

12.19/2016 学修相談実施報告

来室学生

四回生 女子 一名

計一名

質問内容

1. 今読んでいる英語文献で Fluorinated oil (density $1.82 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$) が溶媒として使用されているが、どんなものかわからない。

回答内容

1. フッ素化合物なので、有機化学の本や薬品カタログに、分類されて記載されているのではないかと、といって手元にある本やカタログを調べたが、探しているような項目は見いだせなかったため、次回までに分かる範囲で調べておく、と回答。

12.20/2016 学修相談実施報告

来室学生

四回生 女子 一名

三回生 男子 一名

計二名

質問内容

四回生

1. 前回尋ねた “Fluorinated oil” をネットなどで調べたが矢張りわからない。

三回生

1. 学生実験で共重合反応により得た高分子の $^1\text{H-NMR}$ を測定したが、スペクトルチャートの見方がよくわからない。レポートに何をどのようにまとめて書けばよいか、教えてほしい。
2. ネットには NMR スペクトルから共重合反応の収率を求める方法が載っているが、どのようにすればよいかわからない。
3. サイズ排除クロマトグラフィー (SEC) で 1. の高分子の分子量を求めたが、校正曲線が何か、それをどのように用いるのかわからない。

回答内容

四回生

1. どのような方法でネット検索をしたかは尋ねなかったが、ネット検索ではクロス検索

(キーワードを複数用いる)で対象を絞り込むと、必要な情報をよりの確に得ることができる。例えば、質問の例では「フッ素化合物」、「オイル」の2語を用いると、よく知られたフッ素化合物の溶剤メーカーの資料から、各種“Fluorinated oil”の情報が得られる、と回答。このほか小角 X-線散乱についても論文を読む上で役立つ情報にも少し触れておいた。

三回生

1. エチルアルコールの NMR スペクトルを例に示し、スペクトルを解析する上で、(1)スペクトルバンドの観測される位置 (化学シフト)、(2)形状 (s、d、t、q など)、(3)強度 (面積)、(4) 試料やサンプル調製時に混入する不純物の有無、について調べる。バンドの位置については、官能基や化学結合の様式によって、その位置が一般的に知られている範囲と比較する、等ごく初歩的な説明を最初にした。しかし学生が得たスペクトルにはバンド強度の積分値が記録されていなかったため、重要な情報が欠けているが、共重合体の化学構造と上記(1)、(2)、(4)をよりどころに観測されたバンドの同定をどのようにしてしたかをまとめればよいのではないかと回答し、有機化合物の同定法に関する本を手渡して、まず自分でスペクトルの同定をするように勧めた。(2)に関しては s、d、t、q の意味、ppm と Hz の関係についても質問に答えておいた。
2. NMR スペクトルから合成生成物の収率を求めるには、濃度既知の基準物質 (純物質) のスペクトル強度と生成物試料のスペクトル強度を比較する必要があるため、学生が得たスペクトルからだけではできない、と回答。
3. 学生が実験で得た SEC のクロマトグラムを見たが、校正曲線 (3 次曲線) は初めて聞く言葉でその意味がよく理解できなかった。そこでどのような測定をしたのか尋ねたところ、合成で得た未知試料をサンプルとして 1 つ提出しただけだと答えたので、自分の疑問は解けず、校正曲線にある測定点や相関係数、最適曲線の意味、プロットされた図の位置、を十分に説明できなかったが、校正曲線は保持時間と分子量の関係を表しているため、得られたクロマトグラムの保持時間から、数平均分子量や、質量加重平均分子量等が得られる、と回答した。

後で調べてわかったことだが、校正曲線は較正曲線、検量線 (calibration curve) とも呼ばれている。もし、「検量線」と尋ねられていれば、「検量線」という単語で共有される基礎概念で学生の質問 (曲線上の測定点や相関係数、最適曲線) に十分に答えることはできた。用語の持つ意味は本当に大きいと思った。

いずれにしても、「分子数—保持時間」で表されたクロマトグラムを「分子数—分子量」のグラフに変換することは較正曲線 (検量線) を用いれば容易なため、下図のような変換図を見せて次回からは説明したい。

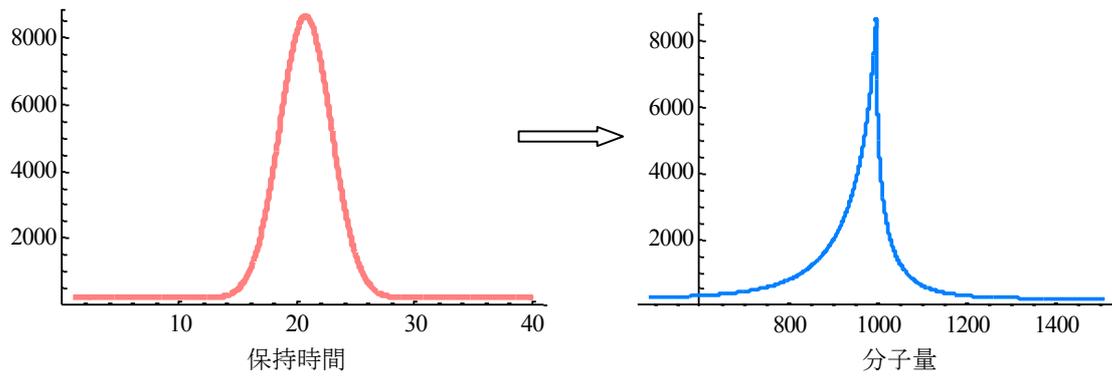


図 「分子数—保持時間」から「分子数—分子量」への変換概念図