·kg ⁻¹ ·s ³ ·A ²
磁		束	magnetic flux	ウェーバ	weber	Wb m ² ·kg·s ⁻² ·A ⁻¹
磁	束	密度	magnetic flux density	テスラ	tesla	T kg·s ⁻² ·A ⁻¹
イン	ダ	クタンス	inductance	ヘンリー	henry	H m ² ·kg·s ⁻² ·A ⁻²
セルシウス温度			Celsius temperature	セルシウス度	degree Celsius	°C K
平	面	角	plane angle	ラジアン	radian	rad 1
立	体	角	solid angle	ステラジアン	steradian	sr 1

II-4 基本物理定数の値

物理量		記号	数値	単位
真 空 の 透 磁 率	permeability of vacuum	μ_0	$4\pi\times 10^{-7}$	$\text{N}\cdot\text{A}^{-2}$
真 空 中 の 光 速 度	speed of light in vacuum	c_0	299 792 458	$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
真 空 の 誘 電 率	permittivity of vacuum	ε_0	$8.854\,187\,817\times 10^{-12}$	$\text{F}\cdot\text{m}^{-1}$
電 気 素 量	elementary charge	e	$1.602\,176\,53(14)\times 10^{-19}$	C
プ ラ ン ク 定 数	Planck constant	h	$6.626\,0693(11)\times 10^{-34}$	$\text{J}\cdot\text{s}$
ア ボ ガ ド ロ 定 数	Avogadro constant	L, N_A	$6.022\,1415(10)\times 10^{23}$	mol^{-1}
電 子 の 静 止 質 量	rest mass of electron	m_e	$9.109\,3826(16)\times 10^{-31}$	kg
陽 子 の 静 止 質 量	rest mass of proton	m_p	$1.672\,621\,71(29)\times 10^{-27}$	kg
フ ァ ラ デ ー 定 数	Faraday constant	F	$9.648\,533\,83(83)\times 10^4$	$\text{C}\cdot\text{mol}^{-1}$
ハートリーエネルギー	Hartree energy	E_h	$4.359\,744\,17(75)\times 10^{-18}$	J
ボ ー ア 半 径	Bohr radius	a_0	$5.291\,772\,108(18)\times 10^{-11}$	m
ボ ー ア 磁 子	Bohr magneton	μ_B	$9.274\,009\,49(80)\times 10^{-24}$	$\text{J}\cdot\text{T}^{-1}$
核 磁 子	nuclear magneton	μ_N	$5.050\,783\,43(43)\times 10^{-27}$	$\text{J}\cdot\text{T}^{-1}$
リ ュ ー ド ベ リ 定 数	Rydberg constant	R_∞	$10\,973\,731.568\,525(73)$	m^{-1}
気 体 定 数	gas constant	R	$8.314\,472(15)$	$\text{J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$
ボ ル ツ マ ン 定 数	Boltzmann constant	k, k_B	$1.380\,6505(24)\times 10^{-23}$	$\text{J}\cdot\text{K}^{-1}$
重 力 定 数	gravitational constant	G	$6.6742(10)\times 10^{-11}$	$\text{m}^3\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{s}^{-2}$
自 由 落 下 の 標 準 加 速 度	standard acceleration due to gravity	g_n	9.806 65	$\text{m}\cdot\text{s}^{-2}$
水 の 三 重 点	triple point of water	$T_{\text{tp}}(\text{H}_2\text{O})$	273.16	K
セルシウス温度目盛の 零 点	zero of Celsius scale	$T(0^\circ\text{C})$	273.15	K
理想気体のモル体積 (1 atm, 273.15 K)	molar volume of ideal gas	V_m	$2.241\,3996(39)\times 10^{-2}$	$\text{m}^3\cdot\text{mol}^{-1}$

II-5 ギリシャ文字

ギリシャ文字		名称	ラテン文字への字訳
A	α	alpha	a
B	β	beta	b
Γ	γ	gamma	g
Δ	δ	delta	d
E	ε	epsilon	e
Z	ζ	zeta	z
H	η	eta	e
Θ	θ	theta	thまたはt
I	ι	iota	i
K	κ	kappa	cまたはk
Λ	λ	lambda	l
M	μ	mu	m
N	ν	nu	n
Ξ	ξ	xi	x
O	\omicron	omicron	o
Π	π	pi	p
P	ρ	rho	rまたはrh
Σ	σ	sigma	s
T	τ	tau	t
Y	υ	upsilon	yまたはu
Φ	ϕ	phi	phまたはf
X	χ	chi	ch
Ψ	ψ	psi	ps
Ω	ω	omega	ō

Ⅲ 実験

課題1	4-ニトロアニリンの合成	7
課題2	メチルオレンジの合成	11
課題3	高分子の合成と粘度測定	15
課題4	ギ酸の酸解離定数	20
課題5	ショ糖の加水分解の反応速度	27
課題6	活性炭による酢酸の吸着	31

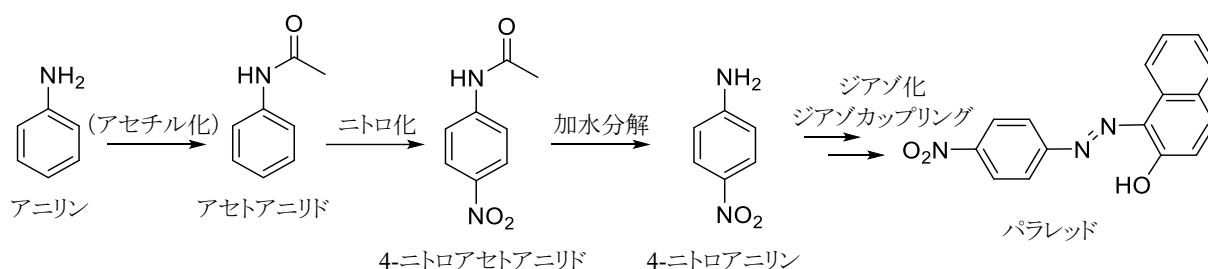
Ⅲ-1 4-ニトロアニリンの合成

【目的】

アゾ染料の合成中間体として重要な芳香族化合物、4-ニトロアニリン(*p*-ニトロアニリン)の合成・単離・精製を通し、有機化学実験の操作手順と基本技術を習得する。芳香族求電子置換反応における、官能基の性質が置換反応に与える影響について学習する。

【概要】

4-ニトロアニリンは、アニリンのアセチル化にて得られるアセトアニリドを、芳香族求電子置換反応によりニトロ化し、アセチル基を加水分解して合成される。課題2で学習するジアゾ化およびジアゾカップリングを用いると、本化合物よりパラレッド(アゾ染料)が合成できる。



本実験では、アセトアニリドを出発物質として用い、4-ニトロアニリンを合成する。(アニリンからのアセトアニリド合成は、理工学基礎実験にて既に実施済みである。)

【ノート事前整理】

- アセトアニリドからの4-ニトロアニリン合成の反応式を書いておく。
- アセトアニリドからの4-ニトロアニリン合成フローチャートを作成しておく。
- 試薬の使用物質量を計算しておく。
- 合成収率を算出する式を作成しておく。

【所要装置、器具】

《コンテナ》 課題1～3共通				
ビーカー(100 mL)	1	,	漏斗	1
ビーカー(300 mL)	2	,	駒込ピペット(2 mL)	3
三角フラスコ(100 mL)	1	,	スポイトゴム(2 mL)	3
三角フラスコ(300 mL)	2	,	ガラス棒	1
ナス型フラスコ(100 mL)	1	,	ミクロスパーテル	1
メートルグラス(25 mL)	1	,	葉さじ	1
異径菅	1	,	ゴムアダプター(黒色:大, 小)	各1
吸引びん	1	,	ピペット台	1
ブフナー漏斗	1			

《机上・共通実験台》			
アスピレーター(2班共通・机上)	1	,	磁器撹拌子(共通) 1
氷浴(机上)	1	,	ろ紙(共通)
ウォーターバス(机上)	1	,	リトマス試験紙(共通)
ポリ洗びん (500 mL)(机上)	1	,	電子上皿天秤(共通)
スタンド(机上)	1	,	融点測定器(共通)
クランプ・ムッフ(机上)	各1	,	カバーガラス(共通)
TLC展開層(机上)	1	,	UVランプ(共通)
軍手(机上)	1双	,	TLC板(共通)
呈色反応皿(机上)	1		素焼き板(共通)
《ドラフト内》			
アルミブロック式加熱反応装置	1	,	ガラス管
還流冷却器	1	,	ブンゼンバーナー
冷却水用チューブ	2	,	アンプルカッター

【実験】

A. アセトアニリドのニトロ化 (4-ニトロアセトアニリドの合成)¹ (1日目)

用いる試料の純度と分子量は表1に記載のとおりである。試薬は上皿天秤にて小数点以下2桁まで正確に量り取る。

1. 駒込ピペットで濃硫酸 4.4 mLを取り、100 mLの三角フラスコにいれる。アセトアニリド 2.0 gを加え、よくかき混ぜる。大部分のアセトアニリドが溶けたら、混合液の温度が10 °C以下となるよう、三角フラスコを氷浴に浸す。(温度計をフラスコ内の液に浸けて温度を測る。)
2. 三角フラスコを氷浴に浸したまま、1 の混合液に駒込ピペットで濃硝酸 2.3 mLを1滴ずつ加える。1滴加えるごとによく振り混ぜて、反応液の温度が20 °Cを越えることがないように注意する。
3. 濃硝酸をすべて加え終わったら、氷浴を取り去り、時々振り混ぜながら30分間室温で放置する。
4. 約30 mLの氷水の入った100 mLビーカーに反応溶液を注ぎ入れ、よくかき混ぜて結晶を析出させる。
5. 析出した結晶をブフナーロートと吸引びんを用いて吸引濾取する。(薬さじを使用し、全ての結晶を濾取する。)結晶が白色になるまで、少量のイオン交換水で洗浄する。(このとき、大量の水で洗わないこと。)ブフナーロート上の結晶は、乾いた濾紙上に移す。(約0.5～1 mgを呈色反応皿に取り置き、残りを次の実験Bに用いる。)

B. 4-ニトロアニリンの合成¹ (1日目)

1. 粗製のニトロアセトアニリドを100 mLのナス形フラスコに入れ、6.0 mol L⁻¹塩酸12 mLを加える。フラスコに磁器撹拌子を入れ、異径管と還流冷却器を接続し、アルミブロックを用いて20分間加熱還流する²。
2. フラスコをアルミブロックから外して放冷後、反応溶液を300 mLビーカーに移す。ビーカーを氷浴で冷やしながら、8 %水酸化ナトリウム水溶液を加え中和する(リトマス 試験紙にて確認)。
3. 結晶が析出したら、吸引濾過し、結晶を少量のイオン交換水で数回洗浄する。濾紙上にブフナー漏斗

内の結晶をすべて移し、さらに別の濾紙を被せて挟み込んで、水気を十分に吸わせる。風乾後、粗収量(質量)を量り、粗収率を計算する。(約0.5～1 mgを呈色反応皿に取り置き、残りを次の実験Cに用いる。)

C. 4-ニトロアニリンの精製 (1および2日目)

1. (1日目)粗製の4-ニトロアニリンを300 mL三角フラスコに移し、イオン交換水を適量加える。三角フラスコの口をクランプで挟み、手でフラスコをゆすりながら、湯浴で加熱する。溶けきらないようであれば、適宜イオン交換水を少量ずつ加え、結晶を全て溶解させる。(適切なイオン交換水の量は、粗収量と水に対する溶解度から計算する。)
2. (1日目)手早く熱時自然濾過(温めたロートを使い、濾紙はあらかじめ熱水で湿らせておく)し、不溶性不純物を取り除く。濾液は三角フラスコに取り、静置して、室温程度まで放冷する。
3. (1日目)結晶が析出したら、吸引濾過する。水気がなくなるまで吸引後、濾紙上にブフナー漏斗上の結晶をすべて移し、さらに別の濾紙を被せて挟み込んで、水気を十分に吸わせる。
4. (2日目)良く乾燥させてから新しいサンプルびんに移し、収量(質量)を量り収率を計算する。

D. 融点測定と薄層クロマトグラフィー分析による4-ニトロアニリンの生成確認 (2日目)

<融点測定>

1. 少量の結晶を素焼板の未使用部分にのせ、ミクロスパーテルでよく磨り潰し、粉末にする。
2. 細かくなった結晶をカバーガラスに挟み、融点測定器を用いて融点を測定する。溶け始めと溶け終わりの温度を記録する。(3回行い平均をとる。文献値と比較する。)

<薄層クロマトグラフィー (thin layer chromatography: TLC)>

1. TLC板(適切な大きさにあらかじめ切断されたもの)の上から5 mmと下から5 mmの位置に鉛筆で薄く線をひき、出発線上の互いに均等な位置に4つ×印をつける。これを2枚用意する。
2. 粗製4-ニトロアセトアニリド、粗製4-ニトロアニリン、および精製4-ニトロアニリンを呈色板の異なる箇所それぞれにのせ、酢酸エチル／ヘキサン混合溶液(体積比1:2)を数滴加え、各々溶解させる。
3. (1枚目のTLC板)アセトアニリドの酢酸エチル／ヘキサン溶液(共通試薬)、粗製4-ニトロアセトアニリド、粗製4-ニトロアニリンの溶液をそれぞれ異なる毛細管に取り、左側の×印から1つずつ異なる試料を浸み込ませる。(試料入りの先端を垂直に近づけ、シリカゲル面に当てる。毛細管は、アンプルカッターで切断し繰り返し利用しても良い。)右端の×印には、3種類の試料を重ねて浸み込ませる。
4. (1枚目のTLC板)展開溶液である酢酸エチル／ヘキサン(体積比2:1)の入った展開層にTLCプレートを出発線を下側にして立て掛け、蓋をして静置する。(展開液の液面が出発線より下にあるようにする。)展開溶媒の上端が上の線に到達したら、TLC板を取り出し、乾かす。
5. (1枚目のTLC板)UVランプで紫外線を照射し、試料スポットを観察して鉛筆でその位置に印を付け、移動距離を記録する。
6. (2枚目のTLC板)標品4-ニトロアニリンの酢酸エチル／ヘキサン溶液(共通試薬)、粗製4-ニトロアニリン

の溶液, 精製4-ニトロアニリンの溶液をそれぞれ異なる毛細管に取り, 左側の×印から1つずつ異なる試料を, 右端の×印には, 3種類の試料を重ねて浸み込ませる。1枚目のTLC板と同様に展開し, 試料スポットの移動距離を記録する。

E. ガラス毛細管(キャピラリー)の作成 (2日目)

1. 適切な長さに切った太さ約1 cm の軟質ガラス管の片方の端を, 甲を上にして軽く丸めた手の指で支え, 親指と人差し指で回転させながら(反対側の端をもう片方の手で補助的に支える), バーナーで2 cm程度の範囲を均一に加熱して軟化させる。
2. 炎から出し, ひと呼吸おいてから, はじめはゆっくり, 次第に速く, 回しながら両手で左右に引き伸ばす。(炎のなかで引き伸ばすと, ガラス管は切れてしまう。)ガラスが固まる前に, 2本の指でつまんで強く左右に引っ張り, 管がまっすぐ伸びるようにする。
3. アンプルカッターで側面に傷をつけ, 傷つけた箇所近くの両側を両手の指で掴み, 傷をつけた面を外側に向けて開くように引っ張り, キャピラリーを切断する。長さ15~20 cm, 直径約1 mmの毛細管を一人2本作製する。(切断面は尖っていてはいけない。管の側面と垂直な平らな面となるようにする。)

【注意】

1. 全てのガラス器具は洗剤を使用してブラシで良く洗い, 完全に洗浄しコンテナにしまう(水道水で濡れたままでよい)。イオン交換水で洗う必要はない。
2. 吸引濾過後の濾液は有機廃液として回収するため, 教員またはTAの指示に従うこと(決して下水道に捨てないこと)。

【参考文献】

1. 日本化学会編, 第5版実験化学講座1—基礎編I実験・情報の基礎—, 丸善株式会社, 58-66 (2007)
2. 化学同人編集部編, 続 実験を安全に行うために—基本操作・基本測定 編—, 第4版 (2017)

【参考：4-ニトロアニリンの物性値】

- 分子量: 138.12 g mol⁻¹
- 融点: 146 °C
- 沸点: 332 °C
- 水への溶解度: 22 g L⁻¹ (100 °C); 0.57 g L⁻¹ (25 °C)

表1 試料の純度と分子量・式量

試薬	純度(%)	分子量・式量(g mol ⁻¹)
アセトアニリド	99.0	135.16
濃硫酸	98	98.08
濃硝酸	98	63.01

III-2 メチルオレンジの合成

【目的】

中和滴定の指示薬として用いられるメチルオレンジ (sodium 4-[(4-dimethylamino)phenylazo]-benzenesulfonate) を合成する。これまでに学習した有機化学実験の基本的な操作・技術を用いて、ジアゾ化反応とジアゾカップリング反応を行う。メチルオレンジの化学的性質、液性による構造と色の変化について理解する。

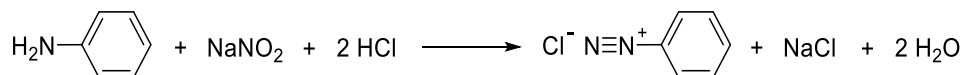
【概要】

メチルオレンジは分子中にアゾ基 $-N=N-$ をもつアゾ化合物である。メチルオレンジのみならず、多くの合成染料(アゾ染料)は、ジアゾ化反応とジアゾカップリング反応により合成されている。

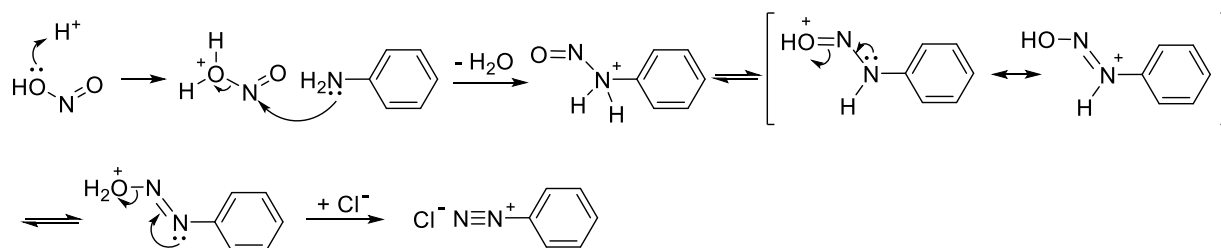
ジアゾ化反応(ジアゾニウム塩の合成)^{1,2}

アニリンなどの第1級アミン化合物を、亜硝酸ナトリウムおよび塩酸と反応させると、アゾニウム塩が生成する。

〈アニリンを用いた場合の反応式〉



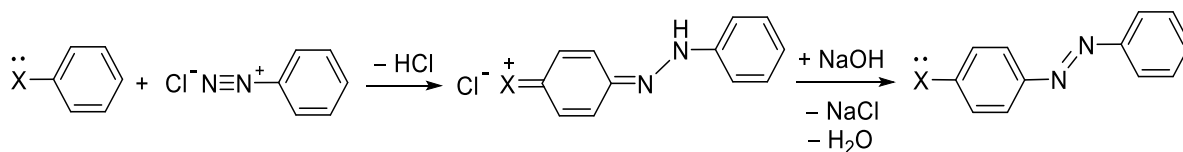
〈反応機構〉



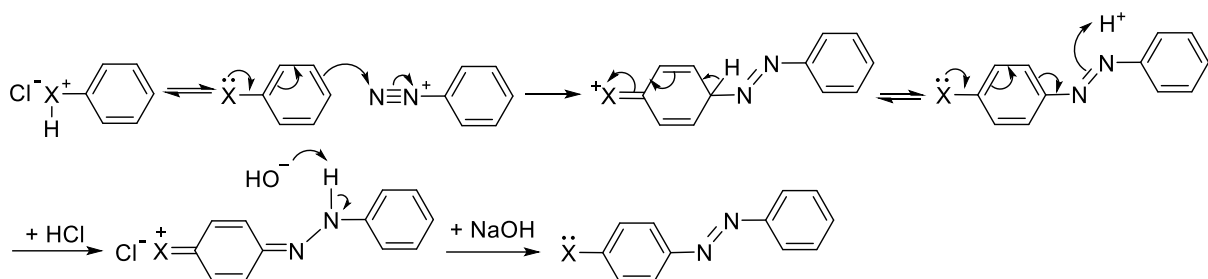
ジアゾカップリング反応¹

N,N-ジメチルアニリンなどとジアゾニウム塩を酸性溶液中で反応させた後、反応液をアルカリ性にして、アゾ化合物を得る。

〈一般式〉



〈反応機構〉



本実験では、スルファニル酸のナトリウム塩からジアゾ化反応によりジアゾニウム塩を合成し、ジメチルアニリンとジアゾ化することで、メチルオレンジを合成する。

【ノート事前整理】

- スルファニル酸, *N,N*-ジメチルアニリン, メチルオレンジの構造式を調べておく。
- 上記試薬の使用物質量を計算しておく。
- メチルオレンジ合成の反応式を書いておく。
- メチルオレンジの合成フローチャートを作成しておく。
- 合成収率を算出する式を作成しておく。
- メチルオレンジの変色域(pH)を調べておく。

【所要装置, 器具】

《コンテナ》 課題1～3共通			
ビーカー (100 mL)	1	, 駒込ピペット (2 mL)	2
ビーカー (50 mL)	2	, スポイトゴム (2 mL)	2
三角フラスコ (200 mL)	2	, ガラス棒	2
試験管	1	, 薬さじ	1
メスシリンダー (20 mL)	1	, ゴムアダプター (黒色: 大, 小)	各1
吸引びん	1	, 温度計	1
ブフナー漏斗	1	, ピペット台	1
漏斗	1		
《机上・共通実験台》			
アスピレーター (2班共通・机上)	1	, 軍手 (机上)	1双
氷浴 (机上)	1	, ろ紙 (共通)	
ウォーターバス (机上)	1	, リトマス試験紙 (共通)	
スタンド (机上)	1	, 電子上皿天秤 (共通)	
クランプ・ムッフ (机上)	各1	, pHメーター (共通)	
ポリ洗びん (500 mL) (机上)	1		

【実験】

A. メチルオレンジの合成¹ (1日目)

用いる試料の純度と分子量は表2に記載のとおりである。試薬は上皿天秤にて小数点以下2桁まで正確に量り取る。

1. (次の操作**a**～**d**はそれぞれが独立した作業であるため、記載通りの順序で行う必要はない。)
 - a.** 100 mLのビーカーにスルファニル酸2.0 gを量り取り、2.5 mol L⁻¹水酸化ナトリウム水溶液5.0 mLを加えてガラス棒で攪拌しながら加熱し(70～80 °C)溶解させた後、氷冷する。
 - b.** 50 mLのビーカーに亜硝酸ナトリウム0.80 gを量りとり、イオン交換水5.0 mLを加え溶解させた後、氷冷する。
 - c.** 試験管に2.0 mol L⁻¹塩酸 12.5 mLを取り、十分に氷冷する(試験管は倒れないよう、クランプで固定する)。
 - d.** 別の50 mLのビーカーに*N,N*-ジメチルアニリン1.25 gを量り取り、1.0 mol L⁻¹塩酸10 mLを加え、*N,N*-ジメチルアニリンが溶け切るまでガラス棒でよく攪拌する(*N,N*-ジメチルアニリンが溶け切らない場合は少量ずつ1.0 mol L⁻¹塩酸を追加し、完全に溶解させる)。*N,N*-ジメチルアニリンがきれいに溶けたら、氷冷する。
2. 1-**a**の反応液の温度を0～5 °Cに保ちながら、1-**b**の亜硝酸ナトリウム溶液を加え、よく攪拌する。次に冷却しておいた1-**c**の2.0 mol L⁻¹塩酸を加え、冷却したままよく攪拌する。
3. 液温に注意し、2.の反応液に1-**d**の溶液をかき混ぜながら手早く全量加える。氷冷のまま、約10分間攪拌する。
4. 3.の反応液に1.0 mol L⁻¹水酸化ナトリウム水溶液を少しずつ加え強アルカリ性とし(リトマス試験紙にて確認)、反応液が黄褐色になるまで攪拌する。
5. 4.の反応液に塩化ナトリウム 約1 gを加え、湯浴で加熱しながら、塩化ナトリウムが溶けるまで、1分程度よく攪拌する。
6. 放冷後、析出したメチルオレンジの結晶をブフナーローと吸引びんを用いて吸引濾過する。ビーカーに付着した残りの結晶は葉さじで落としながら少量の冷水(イオン交換水入りの洗瓶を氷浴に直接入れて冷やす)で洗いこむ。(このとき、大量の水で洗わないこと。)その後、漏斗上の結晶を乾いた濾紙上に移し、葉さじで(ろ過に用いた)ろ紙に付いた結晶をよく落とす。結晶は2枚の濾紙に挟んで含まれる水分をよく吸収させる。

B. 再結晶法による粗製メチルオレンジの精製 (2日目)

1. 乾燥後の粗結晶は、粗収量を量ったのち、再結晶法により精製する。200 mLの三角フラスコに粗製メチルオレンジを入れ、イオン交換水を適量加える。三角フラスコの口をクランプで挟み、手でフラスコをゆすりながら、湯浴で加熱する。溶けきらないようであれば、適宜イオン交換水を少量ずつ加え、結晶を全て溶解させる。(この時、イオン交換水を加えすぎないように注意する。)

- 手早く熱時自然濾過(温めたロートを使い、濾紙はあらかじめ熱水で湿らせておく)し、不溶性不純物を取り除く。濾液は三角フラスコに取り、静置し室温に戻るまで放冷する。
- 結晶が析出したら、吸引濾過する。水気がなくなるまで吸引後、濾紙上にブフナー漏斗上の結晶をすべて移し、さらに別の濾紙を被せて挟み込んで、水気を十分に吸わせる。良く乾燥させてから新しいサンプルびんに移し、収量(質量)を量り収率を計算する。

C. 滴定によるメチルオレンジ生成の確認 (2日目)

- 1.0 mol L⁻¹アンモニア水10 mLをビーカーにとり、メチルオレンジを加えて1.0 mol L⁻¹塩酸を滴下する。指示薬の色が変わったとき、滴下を終える。
- pHメーターを用いて溶液のpHの値を測定し、記録する。

【注意】

- 全てのガラス器具は洗剤を使用してブラシで良く洗い、完全に洗浄しコンテナにしまう(水道水で濡れたままでよい)。イオン交換水で洗う必要はない。
- 吸引濾過後の濾液は有機廃液として回収するため、教員またはTAの指示に従うこと。決して下水道に捨てないこと。

【参考文献】

- 福富 博 監修, 浅田誠一, 内出 茂, 小林基宏 共著, 図解とフローチャートによる新有機化学実験, 技報堂出版株式会社, 58-61 (1979)
- 日本化学会編, 第1版実験化学講座20巻ー有機化合物の合成IIー, 丸善株式会社, 347-349 (1957)

【参考：メチルオレンジの物性値】

- 分子量 : 327.3 g mol⁻¹
- 融点 : 300 °C 以上
- 水への溶解性 : 5 g L⁻¹ (20 °C)

表2 試料の純度と分子量・式量

試薬	純度(%)	分子量・式量(g mol ⁻¹)
スルファニル酸	99.5	173.19
N, N-ジメチルアニリン	99.0	121.18
亜硝酸ナトリウム	98.5	69.00

III-3 高分子の合成と粘度測定

【目的】

プラスチック、繊維、ゴムなどの高分子材料は、私たちの生活に欠かせない材料である。本課題ではこれらの高分子材料の中からナイロンとポリアクリル酸類についての実験を行う。1927年頃、アメリカのデュポン社の研究員Carothersは、絹糸に似せた人工繊維を合成しようと試みた。しかし、ジアミンとジカルボン酸とを反応させても、生じた水分により重合が止るため、なかなか思うようにポリマーを作ることができなかった。反応条件を変えて1年程度研究し、ようやく実用に耐える繊維を合成した。それがナイロン-6,6である。今日では、複数種類のナイロン類が開発され、私たちの暮らしを豊かにしている。本課題では、ナイロン-6,10とポリアクリル酸類の合成を学ぶ。また、ポリビニルピロリドンの固有粘度 (intrinsic viscosity) とポリ(3-ヘキシルチオフェン)の導電率を測定し、高分子化合物の特徴について理解を深める。

【概要】

高分子化合物(ポリマー)は多数のモノマーの重合反応により合成される。モノマーの重合では、モノマーが数個重合したオリゴマーが生成し、さらに重合が進行するとポリマーが生成する。モノマーが重合する過程は、以下に示すように分子(A)が次々に繋がって合成(重合)されて行く。出発分子A(モノマーA)が別のモノマーAと反応して2量体(ダイマー)を生成し、この2量体がさらにモノマーAと反応して3量体(トリマー)を生成し、さらにこの3量体が別のモノマーAと反応して4量体(テトラマー)を生成する。このような反応の繰り返しにより、オリゴマーやポリマーが生成する。



高分子化合物の重合反応は逐次重合と連鎖重合に大別され、モノマーの反応の形式に応じて逐次重合は(i)重縮合、(ii)重付加などに分類できる。連鎖重合は(i)付加重合、(ii)開環重合に分類でき、モノマーの反応機構はモノマーの電子的性質により(a)カチオン重合、(b)アニオン重合、(c)ラジカル重合などに分類される。

本実験で行う界面重縮合によるナイロン-6,10の合成では、ヘキサメチレンジアミンと水酸化ナトリウムの混合水溶液を容器に入れ、セバシン酸ジクロリド(二塩化セバコイル)のヘキサン溶液をゆっくり加えることで、その界面に膜状のナイロン-6,10を合成する。

【ノート事前整理】

- 1日目と2日目に行う実験及び準備を理解しておく
- ナイロン-6,10とポリアクリル酸類の合成フローチャートを作成しておく。
- ナイロン-6,10とポリアクリル酸類の合成反応式を調べておく。
- 各実験操作を調べておく。
- 固有粘度の測定結果を記入する表を作成しておく

【所要装置、器具】

《コンテナ》 課題1～3共通				
ビーカー (50 mL)	5	，	シャーレ	1
ビーカー (100 mL)	2	，	試験管	1
共栓三角フラスコ (100 mL)	2	，	ガラス棒	1
メスシリンダー (100 mL)	1	，	漏斗	1
メスシリンダー (20 mL)	1	，	ピンセット	1
メスピペット (10 mL)	1	，	ポリ瓶 (100 mL)	4
ホールピペット (5 mL)	1	，	スポイトゴム (10 mL)	1
ホールピペット (25 mL)	1	，	薬さじ	1
駒込ピペット (10 mL)	1	，	ピペット台	1
メスフラスコ (50 mL)	1	，		
《机上・共通実験台》				
スタンド (机上)	1	，	スライドガラス (共通)	
クランプ・ムッフ (机上)	各1	，	導電率測定装置 (共通)	
リングクランプ (机上)	1	，	ストップ・ウォッチ (共通)	
ポリ洗びん (500 mL) (机上)	1	，	ガラスカッター (共通)	
保護メガネ (共通)		，	キムタオル (共通)	
ブラックライトブルー蛍光ランプ (共通)		，	竹串 (共通)	
オストワルド粘度計 (共通)		，	ろ紙 (共通)	

【実験】

A. ナイロン-6,10の合成

用いる試料の純度と分子量は表3に記載のとおりである。

- (1日目) 50 mLのビーカーに0.6 gの精製ヘキサメチレンジアミンをはかり取り、調製済みの0.5 mol L⁻¹水酸化ナトリウム水溶液10 mLを加えて溶解する。(ヘキサメチレンジアミンの融点は約40°Cであり、室温では固体である。本実験では、融解させたヘキサメチレンジアミンを駒込ビペットで直接ビーカーにはかりとる。)
- (1日目) 二塩化セバコイルを溶解させたヘキサン溶液10 mLの入ったサンプル瓶をTAから受け取る(上記のヘキサン溶液10 mLには0.5 gの二塩化セバコイルが溶解している)。
- (1日目) 1.の溶液に2.の10 mLの溶液をメスピペットで静かにビーカーの壁を伝わらせながらゆっくり注ぐ(逆にしないこと)。両液の境界面にフィルムが形成される(境界面が波打たないように静かに注ぐことが重要である)。界面に生成したフィルムの中心を直ちにピンセットで摘み上げ、これを一定の速さで試験管に巻き取る。
- (1日目) 巻き取ったナイロンには未反応の原料が付着しているため、イオン交換水で洗う必要がある。試験管からナイロンをほどき、イオン交換水を満たした100 mLのビーカー中でよく洗う。ナイロンをピンセットで摘み上げ、キムタオル上に置く。キムタオルで挟み込み、水気を充分にとり、風乾する。

5. (2日目)乾燥したナイロンの収量を量る。

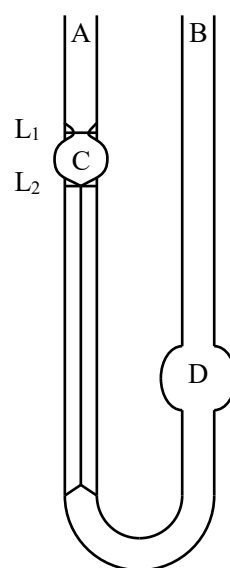
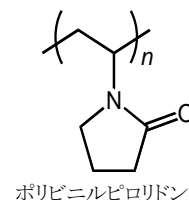
B. ポリアクリル酸類の光重合

用いる試料の純度と分子量は表4に記載のとおりである。

1. (1日目) 50 mLのビーカーにそれぞれ4.0 mLのメタクリル酸メチル, メタクリル酸エチル, メタクリル酸ヒドロキシエチルを入れ, 重合開始剤である100 mgの1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトンを加え溶解する。
2. (1日目) 以下の実験では必ず紫外線用の保護メガネを着用する。ドラフト内でブラックライトブルー蛍光ランプ(365 nm)を用いて溶液に光照射を行う。硬化の程度は, ランプを消して竹串で反応液上部に触れて確認し, 光硬化時間を記録する。
3. (2日目) 反応ビーカーに10 mLのイオン交換水を加えて, 得られたポリマーを洗浄する。この操作を3回繰り返して, ポリマーの親水性を観察する。

C. ポリビニルピロリドンの固有粘度測定

1. (1日目) 100 mLの共栓三角フラスコに0.5 gのポリビニルピロリドンを計りとり, これに50 mLのイオン交換水を加え, ガラス棒で完全に溶解させ, これを原溶液とする。
2. (1日目) 原溶液をイオン交換水で薄めて, 1/2, 1/4, 1/8の濃度の水溶液を調製する(溶媒の希釈にはホールピペットとメスフラスコを用いること)。調整した溶液は, 100 mLのポリ瓶に保存する。
3. (1日目 or 2日目) クランプを用いてオストワルド粘度計を垂直に設置し, 5 mLのイオン交換水をホールピペットで, オストワルド粘度計のB側に入れる。オストワルド粘度計を恒温槽に漬け, A側にスポイトを付ける。粘度計のA側の液面が L_1 線の上になるまで吸い上げ, 液面が L_1 線と L_2 線とを通過する時間(秒)を測定する。この操作を3回繰り返して, その平均値(t_0)を測定値とする。
4. (1日目 or 2日目) 4種類の高分子溶液を用いて流下時間(t)を同様に測定する。必ず, 次の試料を測定する前に, 粘度計を測定試料で共洗いすることに注意する。また, 濃度が薄い溶液から測定を進める。
5. (1日目 or 2日目) 上記測定を各濃度の試料について行い, 比粘度, 固有粘度を求める。また固有粘度より, この高分子の平均分子量を求める。
6. (1日目 or 2日目) 粘度計とホールピペットはイオン交換水で10回以上ゆすぐ。



D. ポリ(3-ヘキシルチオフェン)の再沈殿, 成膜, 導電率

1. (1日目) 100 mLの共栓三角フラスコに0.2 gのポリ(3-ヘキシルチオフェン)を計りとり, これにジクロロメタンを徐々に加え, 飽和溶液をつくる。(薄め過ぎない

オストワルド粘度

ように注意)

2. (1日目)1.の溶液を10倍容量のメタノールに徐々に加え5分間攪拌する。得られた固体をろ過し、ろ紙上で、10mLの精製メタノールを用いて2回洗浄する。
3. (1日目)ろ紙上で十分乾かした後、ポリ(3-ヘキシルチオフェン)を精製ジクロロメタンに溶解し、飽和溶液にする。(薄め過ぎないように注意)
4. (1日目)スライドガラスを半分にカットし、洗浄する。シャーレにキムワイプを数枚置き、その上に洗浄したスライドガラスを二枚置く。こぼれないように二枚のスライドガラスに同量の飽和溶液を滴下し、風乾する。この操作を5回ほど繰り返し、スライドガラス上にポリ(3-ヘキシルチオフェン)のキャスト膜を形成する。
5. (2日目)4探針プローブを接続したデジタルマルチメーターを用いてポリ(3-ヘキシルチオフェン)のキャスト膜の導電率を測定する。1枚はそのまま測定し、もう1枚は準備されているヨウ素のヘキサン溶液(TAから配布)に30秒間浸漬し、膜の変化を観察する。これを風乾し、乾いたところでキャスト膜の導電率を測定する。

【注意】

1. 必要に応じて、ドラフトに設置してあるホットプレートを用いて風乾する。
2. ナイロンの界面重縮合、ポリアクリル酸類の合成に用いた溶液、一次洗水、ポリビニルピロリドンの溶液は有機廃液として回収するため、教員またはTAの指示に従うこと。(決して下水道に捨てないこと)

【参考文献】

1. 日本化学会編, 楽しい化学の実験室II, 東京化学同人, 15 (1995)
2. 日本化学会編, 第4版実験化学講座1ー基本操作Iー, 丸善株式会社, 104 (1996)
3. J. Brandrup, E. H. Immergut, E. A. Gierke, Eds, *Polymer Handbook Fourth Edition*, John Wiley & Sons, Inc., 1999
4. 関隆弘, 岡畑恵雄, 化学と教育, 34巻 (1986) 492ページ

【補足：粘度と高分子の平均分子量との関係】

一定量の液体が毛細管を流れるのに必要な時間は、その液体の粘度に比例する。高分子溶液の粘度を η 、流下時間を t 、密度を ρ 、溶媒のそれらを η_0 、 t_0 、 ρ_0 とすると、高分子の溶解による粘度の増加率 η_{sp} （比粘度）は式(1)によって表すことができる。

$$\eta_{sp} = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} = \frac{\rho t - \rho_0 t_0}{\rho_0 t_0} \approx \frac{t - t_0}{t_0} \quad (1)$$

また、高分子溶液の固有粘度 $[\eta]$ は式(2)により定義される（ C は溶液の濃度）。

$$[\eta] = \lim_{C \rightarrow 0} \left(\frac{\eta_{sp}}{C} \right) \quad (2)$$

したがって、 $[\eta]$ と高分子の平均分子量 M との間には、式(3)の関係が成り立ち（ K および a は、高分子、溶媒の種類、温度に依存する定数）、これをMark-Houwink-桜田式という。代表的な高分子の K および a の値を表5に示す。

$$[\eta] = KM^a \quad (3)$$

表3 試料の純度と分子量・式量

試薬	純度 (%)	分子量・式量 (g mol ⁻¹)
二塩化セバコイル	95.0	239.1
ヘキサメチレンジアミン	95.0	116.2
水酸化ナトリウム	96.0	40.0

表4 試料の純度と分子量・式量

試薬	純度 (%)	分子量・式量 (g mol ⁻¹)
メタクリル酸メチル	98.0	100.1
メタクリル酸エチル	99.0	114.1
メタクリル酸ヒドロキシエチル	95.0	130.1
1-ヒドロキシシクロヘキシル フェニルケトン	97.0	204.3

表5 K と a の値

高分子物質	溶媒	温度 / °C	$K / 10^{-4}$	a	分子量範囲 / 10 ⁴
ポリビニルピロリドン	水	25	1.9	0.68	2.2 ~ 100
ポリスチレン	ベンゼン	25	0.95	0.74	3 ~ 61
ポリ酢酸ビニル	アセトン	25	1.76	0.68	19 ~ 72

III-4 ギ酸の酸解離定数

【目的】

ギ酸の酸解離定数を水素イオン濃度の変化から求める。ガラス電極を用いたpH測定の実理と実際の測定操作を学ぶことも目的とする。

【原理】

ギ酸の酸解離定数は式(1)のように定義される。この酸解離定数は温度や圧力、イオン強度によって変化する定数である(イオン強度があまり大きくなければ、イオン強度の増加に伴って K_a は大きくなる)。

$$K_a = \frac{[H^+][HCOO^-]}{[HCOOH]} \quad (1)$$

イオン強度とは式(2)で定義される量であり、電解質溶液中のイオン間の相互作用を評価するのに用いられる。

$$I = \frac{1}{2} \sum_i z_i^2 c_i \quad (z_i \text{ と } c_i \text{ はそれぞれイオン } i \text{ の電荷数とモル濃度}) \quad (2)$$

ギ酸のような弱酸のモノプロトン酸(HA)を強塩基(MOH)で滴定することを考える。水溶液中で強塩基(MOH)と塩(MA)は完全に解離すると考えてよいので、水溶液中に存在する化学種はHA, A^- , M^+ , H^+ , OH^- , H_2O である。これらの化学種のモル濃度の間には式(3)～(7)の関係が成り立つ。

$$HA \rightleftharpoons H^+ + A^- \quad K_a = \frac{[H^+][A^-]}{[HA]} \quad (3)$$

$$H_2O \rightleftharpoons H^+ + OH^- \quad K_w = [H^+][OH^-] \quad (4)$$

$$C_A = [HA] + [A^-] \quad (5)$$

$$C_M = [M^+] \quad (6)$$

$$[A^-] + [OH^-] = [H^+] + [M^+] \quad (7)$$

C_A と C_M は、それぞれ滴定中の溶液の弱酸および強塩基の濃度であり、滴下量から計算によって求められる。また、式(7)は溶液中の正と負の電荷量が等しいことから容易に導かれる。これら式(3)～(7)から、水素イオン濃度と酸解離定数以外の未知数を消去することで次の式(8)が得られる。

$$[H^+]^3 + (C_M + K_a)[H^+]^2 + (K_a C_M - K_a C_A - K_w)[H^+] - K_a K_w = 0 \quad (8)$$

C_A と C_M の算出に必要な混合溶液の体積は、モル濃度 C_{HA} のHA溶液の体積が V_{HA} 、そこに滴下したモル濃度 C_{MOH} のMOH溶液の体積が V_{MOH} ならば、 $V_{HA} + V_{MOH}$ で近似できる(C_{HA} と C_{MOH} の濃度が 1 mol L^{-1} 程度以下なら十分良い近似である)。従って C_A と C_M は、

$$C_A = \frac{C_{HA} V_{HA}}{V_{HA} + V_{MOH}} \quad (9)$$

$$C_M = \frac{C_{MOH} V_{MOH}}{V_{HA} + V_{MOH}} \quad (10)$$

と計算できる。この式(9), (10)を式(8)に代入すると、次の式(11)が得られる。

$$K_a = -\frac{\beta}{\alpha} = -\frac{[H^+]^2 + \frac{C_{MOH} V_{MOH}}{V_{HA} + V_{MOH}} [H^+] - K_W}{[H^+] + \frac{(C_{MOH} V_{MOH} - C_{HA} V_{HA})}{V_{HA} + V_{MOH}} - \frac{K_W}{[H^+]}} \quad (11)$$

式(11)を見て分かる通り、酸解離定数 K_a は $-\alpha$ を横軸に β を縦軸にした直線の傾きである。よって、MOH溶液の滴下量 V_{MOH} を増やしながら混合溶液の水素イオン濃度を測定し、 α と β を算出して最小二乗法で傾きを求めれば、酸解離定数 K_a が得られる。きちんと測定ができていれば、原点を通る直線となる。

【所要装置，器具】

《コンテナ》			
ビーカー (100 mL)	4	，	コニカルビーカー (200 mL) 3
ビーカー (500 mL)	1	，	メスフラスコ (100 mL) 3
ホールピペット (10 mL)	2	，	メスピペット (1 mL) 1
ホールピペット (20 mL)	1	，	ピペッター (ゴム球) 2
広口ポリビン (100 mL, 要乾燥)	5	，	ピペッター台 1
広口ポリビン (250 mL, 要乾燥)	1	，	ロート小 1
広口ポリビン (500 mL, 要乾燥)	1	，	秤量ビン 3
駒込ピペット (5 mL)	2	，	ポリビーカー (100 mL) 5
ガラス棒	2	，	薬さじ (ステンレス) 2
《机上》			
pH計	1	，	ガラス電極, 温度計およびスタンド 1
ビュレット (25 mL)	1	，	ビュレット台&ビュレットばさみ 1
ポリ洗びん (500 mL) (机上)	1		

【実験】

A. 試薬の調製

ギ酸の酸解離定数はイオン強度によって変化するので、以下の実験では反応に関与しない塩化ナトリウムを加えることによって、ほぼ一定のイオン強度に保たれるようにしている。

1. ドラフト内に準備されている水酸化ナトリウムの飽和水溶液 (水酸化ナトリウムを質量で0.8倍程度のイオン交換水に溶解させる) の上ずみ液をメスピペットで取り出し、250 cm³ポリビンに0.8 cm³取る (メスピペットの目盛の差から取り出す液量を求める)。
2. 約6.6 gの塩化ナトリウムを上皿天秤で量り取り (小数第2位まで)、適当なビーカーでイオン交換水に溶かしてから先ほどのポリビンに加え、イオン交換水で250 cm³の水溶液とする。これを溶液Aとする。この水溶液は、なるべく外気に触れさせないようにする。
3. 乾燥器内で乾燥させてある秤量瓶を用いて約0.12 gのフタル酸水素カリウムを精秤し、適当量のイオン交換水で溶かして200 cm³のコニカルビーカーに移し、少量のフェノールフタレインを加える。これを3つ

用意する。秤量瓶は使用後ただちにイオン交換水で洗浄し、乾燥器に入れて乾燥させておく。

4. 少量の溶液Aで共洗いを行ってからビュレットに溶液Aを入れる。このとき使用したロートは必ずビュレットから外しておく。溶液Aで滴定を3回行い、溶液Aの標定結果を直ちに指導教員またはTAに報告する。
5. 0.5 mol L^{-1} 塩化ナトリウム水溶液を 500 cm^3 ポリビンで 500 cm^3 調製する。
6. 100 cm^3 ポリビンに濃塩酸をメスピペットで 0.8 cm^3 量り取る。約 2.3 g の塩化ナトリウムを上皿天秤で量り取り(小数第2位まで)、適当なビーカーでイオン交換水に溶かしてから加え、イオン交換水で 100 cm^3 の水溶液とする。これを溶液B₁とする(塩酸の濃度は約 $10^{-1} \text{ mol L}^{-1}$)。
7. 100 cm^3 メスフラスコに溶液B₁をホールピペットで 10 cm^3 量り取り、手順5で調製した 0.5 mol L^{-1} 塩化ナトリウム水溶液で 100 cm^3 の水溶液とする。これを溶液B₂とする(濃度は約 $10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$)。同じ手順で、塩酸の濃度が約 $10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ と約 $10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ である溶液B₃とB₄を調製する。調製した3つの水溶液は、それぞれ 100 cm^3 ポリビンに保管する。
8. 200 cm^3 のコニカルビーカーに溶液B₁をホールピペットで 10 cm^3 量り取り、少量のフェノールフタレインを加えてから、溶液Aで滴定する。滴定は1回でよい。溶液B₂, B₃, B₄の濃度は、正確に希釈できていると仮定して、溶液B₁の濃度から算出する。
9. 100 cm^3 ポリビンにギ酸をメスピペットで 0.2 cm^3 量り取り、手順5で調製した 0.5 mol L^{-1} 塩化ナトリウム水溶液で 100 cm^3 の水溶液とする。これを溶液Cとする。

B. pH計の準備と h 検量線の作成

pH計は電源を入れる度にゼロ点とスパンがずれるので、毎回必ず校正作業を行う必要がある。また、pH計の表示値(h 値)は、厳密には定義されたpHとは異なる量なので、検量線を作成して定義されたpHに変換する。

1. 【pH計の使用法】に従い、pH計の校正を行う。
2. ポリビーカーをイオン交換水で十分洗浄してから、溶液B₁～B₄で共洗いし、それぞれを入れておく。ポリビーカーに溶液の種類を明記しておくこと。
3. 溶液B₄から順にB₃, B₂, B₁の h 値と溶液の温度を測定する。各測定前には検出部をイオン交換水で十分に洗浄し、水分を取り除き、試料溶液を用いてすすぐこと。
4. 横軸に得られた h 値、縦軸に各溶液の $-\log_{10}([\text{H}^+]/\text{mol L}^{-1})$ をとり、グラフ用紙にグラフを描く。塩酸は完全に電離しているので、水素イオン濃度は各溶液のモル濃度から求めれば良い。きちんと測定できていれば、ほとんど傾き1の直線になるはずである。もし検量線が著しく直線から外れているときは、3.の操作をやり直す。最小二乗法によってその直線の傾きと切片を求めておく。
5. 検出部をイオン交換水で十分に洗浄し、水分を除いておく。

C. 滴定曲線の測定

この測定によって、図1のような滴定曲線を得る。 K_a の算出に使うのは図1の矢印で示した範囲(当量点までに

要する体積の約0.1～0.9の範囲)であり、この領域内に計算に使える点が少なくとも10個程度得られるように添加量を加減する。また、当量点を過ぎてからも測定を続け、全体の形が見えるようにする。

1. 乾いたポリビーカーに溶液Cをホールピペットで40 cm³量り取る。
2. 検出部を溶液Cですすいでから、ポリビーカーに浸す。
3. 溶液Aをビュレットからポリビーカーに少量滴下しては、 h 値と溶液の温度を測定していく。滴下量の目安は、 h 値が4辺りまでは1 cm³、4～4.5の範囲では0.5 cm³、4.5～4.8の範囲では0.2 cm³、それ以降当量点までは1滴である。当量点以降は滴下量を逆に、1滴→0.2 cm³→0.5 cm³→1 cm³と増やしていき、当量点を過ぎて4 cm³程度加えたら、それまでに滴下した体積の半分くらいのA溶液を数回に分けて加えてしまってもよい。測定と同時に、グラフ用紙に図1のようなグラフをプロットしながら行い、適切に測定が行えていることを確認すること。
4. 指導教員あるいはTAによるデータのチェックを受け、OKが出たら後片付けをする。
5. ビュレットは、よく洗ってからコックをはずしておく。
6. 検出部をイオン交換水で十分に洗浄し、飽和塩化カリウム溶液を入れたキャップを検出部先端に装着する。内部液補充口にキャップを付け、pH計の電源を切る。
7. 時間があれば、【データの解析】に従って各数値を計算する。

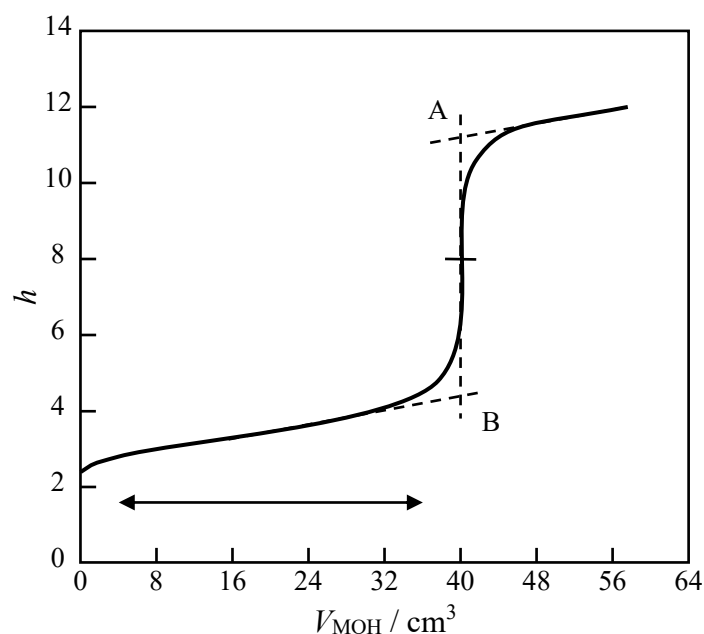


図1 滴定曲線と当量点の求め方(模式図、測定点は省略)

【データの解析】

A. 溶液Cのギ酸のモル濃度

1. 図1のように、当量点前後のほぼ平らな部分を補外し、変曲点と思われる位置に引いた接線とこれらの補外直線との交点AおよびBを求める。
2. 線分ABの中点の横軸座標を当量点の V_{MOH} とする。

B. ギ酸の解離定数 K_a の決定

1. 滴定曲線の前半(図1の矢印の範囲)から測定点を10点くらい選び出す。 h 測定値がなめらかな曲線から外れていたら、外れた点を避けるか、全体をなめらかな曲線で結んでその曲線上の縦座標を読みとる。
2. h 検量線を用いて、各点の h の測定値から $[H^+]$ を求める。
3. (11)式および $K_w = 1.0 \times 10^{-14} \text{ mol}^2 \text{ L}^{-2}$ を用いて各点の α と β を算出し、 $-\alpha$ を横軸に β を縦軸にした直線の傾き、即ち K_a を最小二乗法で求める。そのとき、直線の切片は0(ゼロ)とすること。また、これらの計算は膨大になるので、Excelを活用すること。

【pH計の使用法】

1. ノートに次の項目を記録し、レポートに反映する。： 測定時の試料溶液の温度。pH計の製造業者・名称・製品番号。電極の形式や種類。校正に用いたpH標準液の名称・製造業者・ロット番号・製造年月日・品質・規格。
2. ガラス電極の内部液補充口のキャップを外し、pH計の電源を入れる。実験が全て終わるまで、電源は切らないこと。
3. 電極ストッパーの高さが適切である(ガラス電極の先端がビーカーの底に当たらない)ことを確認する。
4. ポリビーカーにpH標準液の種類を明記し、イオン交換水で洗浄する。入れるべきpH標準液で3回共洗いしてから、電極の液絡部が完全に浸るだけの十分なpH標準液をポリビーカーに入れておく。
5. 次の手順でゼロ点の校正を行う。
 - A1. 大き目のビーカーで受けながら、洗瓶を使って四方からイオン交換水を吹きかけ、検出部(ガラス電極先端部)を繰り返し洗い、キムワイプで吸い取るようにして(擦ってはならない)余分な水滴を取り除く。完全に水気をぬぐい去る必要はない。
 - A2. 大き目のビーカーで受けながら、検出部にポリビーカーの中性リン酸塩pH標準液を少量かけてすぐ。
 - A3. 中性リン酸塩pH標準液のポリビーカーに検出部と温度計を浸し、2, 3回軽く揺する。このとき、電極部(特に液絡部)に気泡がついていないことを確認すること。また、電極をポリビーカーにぶつけないように注意すること。
 - A4. 中性リン酸塩pH標準液の温度を測る。温度補償ダイヤルがある機器の場合は、目盛値をpH標準液の温度に合わせる。
 - A5. ゼロ調整ダイヤルを回して、表示値が中性リン酸塩pH標準液の温度に対応するpH値(表6)になるようにする。表に記載されていない温度における値は、なだらかに補間して求める。
6. 次の手順でスパンの校正を行う。
 - B1. 検出部をイオン交換水で十分に洗浄し、水分を除く。
 - B2. 検出部にポリビーカーのフタル酸塩pH標準液を少量かけてすぐ。
 - B3. フタル酸塩pH標準液のポリビーカーに検出部と温度計を浸し、2, 3回軽く揺する。
 - B4. フタル酸塩pH標準液の温度を測る。温度補償ダイヤルがある機器の場合は、目盛値をpH標準液の温度に合わせる。
 - B5. スパン調整ダイヤルを回して、表示値がフタル酸塩pH標準液の温度に対応するpH値(表6)になるようにする。表に記載されていない温度における値は、なだらかに補間して求める。
7. 再び5.に戻ってゼロ点の校正とスパンの校正を交互に行い、スパンの校正で溶液に浸した段階の表示値がフタル酸塩pH標準液の温度に対応するpH値の ± 0.01 内であれば校正が完了したとしてよい。ゼロ点の校正とスパンの校正の操作は2回も繰り返せば完了するはずだが、完了しないときは操作が不適切か

pH計が不調である可能性が高いので、指導教員あるいはTAに報告すること。

8. 検出部をイオン交換水で繰り返し洗い、水分を除いてから次に進む。

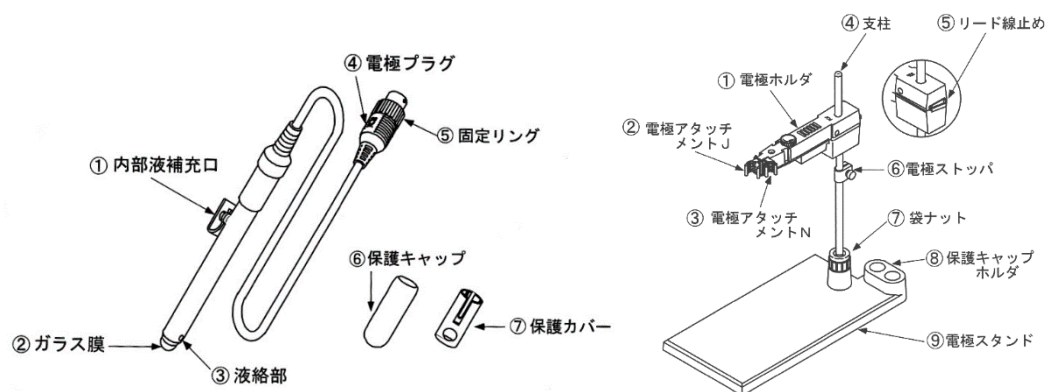


図2 代表的なpH計の電極とそのスタンド

【注意】

1. 水酸化ナトリウムの飽和水溶液は極めて強く皮膚を犯し、目に入ると失明するので取り扱いには十分注意すること。
2. ガラス電極の先端は脆いので、ものをぶつけると簡単に壊れてしまう。取り扱う際には十分に注意すること。

表6 JIS規格pH標準液の各温度におけるpH値*

規格番号	K0018		K0019		K0020		K0023		K0021		K0022
	シュウ酸塩		フタル酸塩		中性リン酸塩		リン酸塩		ホウ酸塩		炭酸塩
温度/℃	第1種	第2種	第1種	第2種	第1種	第2種	第1種	第2種	第1種	第2種	第2種
0	1.666	1.67	4.003	4.00	6.984	6.98	7.534	7.53	9.464	9.46	10.32
5	1.668	1.67	3.999	4.00	6.951	6.95	7.500	7.50	9.395	9.40	10.24
10	1.670	1.67	3.998	4.00	6.923	6.92	7.472	7.47	9.332	9.33	10.18
15	1.672	1.67	3.999	4.00	6.900	6.90	7.448	7.45	9.276	9.28	10.12
20	1.675	1.68	4.002	4.00	6.881	6.88	7.429	7.43	9.225	9.22	10.06
25	1.679	1.68	4.008	4.01	6.865	6.86	7.413	7.41	9.180	9.18	10.01
30	1.683	1.68	4.015	4.02	6.853	6.85	7.400	7.40	9.139	9.14	9.97
35	1.688	1.69	4.024	4.02	6.844	6.84	7.389	7.39	9.102	9.10	9.92
38	1.691	1.69	4.030	4.03	6.840	6.84	7.384	7.38	9.081	9.08	—
40	1.694	1.69	4.035	4.04	6.838	6.84	7.380	7.38	9.068	9.07	9.89
45	1.700	1.70	4.047	4.05	6.834	6.83	7.373	7.37	9.038	9.04	9.86
50	1.707	1.71	4.060	4.06	6.833	6.83	7.367	7.37	9.011	9.01	9.83
55	1.715	1.72	4.075	4.08	6.834	6.83	—	—	8.985	8.98	—
60	1.723	1.72	4.091	4.09	6.836	6.84	—	—	8.962	8.96	—
70	1.743	1.74	4.126	4.13	6.845	6.84	—	—	8.921	8.92	—
80	1.766	1.77	4.164	4.16	6.859	6.86	—	—	8.855	8.88	—
90	1.792	1.79	4.205	4.20	6.877	6.88	—	—	8.850	8.85	—
95	1.806	1.81	4.227	4.23	6.886	6.89	—	—	8.833	8.83	—

*JIS規格に規定されているのは25℃におけるpH値で、他の温度におけるpH値は“参考”として規格書に記載されている。

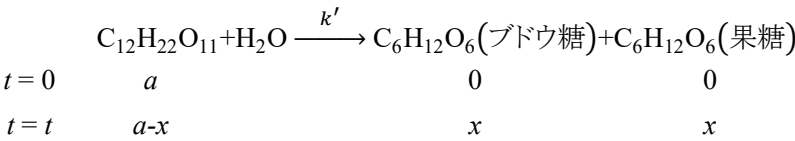
III-5 ショ糖の加水分解の反応速度

【目的】

塩酸の存在下でショ糖の加水分解速度を測定し、反応速度定数を決定する。また、反応速度定数の温度変化から、この反応の活性化エネルギーを求める。

【原理】

水溶液中のショ糖の加水分解は、反応系中の水が多量であれば反応前後における水の濃度は変わらないとみなせるので、擬一次反応として扱うことができる。いま時刻 $t = 0$ および $t = t$ における各化学種の濃度を下記のように表し、 $k[\text{H}_2\text{O}] = k$ とおけば、ブドウ糖の生成速度は式(1)となり、これを積分すれば式(2)が得られる。



$$\frac{dx}{dt} = k(a - x) \quad (1)$$

$$\ln(a - x) = -kt + C_1 \quad (C_1 = \ln a) \quad (2)$$

従って、 x の時間変化を追跡すれば反応速度定数 k を求めることができる。

ショ糖は右旋性(+), 生成物であるブドウ糖と果糖の混合物は左旋性(-)であり、また旋光角の変化は反応進行度に比例し、旋光角には加成性が成立するので、式(2)中の濃度を旋光角(α)の変化に置き換えられる。すなわち、 $a = \alpha_0 - \alpha_e$, $a - x = \alpha_t - \alpha_e$ とおけば、式(2)は式(3)となる。

$$\ln|\alpha_t - \alpha_e| = -kt + C_2 \quad (C_2 = \ln|\alpha_0 - \alpha_e|) \quad (3)$$

ここで0, t , e はそれぞれ反応開始時, 時間 t 後, 平衡状態を示す。したがって、旋光角の時間変化(α_t)を測定して $\ln|\alpha_t - \alpha_e|$ と t のグラフを描くことにより、直線の傾きから k を求めることができる。

【所要装置、器具】

《コンテナ》			
ビーカー (100 mL)	2	,	メスシリンダー (20 mL) 1
共栓三角フラスコ (100 mL)	4	,	おもり 4
共栓三角フラスコ (300 mL)	2	,	ポリビン (500 mL, 酸廃液用) 1
駒込ピペット (10 mL)	2	,	スポイトゴム 2
葉さじ	1	,	ガラス棒 1
旋光計セル	2	,	温度計 1
ストップ・ウォッチ	2	,	ビニル管 1
《机上》			
旋光計	1	,	恒温槽 1
ポリ洗びん (500 mL) (机上)	1		

【実験】

1. 恒温槽の温度を30, 35, 40, 45°Cに設定する(注意1)。
2. 1.5 mol dm^{-3} 塩酸水溶液を 100 cm^3 調製し, 300 cm^3 共栓三角フラスコに保存する(2日間使用)。塩酸の比重は $d = 1.19$ を用いよ。
3. ショ糖 20 g をイオン交換水に溶かして 100 cm^3 とする(濁りがあればろ過する)。これを 300 cm^3 共栓三角フラスコに保存する(2日間使用)。
4. 洗浄した旋光計セルにイオン交換水を入れて旋光角を測定し, 旋光計のゼロ補正を行う(注意2および3参照)。
5. 調製した塩酸水溶液とショ糖水溶液を, それぞれ 100 cm^3 共栓三角フラスコに 10 cm^3 ずつ小分けして恒温槽に入れ, 各液温が一定になるまで待つ。
6. 等量のショ糖水溶液とイオン交換水との混合液を旋光計セルに入れ, 旋光角を測定する。塩酸が存在しないと反応は進行しないので, このときの旋光角が α_0 となる。
7. 旋光計セルを再び洗浄し, 光学窓(デッキグラス)を取りつけて恒温槽にしばらくつけておく。このとき, 旋光計セル内に恒温槽の水が入らないようにすること。
8. 等量のショ糖水溶液と塩酸水溶液とを手早く混合し, 温めていた旋光計セルに混合液を入れ, 初回の旋光角測定(α_i)を行う。測定後, 直ちにセルを恒温槽に戻す。混合した時刻を時間0とし, 以後旋光角(α_t)の時間変化を繰り返し測定する。
9. 旋光角の変化量は温度と反応時間によって変わるので, 測定する時間間隔も変えてゆくこと。反応開始直後は, 高温では1~1.5分間隔, 低温では2~3分間隔とし, その後は適宜判断して時間間隔を調節せよ。
10. 変化しなくなったときの旋光角を平衡時の旋光角(α_e)とする(注意4参照)。
11. このようにして得た各測定値から, $\log|\alpha_t - \alpha_e|$ と t との関係をグラフにせよ。この際, 反応進行度が0~0.9の範囲内でプロットせよ。
12. 5.~10.を繰り返して k の温度変化を測定し, 活性化エネルギーを求めよ。

【旋光計の使用法】

旋光計の概略を図3に示した。光源Sの光をニコルプリズムP (polarizer)に通して偏光させ, さらにニコルプリズムA (analyzer)を通過させる時, ニコルプリズムAとPとによる偏光方向が互いに直角であるような向きであれば, 接眼レンズ L_2 に光は達しない。ニコルプリズムAとPとの偏光方向が平行であれば L_2 には最大量の光が達する。

ニコルプリズムAとPの間Cに置いた物質が旋光性を持つならば, ニコルプリズムAとPとが直角であっても光が L_2 に達する。その際, 視野が暗黒になるまでAを回転させる事で, 間においた物質の旋光角を測定する事ができる。

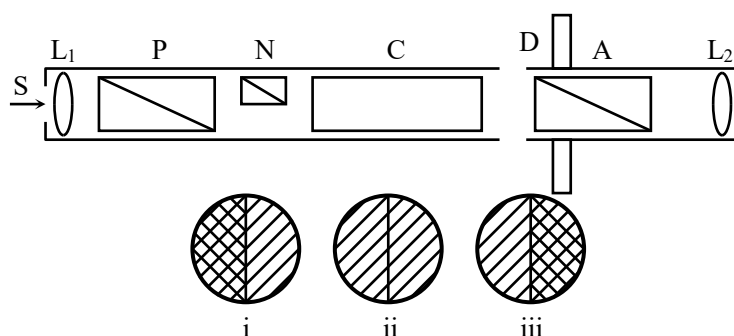


図3 旋光計概略図

実際観測の際に前記のように暗黒視野の位置を決めるのは困難なので、補助プリズムNを入れ、C及びAにはPのみ通過する光とPとNの両者を通過する光の二種の光が到達するようにしてある。この時NがPに対してある小さい角度だけ傾いているなら、AをNとPの両者に対して等しい向きを持つ様な位置に回転させると前記二種の光は同量となり、視野は一樣な明るさになる(図3, ii)。この位置からAを右または左に回転させると視野の明るさに差が出てAがNまたはPに直角になれば視野の半分は暗黒になる(図3, iまたはiii)。

従って旋光性でない物質をセルに入れた時(この測定ではイオン交換水のみ)、図3, iiの状態が目盛板Dが零を示す様にしておき、次に試料を入れ、左右同じ明るさになる時の回転角を読む。これが旋光角である。この角度は試料液の長さに比例するので、一般に10 cmあたりの旋光角で比旋光度を定義する。

【注意】

1. 初日に40, 45℃の実験を、二日目に30, 35℃の実験をそれぞれ行う。自分の実験台にある恒温槽と、隣の実験台にある異なる温度の恒温槽の2台を共有し、2本のセルを用いて二つの温度の実験を並行して行う。
2. 旋光計の型式によって使用法は異なる。操作する前に、コンテナ内にある取扱説明書を熟読し、疑問点があれば自己判断せずに担当指導者に問い合わせること。
3. 使用する旋光計はいずれもオフセット機能を備えている。したがって、イオン交換水の旋光角を測定し(図3, ii)、旋光計のZERO SETスイッチを押せばゼロ補正が完了する。
4. 反応が平衡に達したかの判断は各人で行わず、担当指導者に相談すること。
5. 試料液をセルに入れる際には、旋光計の取扱説明書を参考にしてセル内に気泡が入らないようにする。また、旋光計で測定するときには光の散乱を防ぐため、セル両側の光学窓(デッキグラス)に付着した恒温槽の水をよくふき取ること。
6. 旋光計の光源にランプを使っている機種は点灯後5～10分ほど経過しないと安定しない。また、光源にLEDを使っている機種は、5分間以上操作を行わないと自動的にLEDが消灯するようになっているので、シフト・温度スイッチを押して再点灯させて測定せよ。
7. 試料溶液の温度を一定に保つよう常に心がけよ。また、試料溶液の温度は恒温槽の温度になっているとは限らない。必ず温度計を挿入して、試料の液温を直接測定すること。
8. 恒温槽の温度は常に設定温度になっているかチェックすること。

【チェックリスト】

1. 一次反応において、濃度の時間変化の測定結果から反応速度定数を求めるための原理および解析手法が習得できているか。
2. 速度定数の温度変化の測定結果から活性化エネルギーを求めるための原理および解析手法を習得できているか。
3. 擬一次反応とはどのようなものか。また、なぜそのような取扱いをするのか。
4. n 次反応において、濃度の時間変化から反応速度定数を求めることができるか。
5. 本実験において、塩酸はどのような役割をしているか。

III-6 活性炭による酢酸の吸着

【目的】

活性炭に対する水溶液中の酢酸の吸着量を測定し、Freundlichの吸着等温式の適用を検討する。

【原理】

活性炭等の多孔性物質は表面積が大きく、吸着剤として利用されている。固体に対する吸着能力は温度と濃度に関係があり、理論的、経験的に幾つかの吸着等温式が提出されている。最も一般的ものはFreundlichが経験的に求めたもので、吸着現象が平衡状態になった場合において、吸着剤の質量を m 、吸着した溶質の質量を x 、溶液の濃度を C とすると、式(1)で表される。この式はある濃度範囲で成立する。 n は正の定数である。

$$\frac{x}{m} = kC^n \quad (1)$$

従って、濃度を変えて吸着量を測定すれば定数 k と n が求められる。また、単分子吸着の条件下で理論的に求めたLangmuirの式(2)がある。ここで、 α 、 β は定数であり、やはり濃度を変えて吸着量を測定すれば定数 α と β が求められる。

$$\frac{x}{m} = \frac{\alpha C}{1 + \beta C} \quad (2)$$

式(2)において C が非常に大きければ式(3)となり、吸着量は濃度に関わらず一定となる。一方、非常に小さければ式(4)となり吸着量は濃度に比例する。

$$\frac{x}{m} = \frac{\alpha}{\beta} \quad (3)$$

$$\frac{x}{m} = \alpha C \quad (4)$$

しかしながら、このLangmuirの吸着等温式に従うような液相吸着の系は少なく、多くの場合この式から大きく外れてしまうことが知られている。

【所要装置、器具、薬品】

《コンテナ》			
三角フラスコ (200 mL)	8	、 おもり	8
共栓三角フラスコ (300 mL)	4	、 ゴム栓	8
コニカルビーカー (100 mL)	2	、 ポリビン (500 mL, NaOH用)	2
メスフラスコ (100 mL)	1	、 ロート (小)	2
ホールピペット (5, 10, 50 mL)	2, 1, 1	、 ピペッター (ダイヤル式, ゴム製)	各1
薬さじ	1	、 ガラス棒	1
ブフナーロート	1	、 吸引ビン	1
ろ紙	1	、 シヤーレ	1
リトマス紙 (赤, 青)	各1		

《机上》			
ビュレット (25 mL)	2	, アスピレーター	1
恒温槽	1	, デシケーター	1
ポリ洗びん (500 mL) (机上)	1		

【実験】

1. 恒温槽を30°Cもしくは40°Cに設定する。(既に電源が入っているはずなので、温度を確認する。)
2. 約0.025 mol dm⁻³のシュウ酸水溶液を精確に調製する。
3. 調製済みの約0.1と0.01 mol dm⁻³ NaOH水溶液の濃度を2.のシュウ酸水溶液で標定する。
4. 約26 gの活性炭を吸引濾過しながら、イオン交換水でよく洗う。この時洗浄液がアルカリ性であれば活性炭を希塩酸で中和した後、塩酸が認められなくなるまで十分に水洗いする。その後、シャーレに入れて乾燥機で十分に乾燥させる(2～3時間かかる)。
5. 約0.4, 0.3, 0.2, 0.1 mol·dm⁻³の酢酸水溶液を約300 cm³ずつ調製し、共栓三角フラスコに保存する。酢酸の比重は $d_4^{20}=1.04922$ である。
6. 三角フラスコに5.の各濃度の酢酸水溶液をホールピペットで正確に100 cm³ずつ、2つの三角フラスコに取り分け(4濃度×各2個=計8個)、ゴム栓をしておく。
7. 5.で調製した溶液の残りで、各酢酸水溶液の濃度をNaOH水溶液で標定する。
8. 十分に乾燥した活性炭は、デシケーター(シリカゲル入り)内で放冷する。
9. 放冷後、約3 gずつ精秤し、それらを5.で取り分けておいた溶液に入れて密栓し、30°Cと40°Cの恒温槽に4濃度ずつそれぞれ置き、そのまま2日目まで放置する。おもりをフラスコにかぶせ、フラスコが浮かないようにする。(恒温槽は温度の異なる隣の班とそれぞれ共用する。)
10. 2日目まで放置した溶液の上澄みをホールピペットで正確に量り取り、上澄み液の酢酸の濃度を測定する。
11. 次の実験者のために、約0.1, 0.01 mol·dm⁻³ NaOH水溶液を調製する。
12. 吸着剤1 gあたりの吸着量 x_n (mol·g⁻¹)は、活性炭の質量を m g, 吸着前後の酢酸水溶液 V cm³の濃度(mol·dm⁻³)を C_b , C_a とすると、 $x_n=x/m=V(C_b-C_a)/1000m$ である。
13. $\log C_a$ に対して $\log x_n$ をプロットし、(1)式を用いて定数 k と n を求めよ。
14. $1/C_a$ に対して $1/x_n$ をプロットし、(2)式を用いて飽和吸着量 $x_s=\alpha/\beta$ を求めよ。

【注意】

1. フェノールフタレイン溶液は、指導教員あるいはTAから受け取り、使用後に返却すること。
2. 活性炭の中和と乾燥は注意して行うこと。特に、乾燥中は何度かよく振り混ぜ、完全に乾燥させるようにすること。
3. 使用済みの活性炭はドラフト内に設定した「使用済み活性炭入れ」に廃棄すること。

【チェックリスト】

1. Freundlichの経験式が適用できる濃度範囲とはどういうものか。
2. 温度が吸着現象に与える影響とはどういうものか。
3. Langmuirの吸着式が成立する条件とはどういうものか。
4. 飽和吸着量が意味するものは何か。

レポート提出確認表
物質生命理工学実験C
2019年度

学生番号	氏 名

実験課題	実験 開始日～終了日	終了確認 1日目	終了確認 2日目	レポート 提出日	レポート 受取者
Ⅲ-1 4-ニトロアニリンの合成	～				
Ⅲ-2 メチルオレンジの合成	～				
Ⅲ-3 高分子の合成と粘度測定	～				
Ⅲ-4 ギ酸の酸解離定数	～				
Ⅲ-5 ショ糖加水分解の反応速度	～				
Ⅲ-6 活性炭による酢酸の吸着	～				

発 行 者	上智大学 理工学部 物質生命理工学科
発 行 日	2019年9月27日

学生番号 _____ 名前 _____