

## 12月16日(2019) 学修相談実施報告

### 来室学生

三回生 男子 一名  
女子 一名  
二回生 男子 一名  
計三名

### 質問内容

#### 三回生 (男子、女子共通)

1. 三回生の学生実験で、サイズ排除クロマトグラフィーにより、合成した高分子の分子量及び分布を求めるとのテーマになっている。しかし、測定されたクロマトグラムを一つ与えられただけで、そのチャートに記載されている記号の意味も全く分からないので、分子量が求められない。
2. 合成した高分子の NMR スペクトルを与えられたが、これから高分子の純度(対モノマー)または合成の収率を求めるように言われているが、どのようにすればよいか。

#### 二回生

1. 再提出を求められた実験のレポートで、有効数字やその他数ヶ所確認したいところがある。

### 回答内容

#### 三回生

1. 最初にクロマトグラフィーの基本概念を説明した。サイズ排除クロマトグラフィーでは固定相への補足が分子の大きさで決まると考えればよい。しかし私自身サイズ排除クロマトグラフィーの測定経験がないので、チャートを見てすぐには答えられない。学生にそのことを伝え、一緒に実験マニュアルを読んだが、手掛かりは得られなかった。それでチャートと表の記号を対照しながら、 $t_R$  が保持時間であること(retention が添え字である  $t_R$  であればまだわかり易かった)、分子量  $M$  ( $\ln M$ ) は保持時間の3次関数で表わされるとして、分子量既知の試料を用いて求めた3次の最適関数を用いて、未知試料の  $t_R$  を代入すればその保持時間に相当する分子量が求められる、表にある  $M_v$ 、 $M_w$  は分子量を表わしていて、数平均または重量平均分子量 ( $w$  は weight ?) ではないか、これだけでは十分な回答になっていないが、これらを手掛かりに考えてみてください、と回答。
2. NMR のバンド強度(面積)は水素原子の数に比例していると考えてよいので、物質 A、B の混合物のスペクトルで A、B それぞれに固有のバンドが特定できれば、それらのバンドの面積から A、B の混合比がわかる。合成で得た高分子にはモノマーが不純物として含まれているので、生成物の NMR でそれぞれに固有のバンドが特定できれば、それらのバンド強度(面積)から収率を計算することができる。

バンドの同定は、学生自身でするように言った。

二回生

1. 有効数字を何桁にするかは、計算に用いたデータの桁数(滴定では普通 4 桁)と平均値を求めたときの分散から判断すればよい。位取りは有効数字に含めない、例えば 4 桁の場合、0.01234...では有効数字は 0.012 ではなく、 $1.234 \times 10^{-2}$  とする、と回答。

再提出のレポートについての2, 3の質問にも回答した。例えばレポートで「水」としていた箇所については、最初に「イオン交換水(以後水と略記)」と書けばよいのではないかとした。

12月17日(2019) 学修相談実施報告

来室学生

二回生 男子 一名

計一名

質問内容

二回生

1. 食品試料(固体)の塩濃度を求める容量分析実験で、得られた結果が試料のラベルの値より(有意差をもって)大きい。滴定値を検討したが、(i)滴定に用いた標準溶液は直前に検定しているので間違いはない、(ii)沈殿滴定の終点は見づらいことがわかっていたので、実験ノートには終点の直前から滴定値を書きとめておいた、(iii)終点直前の値を用いて塩濃度を求めてもラベル表記の値より大きい、(iv)終点での滴定値のバラツキが非常に小さい、(i)-(iv)から判断して、実際の塩濃度はラベルの値より大きいとしたいが、それでよいか。

回答内容

二回生

1. 他に測定値が大きく出る原因は思い付かないし、実験にも自信があるようなので、自分の考えでレポートを纏めればよい、と回答。

以上