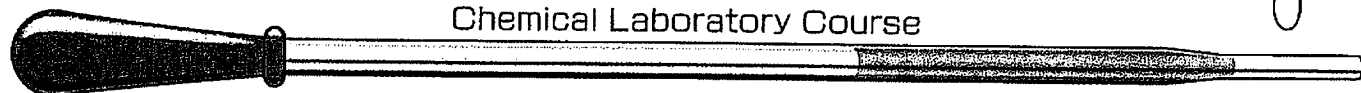
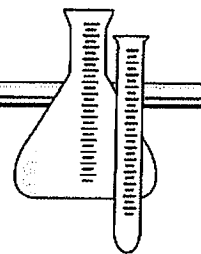


大学前期課程における化学実験のマイクロスケール化

Microscale Chemistry as a University Introductory

Chemical Laboratory Course



1 はじめに

化学実験の小スケール化は、有害廃棄物を減らし環境低負荷を実現するという観点から、大学や企業など多くの研究・教育機関で重要な検討課題となっている¹⁾。その一方で、「物質の持つ興味深い性質を学ぶ」という教育的観点からは、小スケール化により実験の醍醐味が薄れ、物質感の習得が損なわれるのではないかと危惧する方も多い。東京大学教養学部では、以前より金属イオンの定性分析実験に半微量法を取り入れており²⁾、高い教育効果を得ている。さらに平成 12 年度からはその他の実験種目についても試験的に小スケール化実験を導入している。本稿では最近の小スケール化の取り組みを紹介し、教育効果を中心にその利点や問題点についてまとめてみたい。本稿が大学の前期課程だけでなく、後期専門課程や高等学校などで化学実験に携わる方に少しでも参考になれば幸いである。

2 小スケール化は何故必要か?

東京大学では、将来の専門分野に関わらず全ての理科系 1, 2 年生に対して物理・化学・生物の全てを含む「基礎実験」を必修として課しており、その中で年間で約 2,000 人の学生が 9~12 種目の化学実験をローテーションで受講している。カリキュラムは、①基本的な実験技術を習得すること、②実験結果を解釈し第三者にそれを伝える能力を習得すること、③講義と連携して総合的な物質観を養うこと、④環境問題に対する正しい認識を得ること、を目的として作成されている。有害物質を排出する実験は極力避けられてはいるものの、実習を行う学生数の多さを考えると、小スケール化は従来からの懸案であった。

実験の小スケール化は、実験時間短縮や安全性の向上にもつながり、副次的効果も期待される。一方で、はじめに述べたように物質感の喪失も心配される。そこで今回は、実験本来の目的を損なわないことを考慮しながら、10 分の 1 程度のマイクロスケール化について検討した。

3 実 施

多くの大学で行われている典型的な実験として、物理化学から「起電力の測定」、有機化学から「ニトロ化反応」、無機化学から「ニッケル金属錯体の合成」をそれぞれ選

び、実験の小スケール化を実施した。以下に小スケール化の概要を述べるが、詳しくは実験書³⁾を参照していただきたい。実験は従来と同じく 2 人 1 組でおこなった。

起電力の実験では、まず硫酸鉄(II)アンモニウム六水和物(モル塩)の水溶液を調製し、その正確な濃度を二クロム酸カリウム標準液を用いた滴定によって求める。次に同じ二クロム酸カリウム標準液を用いて濃度比の異なる鉄(II)-鉄(III)水溶液を 6 種類調製し、それぞれの起電力を測定してファラデー定数を求めている。従来は 25 ml ビュレットを用いて滴定をおこなっていたが、クロムを含む大量の廃液が出るのが問題であった(表 1)。そこで、ビュレットの代わりに 1 ml メスピペットと注射器を組み合わせた装置(図 1)⁴⁾を用いて滴定をおこなうことにし、1 回の滴定操作で排出される二クロム酸廃液の量を約 7 ml となるようにした。このような装置を用いた場合でも、滴定の精度自体は通常のビュレットを用いた場合と少しも変わらない。

ニトロ化反応の実験では、スキーム 1 に示す一連の反応をおこなって *p*-ニトロアニリンを合成する。得られた *p*-ニトロアニリンは再結晶で精製した後に、薄層クロマトグラフィーによって化合物の同定と純度の検定の作業をおこなっている。この種目の問題点は、時間が長くかかり過ぎることであった。そこで、スケールを小さくして時間の短縮を図ることを考え、出発原料のアセトアニリドを従来は 2.0 g 用いていたところを、0.2 g から始めることにした。還流に使用した装置を図 2 に示す。

ニッケル金属錯体の実験では、硝酸ニッケルを出発物質として 4 配位のニッケル錯体(図 3)を合成し、溶かす有機溶媒による色の違い(ソルバトクロミズム)と温度による色の変化(サーモクロミズム)を観察している。色の観察に必要なニッケル錯体の量は約 0.1 g 程度である。従来

表 1 起電力の実験で排出される二クロム酸廃液の量^{*)}

	従来	小スケール化後
一回の滴定	約 70 ml	約 7 ml
一回の実験	約 400 ml	約 70 ml
年間	約 240 l	約 42 l

^{*)} 廃液は大学内の環境安全研究センターで処理される。

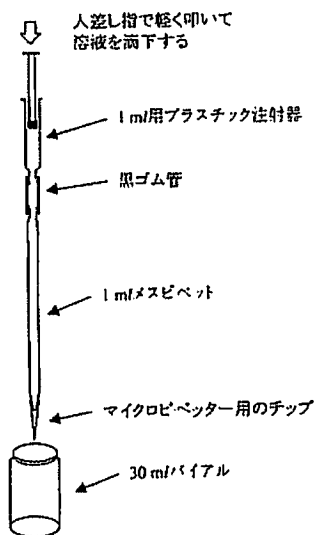
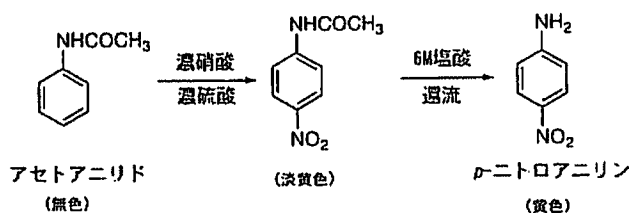


図1 小スケールの滴定に使用した装置。

文献4の装置を参考にして作成した。ビュレットの代わりに用いるメスピペットの目盛りは0.01 ml/刻みであり、小数点以下3桁目まで読み取ることができる。ニクロム酸カリウム標準液を満たす時はそのまま下から吸い上げる。



スキーム1

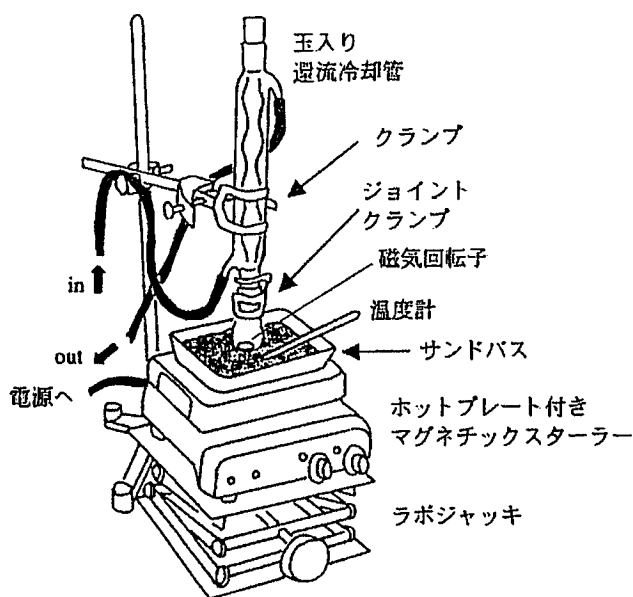


図2 サンドバスを用いた小スケール用の還流装置²⁾。

従来は反応容器として100 ml/なす型フラスコを用い、マントルヒーターで加熱していた。小スケール化後は反応容器が10 ml/なす型フラスコとなり、加熱はサンドバスで手軽にできるようになった。

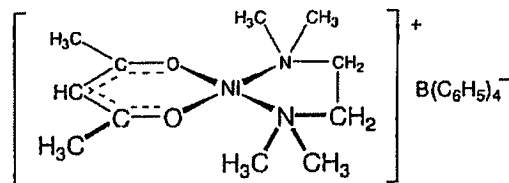


図3 実験で合成するニッケル金属錯体の構造。

平面4配位型のニッケル原子の上下に配位子が付くと、錯体の色が赤橙色から緑青色に変化する。

は1回の実験で約2gの錯体を合成させていたが、小スケール化することによって得られる錯体の全量が約0.2gになるようにした。

4 成 果

小スケール化の波及効果については継続的な調査が必要であるが、これまでにわかった重要な成果を以下にまとめる。

1. 小スケール化により実験時間が大幅に短縮された。このことによって、教育的にも大きなメリットが得られることがわかった。ニトロ化反応や金属錯体の実験では、従来は攪拌や還流の待ち時間が長く学生の集中力が途切れる原因となっていた。ところが、小スケール化したことによってこれらの実験操作は短時間ですむようになり、実験中の学生の集中力が以前より高まった。また、従来は時間の制約で一度実験に失敗するとやり直しをすることは困難であったが、時間の短縮によって、失敗の原因を検討して再度実験することが簡単にできるようになった。結果の考察のために学生同士で自発的に議論し合ったりする姿も以前より多く見られるようになった。

2. 実験操作が丁寧になった。量が少ないとより注意深くなるのは誰でも同じである。特に起電力の実験では、滴定操作が以前より丁寧になり、ファラデー定数の値としてよい結果を出す学生の数が増えた。学生にとっては、ビュレットのコックを微妙に動かして1滴ずつ滴下する操作よりも、注射器のピストンを人差し指で軽く叩いて1滴ずつ慎重に滴下する操作(図1)の方がはるかに容易なようであった。

3. 今回の小スケール化については当初危惧されたような物質観の低下は伴わないことがわかった。これは、小スケール化とはいっても化合物の量感を学生が感じ取れる程度に押さえたからであろう。むしろ従来のグラムスケールの実験と今回のような小スケールの実験の両方を一連の化学実験の中で経験させたことによって、異なるスケールに特有の多様な物質感を掴ませることができたのではないだろうか。このことは、総合的な物質観を学ばせるという教育目的からも重要なポイントである。

以上のように、小スケール化は単にグリーンケミストリーの観点からだけではなく、学生実験本来の教育目標を達成するという観点からもたいへん有用であることがわかつ

た。

5 問題点

化学実験の小スケール化を導入する際に、いくつか考慮しておくべき点も明らかになった。

まず第1点として、スケールが変わると使用する器具が換わるので、そのための十分な準備が必要である。今回は大学で用意されている教養教育改善充実経費から器具購入のための費用を確保した。器具の多くは低価格の汎用実験器具をそのまま用いることができる。しかし、少量の液体試料を測り取るためのマイクロピペッターなどは高価である。

第2点として、合成実験では反応生成物の収量が減少すると、生成物の精製・同定の操作がやや難しくなる。実際にニトロ化反応の実験では、小スケール化した後では収率が若干減少した。また、副生する *o*-ニトロアニリン (赤黄色) の量も相対的に多くなった。しかし、これらの点を改善することは十分可能だと思われる。

6 おわりに

これから大学の化学実験を小スケール化しようと考えている方も多いであろう。本稿で述べたように、小スケール化は多少の技術的な問題点はあるものの、得られる利点の方がはるかに大きいように思われる。今回は2人1組で実験させたが、今後は小スケールの実験については1人ずつ

実験させることも考えている。そうなれば、得られる教育効果は更に大きくなるものと期待できる。

本稿で報告したマイクロスケールケミストリーの試験的導入は、東京大学教養学部の化学部会全体で取り組んだものであり、多くの方々のご理解とご協力の下に実現したものである。東京大学工学部の北森武彦教授ならびに東北大学医療技術短期大学部の荻野和子教授にはマイクロスケールケミストリー・セミナーの講師を快くお引き受け下さったことを、さらに荻野先生には継続的にマイクロスケール化学実験について詳しく丁寧にご教授していただいたことを、深く感謝致します。

文 献

- 1) 荻野和子. 化学と工業. 51. 1914 (1998).
- 2) 玉虫文一, 松浦二郎, 化学と工業. 8. 83 (1955)
- 3) 基礎化学実験 I. 2001 秋-2002 春 (学内版). 東京大学教養学部基礎実験テキスト編集委員会編. 東京大学出版会. 2001 年
- 4) M M Singh, R M Pike, Z Szafran. Microscale & Selected Microscale Experiments for General & Advanced General Chemistry. Wiley. 1995

岩岡道夫* Michio Iwaoka

青木 優 Masaru Aoki

牛山 浩 Hiroshi Ushiyama

瀬川浩司 Hiroshi Segawa

菅沼 諭 Satoshi Suganuma

(東京大学大学院総合文化研究科)

[連絡先] 153-8902 目黒区駒場 3-8-1 (勤務先)。

E-mail iwaoka@selen.c.u-tokyo.ac.jp



化学と教育誌をおすすめ下さい

本誌の新規購読方法は下記のとおりです。入会申込書は下記宛ご請求ください。

1. 会員外の場合

「教育会員」として入会すると配布が受けられます。年会費 7,200 円, 入会金不要。

2. 「個人正会員」または「学生会員」が追加購読する場合

所定の年会費のほかに、購読費 5,400 円を加算して購読いただきます。

3. 団体 (学校・図書館・法人など) の場合

団体としての入会または購読手続が必要です。詳細は下記宛お問合せください。

○申込先

101-8307 東京都千代田区神田駿河台 1-5

社団法人 日本化学会 会員係

(電話 03-3292-6169, FAX 03-3292-6317)

新しく教育会員になられたかたがた

中山 隆雄 東海大学理学部化学科
 堀米 宏 千葉市立打瀬中学校
 大野 浩 東京都立農業高等学校
 今福 公明 熊本大学理学部物質化学科
 宮川 真木 JICA KENYA

棟田由紀子 松山商業高等学校
 林田 広美 立命館宇治高等学校
 蒲原 正憲 佐賀県教育センター
 正路 高正 大阪市立泉尾第二工業高校
 中村 文子 和歌山大学教育学部

▷現在会員数 (2002年3月)

正会員	学生会員	教育会員	名誉会員	法人正会員	公共会員	賛助会員	計
25,996	6,897	2,159	57	587	627	0	36,323