

(問 1) 天秤に対して用いられる用語、「秤量」「感量」「分解能」を各々、15文字程度までで説明せよ。

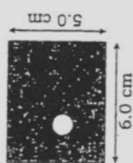
(問 2) 本学で行われている実験廃棄物の処理の内、無機廃液について、下記の文章の a-c に適切な言葉を入れよ。

無機、有機に関わらず、実験廃棄物は排出者自身がその組成等について最も多くの情報を持っており、その処理・無害化についても最も適切な方法を提案できる立場にある。従って、原点処理と呼ばれるように、排出者自身が処理可能な場合は、廃棄物が作成された現場(実験室)で無害化する事が勧められている。典型的な例として、塩酸や水酸化ナトリウムの水溶液等、簡単に無害化できる廃棄物は実験室内で処理する事が一般に行われている。重金属等を含まない単純な酸・炭酸水溶液は、[a]への放流前に [b] を排水基準を満たされる範囲に調整する必要がある。強酸、強アルカリを用いた後、往々にして炭酸水素ナトリウム(重曹)を用いて最終的に [c] を調整する事が行われるが、酸性の廃液にこれを加えると [c] 容器からあふれ出る可能性があることに注意を要する。

重金属を含む無機廃液は、[d] 系溶液と一般重金属廃液に分類されている。[d] 系廃液は必要に応じて前処理を行った後、キレート樹脂に吸着させる事により [d] イオンを取り除く。樹脂に吸着された [d] は、学外で処理され、回収された [d] は再利用される。[d] 以外の重金属イオンは、フェライト法によりスピネルフェライトの一種であるマグネタイト(磁鉄鉱, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)の結晶格子に封じ込められる。マグネタイトの結晶格子から、成分の重金属を取出す事は非常に困難であり、この事が、廃棄物としてのマグネタイトの安全性を保証している。マグネタイトは強磁性体であり、磁石の材料としても利用可能である。[d] と他の重金属イオンが混在する実験廃液の場合、まず、[e] の処理を先行し、その後、他方の処理を行う。

[d] 系、一般重金属いずれの廃液処理においても、金属イオンを除いた排水は、[b] や残留重金属イオンの濃度、温度等が排水基準を満たしている事を確認した後、[a] へ放流される。

(問 3) 図示したように幅 6.0 cm、高さ 5.0 cm の長方形の中に半径 1.1 cm の円があった時、長方形の面積、円の面積、および、円の部分を除く長方形内の面積を有効数字を考慮して求めよ。この時、円周率  $\pi = 3.141592654$  とし、適切な桁まで考慮して計算すればよい。各面積には単位を添えて回答せよ。



(問 4) 直方体(各面のなす角度は正確に 90°)であるとして仮定する)の各辺の長さ a, b, c を測定したところ、

$$\begin{aligned} a &= 1.00 \text{ cm}, \sigma_a = 0.01 \text{ cm} \\ b &= 2.0 \text{ cm}, \sigma_b = 0.1 \text{ cm} \\ c &= 3.0 \text{ cm}, \sigma_c = 0.2 \text{ cm} \end{aligned}$$

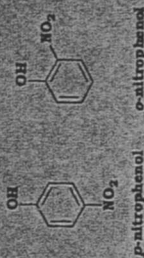
(但し、 $\sigma_a, \sigma_b, \sigma_c$  は測定から得られた標準偏差)であった。この時の、直方体の体積 V の標準偏差  $\sigma_V$  を与える一般式( $\sigma_V$  を  $\sigma_a, \sigma_b, \sigma_c$  で示した式)を記せ。また、実際に V と  $\sigma_V$  を求め、単位を付けて回答せよ。

(問 5) n 組の実測点 ( $x_i, y_i$ ) について、 $x_i, y_i$  間に、 $y = x^2 + 2x + b$  なる関係が成立するとしたとき、( $x_i, y_i$ ) を最もよく再現する b の値を与える一般式を求めよ。回答用紙には、誘導の経過が判るよう、途中式等も記述しておく事。

ヒント:  $X_i = (x_i - 1)^2$  とおくと  $X_i$  と  $y_i$  は直線関係を持つこととなります。従って、 $y_i$  を  $X_i$  から与える式を注意して書き下した後、 $X_i$  と  $y_i$  の関係に偏形減少二乗法の考え方を適用すれば b を求める事が出来ます。

(問 6) 化学薬品を飲み込んだ場合、摂取量から 3 時間程度までなら、応急処置として吐かせる(胃から出させる)のが一般的な処置である。この例外として、吐かせてはならない場合がある。吐かせてはならない物質群三種類と、吐かせてはならない状況二種を記せ。

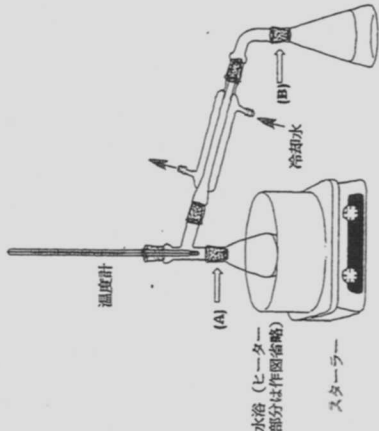
(問 7) phenol のニトロ化によって、p-nitrophenol と o-nitrophenol との混合物を合成することが出来る。本講義では説明しなかったが、水蒸気蒸留と呼ばれる方法により、p-体と o-体が分離できる。この場合、o-nitrophenol は水との混合物として得られる。水と粗生成 o-nitrophenol の混合物から、o-nitrophenol を抽出によって単離し、その後、再結晶によって精製を行う目的で (a)-(p) の操作を行った。



これらの操作の内、実験の危険性・単離精製の観点から本来行っていない操作を (a)-(p) の記号を用いて回答用紙に列挙し、その理由と本学で行うべき操作を併記せよ。説明図に該当箇所があれば、(k) の記述に対する項目として記述せよ。

なお、o-nitrophenol の性質は以下の通りである。

o-nitrophenol: 淡黄色ないしは柱状の結晶、芳香有り。d 1.495, mp. 44-45°C, bp. 214-216°C。水蒸気と共に揮発する性質有り。冷水にわずかに溶解し、熱水、エチルアルコール、ベンゼン、二硫化炭素、水酸化アルカリ溶液には良く溶解する。Merck Index より] 精製法: エタノール/水の混合溶媒、水、エチルアルコール、ベンゼン、もしくは、メタノール/石油エーテル(沸点 70-90°C)の混合溶媒から再結晶する [Purification of Laboratory Chemicals より抜粋]。



・蒸留セットは蒸留器を上手に組み上げ、蒸留中、エタノール蒸気が吸気しない様、各振り合わせはクリップを用い、蒸れの無い様に調整させた。  
・(A), (B) の部分をクランプを用いて強く固定した。

(a) 分液漏斗に、水と粗生成目的物の混合物とベンゼンを加え、充分に振とうした。この時、時々、分液漏斗をほぼ倒立した方向に傾け、一旦、コックを開き、再度閉じる操作を行った。

(b) 有機層(ベンゼン溶液)と水層が分離するのを待つ間、分液漏斗を正立させた方向に固定し、ベンゼンの揮発を抑えるため、上部の蓋は密閉状態とした。

(c) 分液漏斗の蓋を開き、下部のコックを開いて水層を取り出し、三角フラスコに受けた。

(d) 水層と有機層の境界がコックに達した時、一旦コックを閉じ、水層を受けていた三角フラスコを別の三角フラスコと交換した。再度コックを開き、有機層を有機層用の三角フラスコに受け取った。

(e) (d) で得られた水層を分液漏斗に戻し、新たにベンゼンを加え、充分に振とうした。(a) 同様、振とう操作の途中、時々、分液漏斗をほぼ倒立した方向に傾け、一旦、コックを開き、再度閉じる操作を行った。また、ここで得られた有機層は、先に得られた有機層と同じ三角フラスコに受け取った。

(f) 得られた有機層に、乾燥剤として水酸化ナトリウムを加え、溶液が飛散しない程度に振り混ぜた。

(g) 花形に折ったろ紙を用い、乾燥剤をろ過後、ろ液をロータリーエボロレーターを用いて濃縮、乾固させた。

(h) (g) で乾固された粗生成 o-nitrophenol にエチルアルコールを加え、水浴を用いて良く攪拌しながら加熱した。

(i) エチルアルコールが沸騰し始める直前、フラスコ内には小さな泡が泡が立ち始めた。この時、すでに粗生成 o-nitrophenol は熱で溶解しきっていたので、加熱を続けながら活性炭を加えた。

(j) エチルアルコール溶液が熱い内に、吸引ろ過装置を用いて活性炭を除いた。

(k) ろ液をガラス型フラスコに移した。このガラス型フラスコには粗生成が入り、そこからエチルアルコールを蒸留し、回収する様に、図示した蒸留セットを組み立てた。

(l) 大気圧下、ガラス型フラスコを加熱し、ろ液を留めた。蒸留セットを分解した状態で、ガラス型フラスコを再加熱し、ろ液が沸騰し始めた所で蒸留を止めた。蒸留セットを分解した状態で、ガラス型フラスコを再加熱し、ろ液が沸騰する直前の状態を保ちつつ、ろりが済んだところで、液量が高圧に至る前に油状の物質が分離してきたので、これをスライムを用いて取り除き、戻した。

(m) 室温まで冷却後、折出したろ液を花形に折ったろ紙を用いて自然に過ろすることによって分離した。

(n) 沈殿を真空乾燥し、目的物を得た。