

2003年度 化学実験法I 期末試験

回答用紙には、科目(化学実験法I)、担当教官(矢持)、入学年度、学年、学部、学科、学生証番号、氏名を明記すること

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

(問2) 直径2.0 cmの円と、各辺の長さが、1.48 cmと2.00 cmの長方形の面積の差を、有効数字を考慮して求めよ。計算の過程がわかる様、途中式も適切に記しておくこと。また、円周率 $\pi = 3.141592654$ は、適切な桁まで考慮して計算すればよい。

(問3) 直方体(各面のなす角度は正確に 90° であると仮定する)の各辺の長さ a , b , c を測定したところ、

$$a = 1.00 \text{ cm}, \sigma_a = 0.01 \text{ cm}$$

$$b = 5.00 \text{ cm}, \sigma_b = 0.04 \text{ cm}$$

$$c = 15.0 \text{ cm}, \sigma_c = 0.2 \text{ cm}$$

(但し、 σ_a , σ_b , σ_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 σ_V を与える一般式(σ_V を σ_a , σ_b , σ_c で示した式)を記せ。また、実際に算出される V と σ_V を求め、単位を付けて解答せよ。

(問4) n 組の実測点 (x_i, y_i) について、 x_i, y_i 間に直線関係、 $2y = x + b$ 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(データ点を上記の直線に回帰する時の y 切片を x_i, y_i を用いて表現せよ)。解答用紙には、解答の誘導に至った経過が判るよう、途中式等も記述しておくこと。

(問5) 化学薬品を飲み込んだ場合、摂取時から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と、吐かせてはならない状況二種を記せ。

(問6) 粗生成物を精製する目的で、活性炭処理を含む再結晶操作を下記の手順に従って行った。この再結晶操作では、目的物を一回の再結晶操作で完全に精製することは考えて居らず、回収率を優先して操作していると考えよ。(a) - (e)の各段階について、実験操作上の誤りがあれば、操作段階を示すアルファベットを添えて、その理由と、本来行うべき操作を解答用紙に記せ。粗生成物、ならびに、精製後の目的物は、空気、水、溶媒の沸点以上の温度に対して安定であり、目的物の溶解度は用いた溶媒に対して大きく温度変化する(熱時に溶ける)と仮定せよ。

(a) 目的物質(粗生成物)と目的物質を溶解させるに十分な量の溶媒を三角フラスコに加え、ドラフト内で、油浴を用いて加熱した。

(b) 溶媒が沸騰し始める前に粗生成物が溶解し切ったので、加熱を継続しつつ、ここに活性炭を加えた。

(c) フラスコを油浴から出し、外壁についた油を素早く拭き取った。溶液の温度を下げさせないため、目の粗い紙を用いて素早く吸引濾過を行った。

(d) ろ液を入れたフラスコをロータリーエバポレーターに接続した。ほとんど減圧にしない状態で再度加熱し、溶液を濃縮した。目的物がわずかに析出し始めた段階で、濃縮操作を止めた。

(e) 放冷後、一部、粉末を含む、目的物の大きな結晶が析出していた。結晶を砕かないように、ヒダ付きろ紙を用いてろ過した。結晶と沈殿は、ろ紙に乗せたまま、真空乾燥した。

(問7) 右ページ上段の(A)-(D)は、(ア)-(エ)の何れかの赤外吸収スペクトルである。

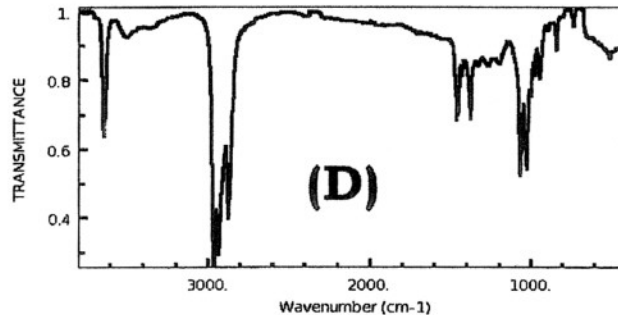
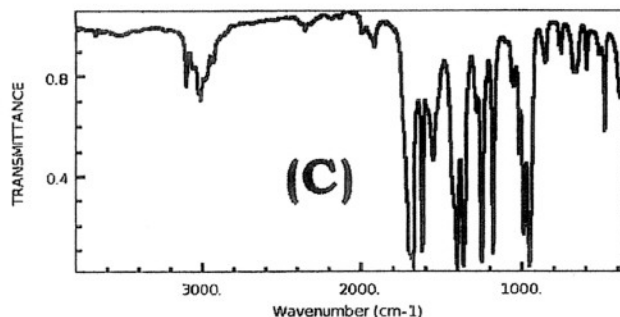
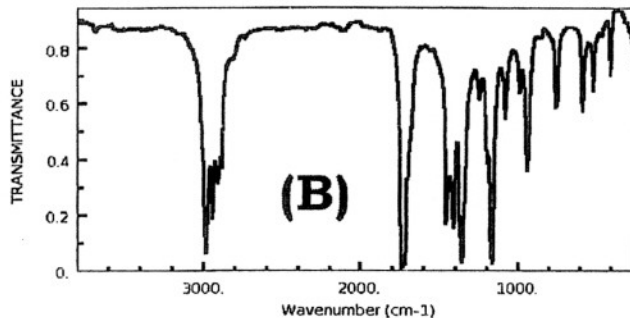
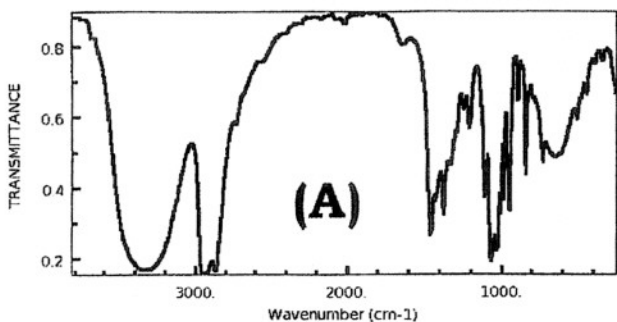
(ア) ブタノール[$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$]の希薄溶液 (0.5 %)

(イ) ブタノール[$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$]そのもの (neat)

(ウ) メチルエチルケトン($\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CO})\text{CH}_3$)の溶液 (10 %)

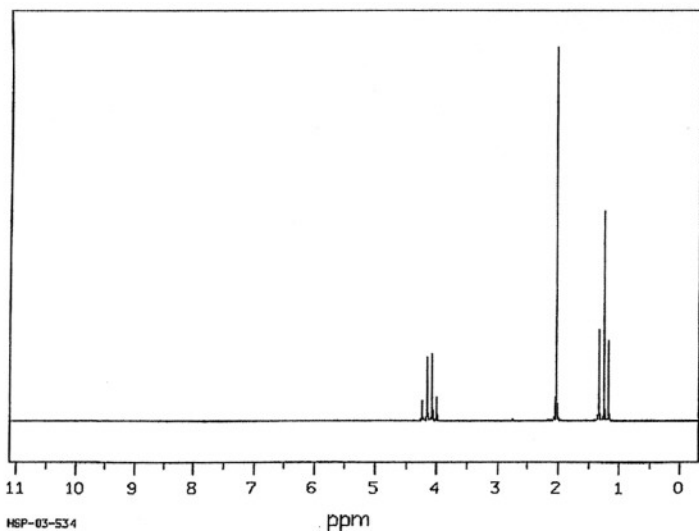
(エ) ビニルメチルケトン($\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CO})\text{CH}_3$) の溶液 (10 %)

各試料(ア)-(エ)に対応するスペクトルの記号を選び、解答用紙に記入せよ。また、その帰属を行った理由を簡潔に述べよ。



ヒント: 講義でも述べた通り、水素と炭素等の単結合伸縮振動は、 2840 cm^{-1} より高エネルギー側、 $\text{C}\equiv\text{C}$ などの三重結合は、 $2260 - 2200\text{ cm}^{-1}$ 、二重結合は更に少し低エネルギー側に吸収が現れる。また、上の図は正解を導きやすくするために、実際に測定されたスペクトルを少し改変してあります。

(問8) 下に示したNMRスペクトルは、酢酸エチル($\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_3$)の ^1H -NMRスペクトルである。標準物質(TMS, 図中ではピークが現れていない)を基準とした、各ピークの共鳴周波数と面積強度は、併記されたとおりに与えられる。



共鳴周波数 (Hz)	化学シフト (ppm)	面積強度
106.20	1.18	合計で 3H
113.40	1.26	
120.60	1.34	
183.60	2.04	3H
360.00	4.00	合計で 2H
367.20	4.08	
374.40	4.16	
381.60	4.24	

(問題8-1) 上記、酢酸エチルのNMRスペクトルを測定した装置の、基本周波数を記せ。

(問題8-2) このスペクトルを参考に、酢酸イソプロピル($\text{CH}_3\text{COOCH}(\text{CH}_3)_2$)のNMRスペクトルを予想せよ。基準物質(TMS)のピークも含めて、その概略図を解答用紙に記せ。また、各ピークについて、適切な説明を文字で記入せよ。

<< 採点対象外ですが、本講義についての感想、今後、改善すべき点も記しておいてもらえると助かります >>