

担当： 落合 文吾 (居室 GMAP棟302)

研究室電話番号：0238-26-3092

E-mail: ochiai@yz.yamagata-u.ac.jp

- ・ 有機化学の実験・研究を進める上で必要な機器分析について学ぶ

核磁気共鳴法 (NMR) の詳細

赤外分光法 (IR) ・ 質量分析法 (MS) の概要

- ・ 有機合成を扱う研究で特に重要
(質量分析は成分分析などでも活躍)

授業の概要（シラバス抜粋）①

・ 授業の目的

化合物および材料の性質、反応、および合成法などを理解する上で、その構造を正確に知ることは非常に重要である。この知識と技能を修得するため、前半では特に一般的な有機化学の研究室で日常的に用いられている機器分析法である核磁気共鳴法について学ぶ。一方、後半では無機・分析化学で特に重要な紫外・可視分光法、蛍光分光分析法、原子スペクトル分析法、電気分析法を学び、さらにX線を用いた構造解析と、分離技術として重要なクロマトグラフィーを学ぶ。

これらにより、①核磁気共鳴法についての基礎的な知識を習得し、有機化合物の構造決定法を習得すること、および②定性・定量分析に用いられる種々の化学分析法の原理、得られる情報、データの取り扱い方を習得すること、を目的とする。

授業の概要（シラバス抜粋）②

【授業の到達目標】

- 1) 核磁気共鳴法の基礎的な理論を説明できるようになる。【知識・理解】
- 2) 核磁気共鳴法を用いて有機化合物の構造を決定できるようになる。【技能】
- 3) 定性・定量分析に用いられる種々の化学分析法の原理を説明できるようになる。【知識・理解】
- 4) 上記の化学分析法から得られる情報、データの取り扱うことが出来るようになる。【技能】。

【授業概要(キーワード)】

機器分析による構造解析・分析。NMR、紫外・可視分光法、蛍光分光分析法、原子スペクトル分析法、電気分析法、X線分析法、クロマトグラフィー

化学・バイオ工学基礎I, 化学・バイオ工学基礎II, 無機化学 I・II, 分析化学, 物理化学 I・II・III, 有機化学 I・II・IIIを履修していることが望ましい。

テキストなど

前半

- ・マクマリー有機化学（上）に準拠（なくてもOK）
- ・毎回プリントを配付
- ・極力前日までに資料はアップロードするので、見ておくと呼習になる（アップロードできなかつたらすみません）。昨年のものは常にダウンロードできるようになっており、大きな変更はない。

後半

講義資料を事前に配布します。テキストはありません。
分析化学のテキストを持っている方は後半が機器分析ですので参考にしてください。

2019講義日程と各回の内容

第 1 週	落合	10/4	有機化合物の構造解析法と核磁気共鳴法の基礎
第 2 週		10/11	炭素 1 3 核磁気共鳴分光法の基礎
第 3 週		10/18	様々な官能基の炭素 1 3 核磁気共鳴スペクトル
第 4 週		10/25	プロトン核磁気共鳴分光法の基礎 1
第 5 週		11/1	プロトン核磁気共鳴分光法の基礎 2
第 6 週		11/15	様々な官能基のプロトン核磁気共鳴スペクトル
第 7 週		11/22	有機化合物の同定 (演習)
第 8 週		11/29	中間試験
第 9 週	神保	12/6	紫外可視分光法 蛍光分析法 原子スペクトル分析法 X線分析法 電気分析 クロマトグラフィー
第 10 週		12/13	
第 11 週		12/20	
第 12 週		1/24	
第 13 週		1/31	
第 14 週		2/7	
第 15 週		2/14?	

成績評価の方法

前後半で各50点の計100点のうち60点以上で合格

前半分の詳細

小テスト (演習)	14点
中間テスト	36点

小テストでは質問はOKとする。

中間試験は通常の試験と同じだが、教科書等持ち込み可。

また、毎回出席代わりに簡単な演習があります
(小テストの点数に加味される)

前半の授業の注意

許可されていない時間の私語は慎むこと（二度目の注意では退室）。

途中での演習などは、周囲と話しながら考えるのを推奨（もちろん騒がしくはしないこと）。

書き写す時間を基本的には取るので、落合が話しているときは聞くのを勧める。

書き写すために取っている時間内に携帯電話等で撮影しても構わないが、落合が話しているときは他の人の迷惑になることがあるので撮影しないこと。また、画像の二次利用等は基本的に禁ずる（相談の上、許可することはある）。

この授業で扱う3つの分析法

核磁気共鳴分光法

Nuclear **M**agnetic **R**esonance Spectrometry

赤外分光法

Infrared Spectrometry

質量分析法

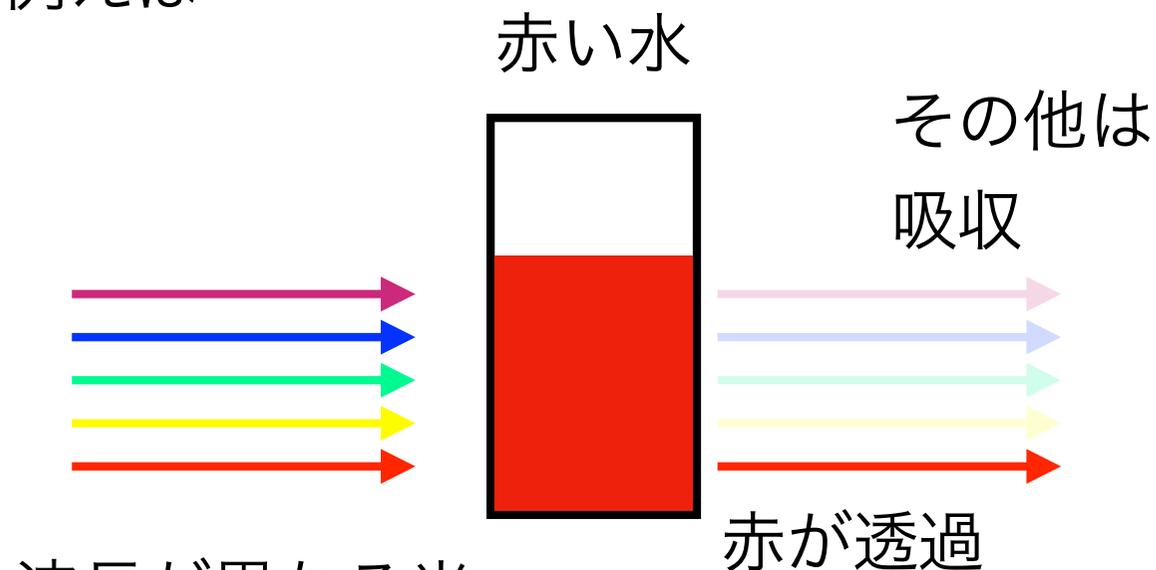
Mass **S**pectrometry

まず分光法ってなに？

分光法 (Spectroscopy)

ある物理的観測量を、物理量の関数として表すことで、対象物の定性・定量もしくはは物性の評価を行う科学的な手法

例えば

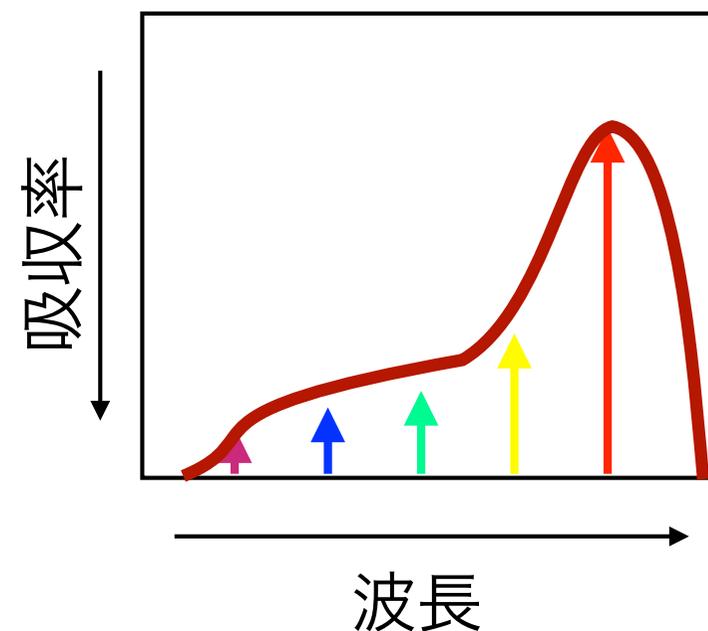


波長が異なる光

赤が透過

(透過光が赤く見える)

吸収スペクトル

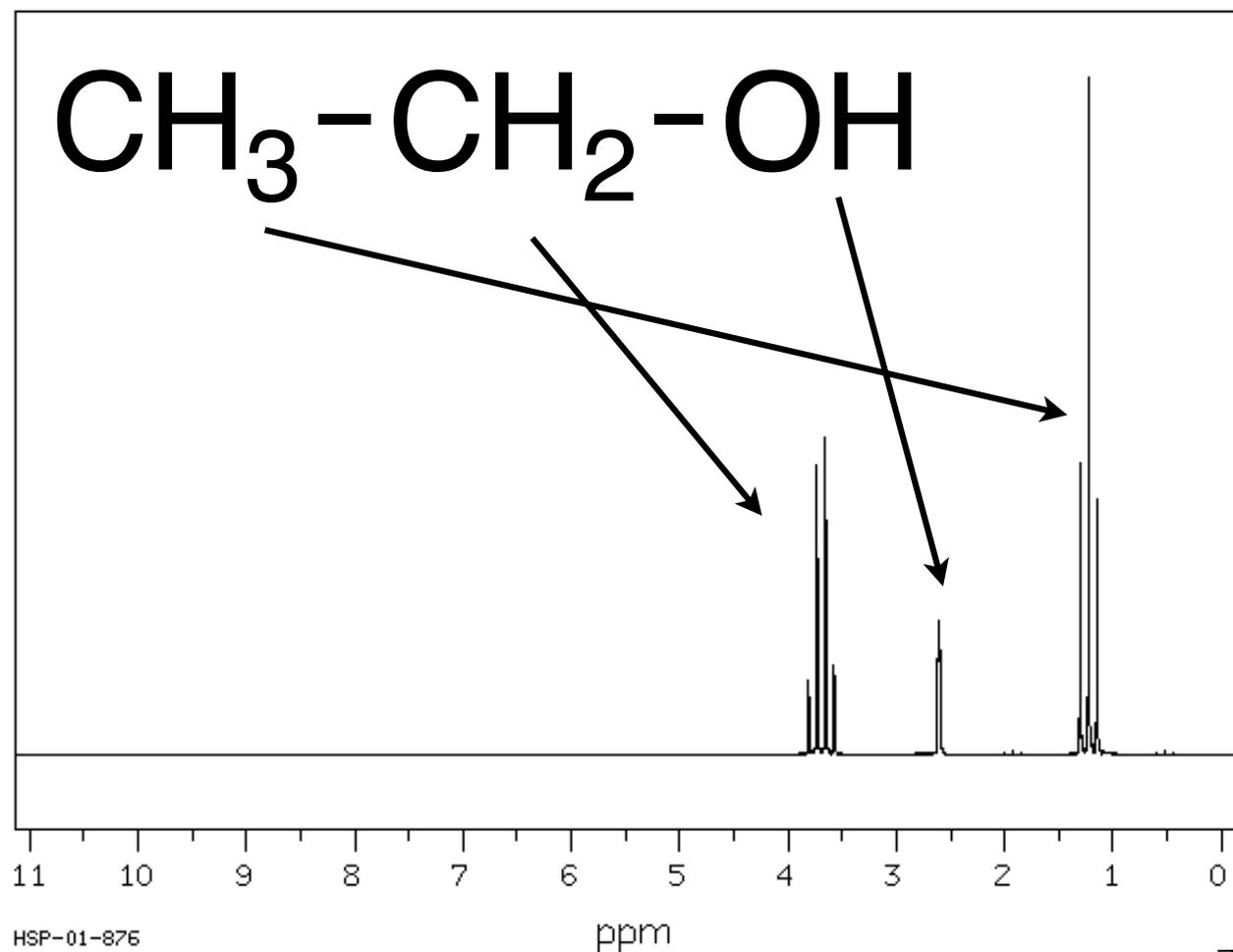


吸収率と波長の関数

NMRってどんな測定？

分子を構成する原子を区別して
見るることができる測定

例：エタノールの ^1H -NMRスペクトル



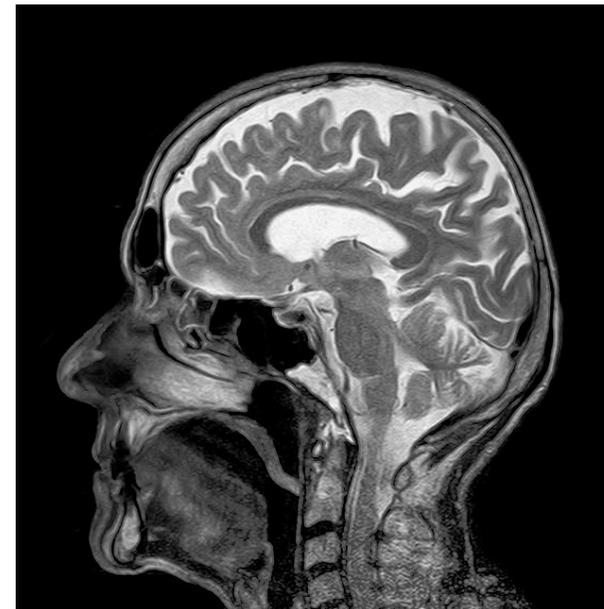
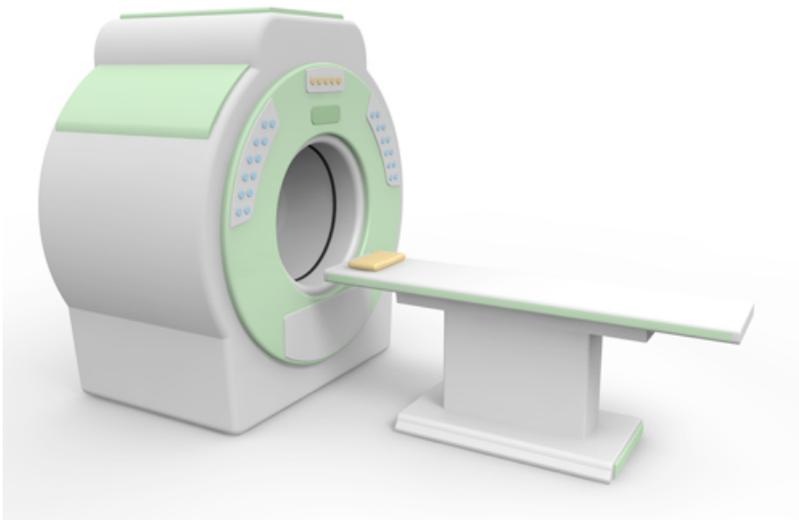
NMRはどんな時に測定する？

測定対象	
サンプル形態	(この講義では溶液のみ) 固体・液体・ゲルなどの直接測定も可
どんなときに 使う？	
測定の簡便さ	

その他のNMRの利用例

MRI : nuclear **M**agnetic **R**esonance **I**maging

体内に大量に存在する ^1H や常磁性の造影剤の原子の
状態を観測する



この授業で扱う3つの分析法

核磁気共鳴分光法

Nuclear **M**agnetic **R**esonance Spectrometry

赤外分光法

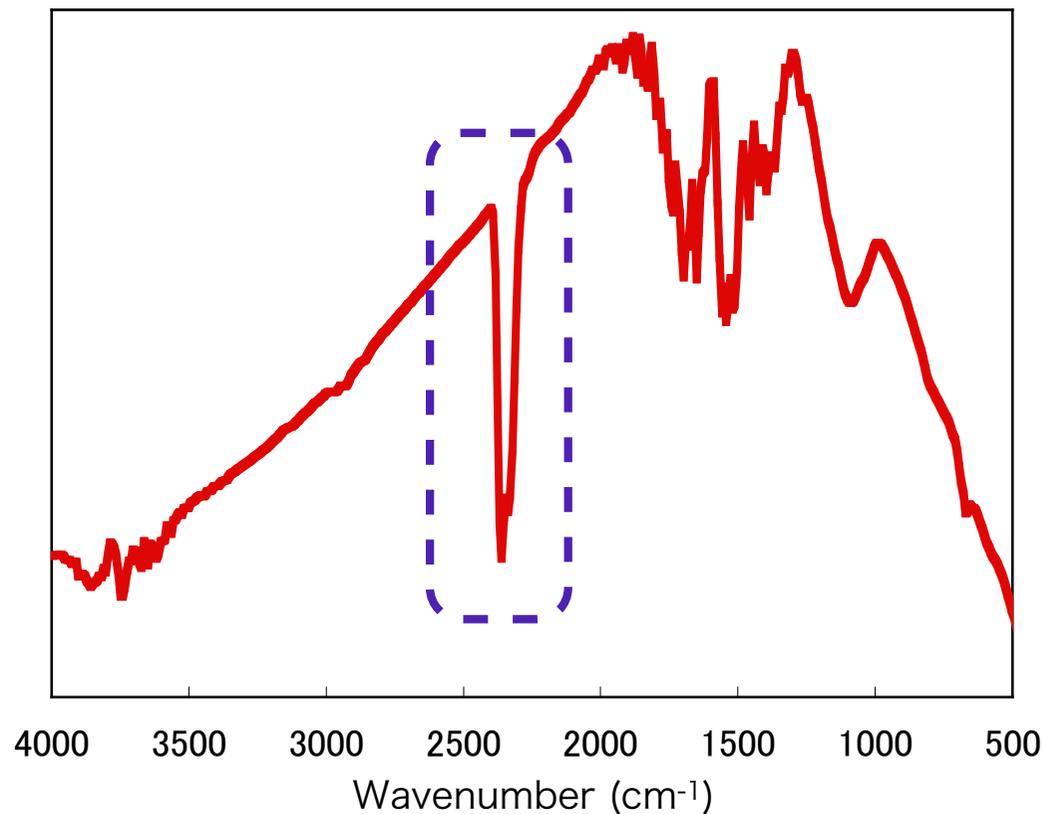
Infrared Spectrometry

質量分析法

Mass **S**pectrometry

赤外分光でわかるCO₂の温室効果

空気の
IRスペクトル



空気中に0.04%しか存在しないCO₂由来の
吸収が大きく観測される



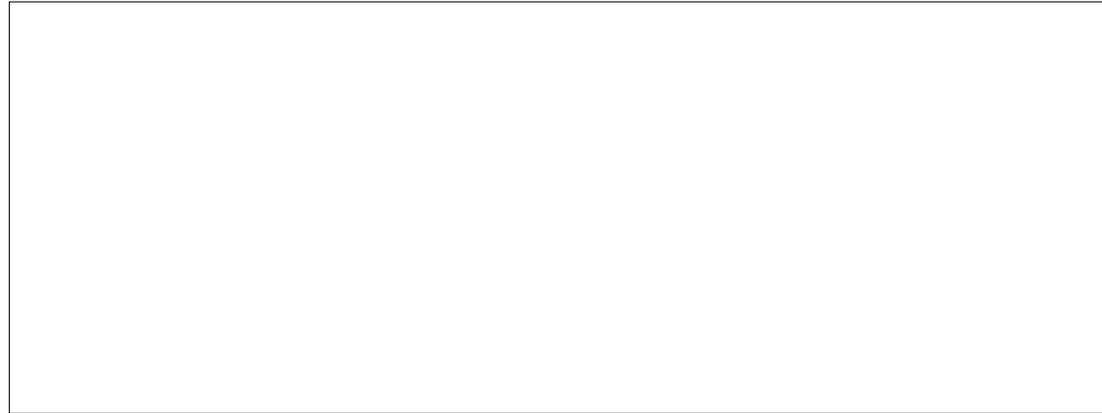
CO₂が赤外線を吸収して運動する (運動=熱)

IRで何が分かるか？

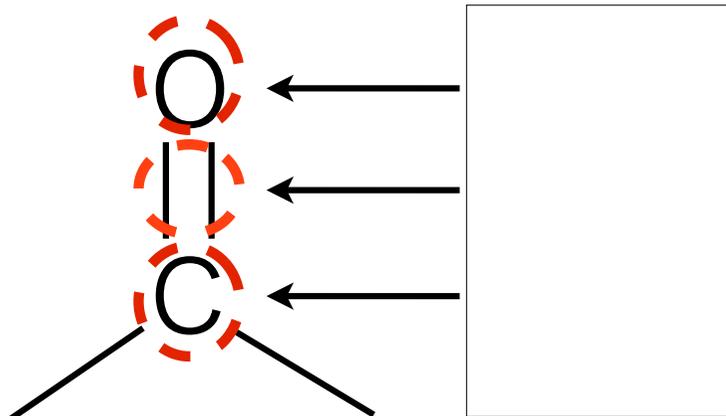
NMR



IR



それぞれの
情報を
得るに
は？



IRはどんな時に測定する？

測定対象	
サンプル形態	
どんなときに 使う？	
測定の簡便さ	

細かい話はこの講義では扱わないので、専門書もしくは昨年度までの資料を見て下さい

IRの測定装置と測定方法



日本分光ウェブサイトより
<https://www.jasco.co.jp/jpn/product/FTIR/FTIR.html>

吸収を測定



反射を測定 (ATR法)



本当はもっと複雑に曲げているが単純化
 試料表面にもぐり込んだ光の吸収を利用

サンプルの形態と一般的な測定方法

- 液体・フィルム → そのまま測定
- 粉末 → KBrに混ぜて錠剤にして測定
→ そのまま測定 (ATR法)
- 溶液 → 溶液セルで測定

※ ATR (Attenuated Total Reflection 全反射測定法：吸収測定より低波数が強く、高波数が弱く検出される)

この授業で扱う3つの分析法

核磁気共鳴分光法

Nuclear **M**agnetic **R**esonance Spectrometry

赤外分光法

Infrared Spectrometry

質量分析法

Mass **S**pectrometry

質量分析法とは？

分子を適切に切断した切片の分子量も測定できる
これによる構造同定も可能

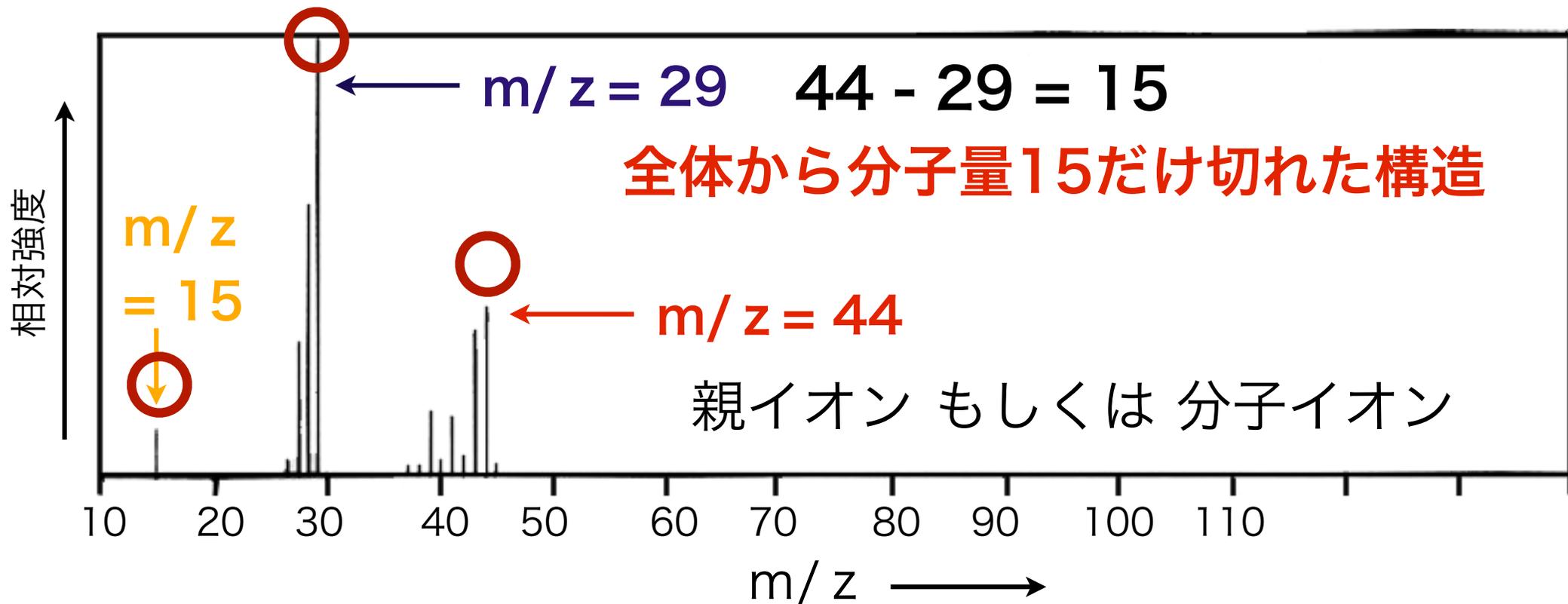
応用例：タンパク質の配列解析など

MSはどんな時に測定する？

測定対象	
サンプル形態	
どんなときに 使う？	
測定の簡便さ	

質量分析における分解（フラグメンテーション）

プロパンの質量スペクトル（p413）



プロパン

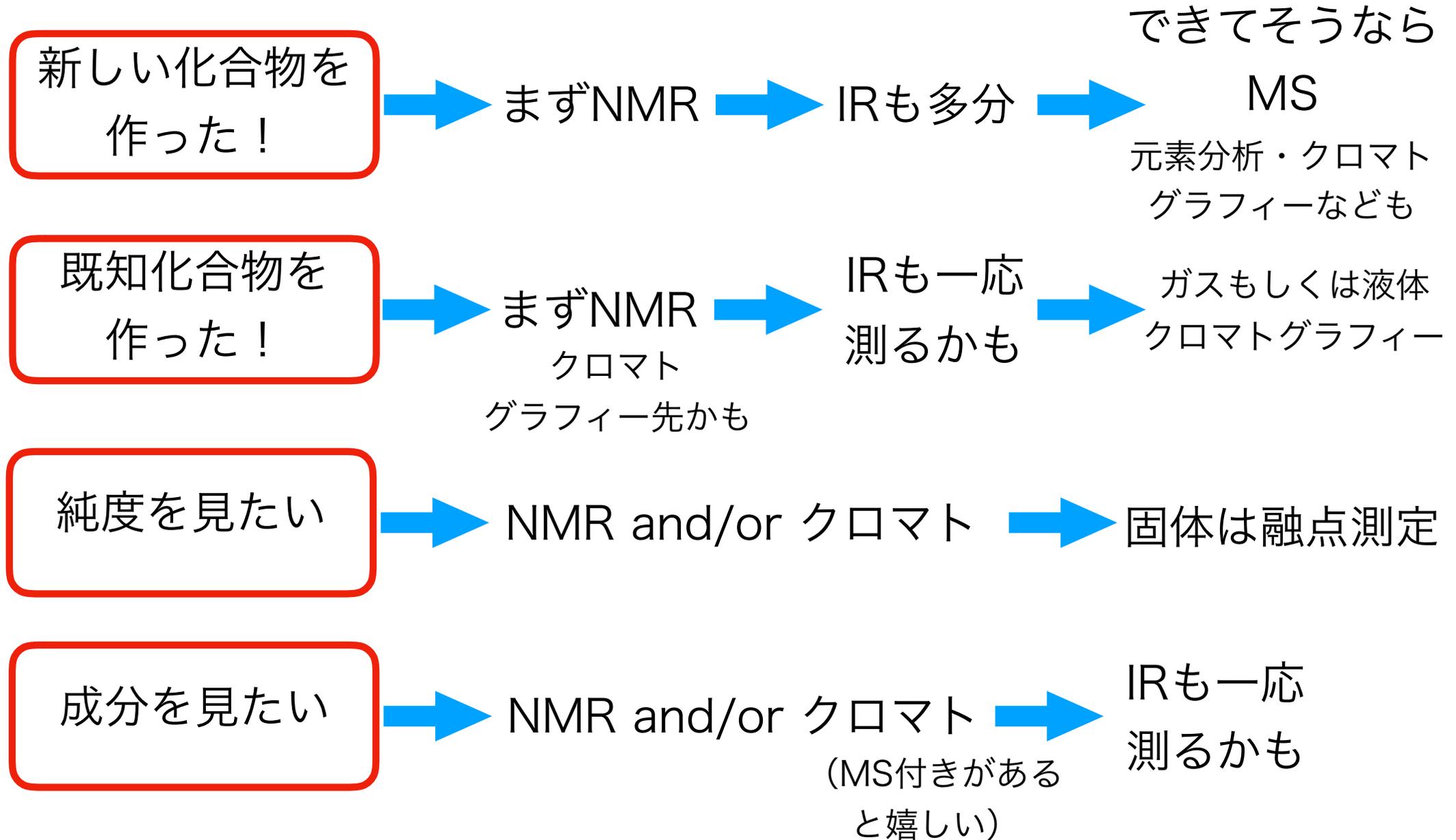


(C_3H_8 , 分子量 : 44.06)



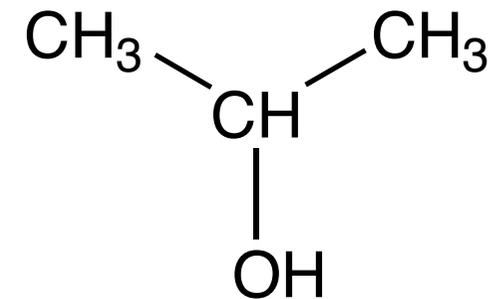
こんな時にはなにを使う？

※ 化合物、および測定者の好みと持っている技量、有る装置に大きく依存はします



今日のレポート

- 1 2-プロパノールの $^1\text{H-NMR}$ スペクトルでは何種類のピークが観測されるか？理由とともに答えよ。



- 2 今日の講義の感想

名前と学生番号を忘れないこと

大学院に関するアンケートのお願い

化学・バイオ工学科の応用化学・化学工学コース生
およびバイオ化学コースで先日大学院に関するアンケートに回答していない人が対象



短時間で終わるのでご協力お願いします。
皆さんの学年が進学する大学院の教育内容を
決める参考にします。

<https://forms.gle/Qxyt5KQC2oEFmvcZ6>