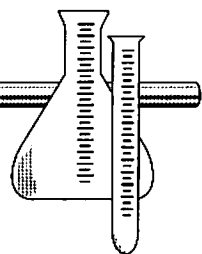


有機化合物の分離の Small Scale 実験
A Small Scale Experiment on the Separation
of Several Organic Compounds



1 はじめに

私たちは高校学習指導要領の範囲のテーマをとりあげて、マイクロならびに Small Scale の化学実験を開発し、授業で実践してきた。本報では、数種の有機化合物の分離についての生徒実験を開発し、仙台育英学園高校の授業で実践した結果について報告する。

有機化合物の化学的性質が、官能基の種類によって決まってくることは、高校の有機化学の基本的学習内容であるが、器具や授業時数の制限から、官能基の違いを比較しながら実験する機会は取りにくい。数種の化学 IB 教科書では「有機化合物の分離」は「参考」や「探求活動」として取り上げられているのみであった。教科書で取り上げられた例を調べたところ、次のような問題点が浮かび上がってきた。

- (1) 高価な分液ろうとを 1 クラスあたり 10 個以上必要とする。
- (2) 抽出溶媒として、引火性のジエチルエーテルを 1 班あたり 200 ml 必要とする。
- (3) エーテルの蒸気圧が大きいので、分液ろうとの振とう中に噴出事故の恐れがある。

これらの問題点の解決法として Small Scale 実験を開発することとした。

2 実験方法の検討

2.1 抽出器具

分液ろうとの代わりに用いる抽出器具は次の条件を満たすものでなければならない。①エーテル、アニリン等の有機化合物におかされない、②エーテルの蒸気圧で栓が飛んだり、溶液の噴出の恐れがない。③市販品で大量に安価に入手できる。これらを満足するものとして、われわれはガラス製ねじ口サンプル管 (φ27×55, 容量 20 ml) を用いることにした。

2.2 試薬濃度

抽出に用いる液量を押さえるために、試薬は高濃度 (HCl, NaOH とも 6 mol/l, NaHCO₃ は飽和水溶液) とした。

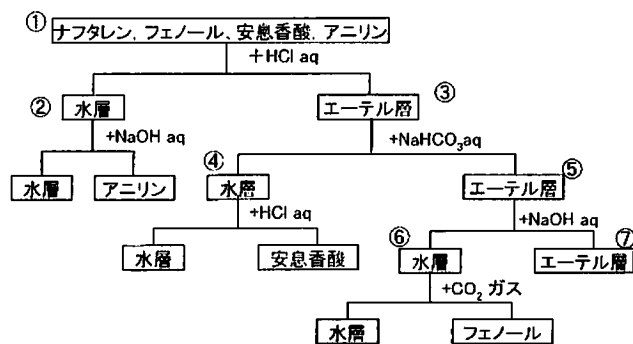


図 分離の流れ。

2.3 エーテルの噴出事故防止とエーテル蒸気吸入による中毒の防止

ジエチルエーテルの沸点は 35°C と体温より低い。夏季の実験室内温度はこの温度に近く、夏季以外であってもサンプル管を手で握ると容易に温度が上昇する。そこで振とう中及び開栓時の容器からの噴出事故を防止するため、振とう時は必ず氷水で濡らした小タオルで包むことにより温度上昇を避けるようにした。シャーレで氷水浴をつくり、振とう後 2 層分離の際の静置、水層の分取、試薬の添加 (しばしば発熱反応である中和を伴う) 等の操作は、全てこの氷水浴にサンプル管を浸して行うものとした。また、エーテル蒸気はドラフト中で行うようにした。これらによりエーテル蒸気の吸入をかなり避けることができた。

2.4 分離試料の混同の防止

溶媒抽出による有機化合物の分離においては、着色沈殿の生成や溶液の色変化も見られないため、分離操作の中で、試料がどの段階のものかを混同しないよう明示する必要がある。このため実験操作を示した図の中に番号を付し、エーテル層は奇数に、水層は偶数となるようにし、4 本のサンプル管に図中の番号を記入したラベルを貼りつけた。

3 実験方法と実験結果

3.1 準備

ねじ口サンプル管 (φ27×55) 4 個 (①, ②, ④, ⑥) のラベルをつけておく) キャピラリーピペット (φ7×150) 5 本, ゴム帽 1 個, 時計皿 4 枚, 氷水浴用 500 ml ビーカー 1 個, 小タオルまたは木綿布 (20 cm×20 cm), ガラス

棒 ($\phi 4 \times 100$) 4本, ファーストフード用プラスチック小さじ1本, 誘導管つき Y字管, 目盛付試験管 (エーテル計量用) 1本, ジエチルエーテル1班当たり 8 ml, 6 mol/l HCl, 6 mol/l NaOH, 飽和 NaHCO_3 溶液, 0.1 mol/l FeCl_3 , 固体さらし粉, 大理石, リトマス紙, 水, 呈色反応観察用白紙 (5 cm \times 10 cm)

3.2 分離操作と結果

実験操作の流れを図に示した。ここでは2層を分離する操作は常に, 下層 (水層) のみを, キャピラリーピペットで別のサンプル管に移すものとした。したがって, エーテル層③, ⑤, ⑦はサンプル管①にある。

- (1) 混合試料溶液の調製: ラベル①を付したサンプル管に, ナフタレン 20 mg, 安息香酸 20 mg, アニリン 5 滴, フェノール 5 滴を取り, エーテル 5 ml を加えて溶解する。
- (2) 混合試料溶液①に 6 mol/l HCl を 2 ml 加えると白濁するが, 振とうすると濁りは消える。
- (3) 下層をキャピラリーピペットでサンプル管②に移す。水層②に 6 mol/l NaOH 2.5 ml 加えて振とうし, 液性が塩基性であることをリトマス紙で確認する。これにエーテル 1 ml 加えて振とうすると, エーテル液が淡黄色油状に分離する。キャピラリーピペットで上層を取り, ドラフト内で溶媒を蒸発させる。アニリンの確認: 時計皿上の淡黄色油状物にさらし粉固体を小さじで少量加えると紫色に呈色する。
- (4) エーテル層③に飽和 NaHCO_3 を 5 ml 加えてガラス棒で攪拌し, 水層の液性が塩基性であることを確認し振とうする。
- (5) 下層をキャピラリーピペットでサンプル管④に移す。水層④に 6 mol/l HCl を 2 ml 加えて攪拌すると気体を発生して白濁する。液性が酸性であることを確認し, エーテル 1 ml 加えて振とうする。エーテル層だけを時計皿に取り, ドラフト内で溶媒を蒸発させ, 残った白色固体を2等分する。安息香酸の確認: 白色固体の半分をろ紙片に取り, 固体表面に付着している塩酸を除き, 時計皿に移して純水を3滴加える。水に溶けにくい, リトマス紙で酸性である事が分かる。残り半分の白色固体に飽和 NaHCO_3 溶液 1 ml 加えると, 発泡しながら溶ける。
- (6) エーテル層⑤に 6 mol/l NaOH を 2 ml 加えて振と

うし下層が塩基性であることをリトマス紙で確認する。

- (7) ⑤の下層をキャピラリーピペットでサンプル管⑥に移す。過剰量の大粒と 6 mol/l HCl 10 ml を入れた Y字管を用いて CO_2 を発生させ, 水層⑥に誘導管を通すと, 液面に油状物が浮いてくる。 CO_2 の吹き込みは終点を見極めるのが困難であるため, 10 ml の 6 mol/l HCl による CO_2 発生が終わるまで通しつづけるものとした。これにエーテル 1 ml を加えて振とうし, エーテル層を時計皿に取り溶媒を蒸発させると, 消毒臭をもつ油状物が残る。フェノールの確認: 油状物と, 対照として純水を3滴取った別の時計皿に, 0.1 mol/l FeCl_3 溶液を3滴ずつ加え, 白紙上で色調を比較する。純水では黄色, 油状物では紫色になる。
- (8) 最後に残ったエーテル層⑤の全量を時計皿に移し, ドラフト内で蒸発させると白色固体が残る。ナフタレンの確認: 白色固体は特徴あるナフタレン臭があり, 水に不溶である。

4 考 察

複数の有機化合物を扱う分離実験問題を, 教科書の説明のみ, あるいは板書による理論の説明だけで学習することは, 高校生にとってはかなり難しいことである。酸や塩基溶液に理論通りに溶解したり, 強酸を加えることによって, 塩から弱酸が遊離してくることを, 視覚や嗅覚, 触覚で確認することによって, 理解が容易となることが, 実験後の生徒の感想として表われている。化合物の性質の暗記された知識のみに頼るよりも, 実際に物質それぞれの違いを自分の体験として確認することは, 知識の定着に役立つということ以上に, 物質の変化を学ぶ化学そのものへの興味・関心を深化させることにつながっているようである。教える立場として, このことは, 将来の化学学習に向けての更なる動機付けとして価値あることと考える。

文 献

- 1) 東海林恵子, 荻野和子, 化学と教育, 49, (2002) およびその中の文献。

東海林恵子* Keiko SHOJI

(仙台育英学園高校多賀城校舎)

荻野和子 Kazuko OGINO

(東北大学医療技術短期大学部名誉教授)

[連絡先] 985-0853 多賀城市高橋 5-6-1 (勤務先)。

