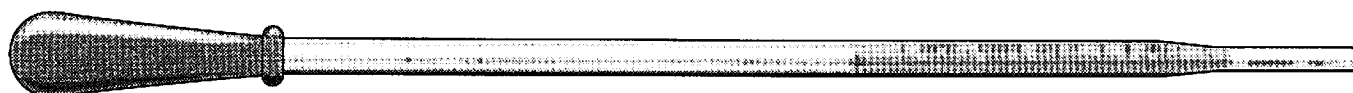


## 東北大学全学教育理科実験へのマイクロスケール 有機化学実験の導入

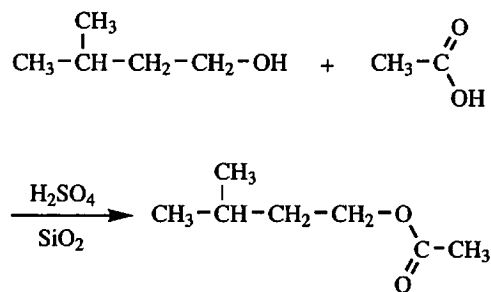
An Introduction of a Microscale Organic Experiment into Laboratory Course of  
General Education in Tohoku University.



### 1 はじめに

およそ 20 年前にアメリカの大学で始まったマイクロスケール実験が、現在、世界中に普及しつつある。このことは我が国の大学においても例外ではなく、緩やかにではあるものの、その導入は確実に進行している。これは、マイクロスケール実験のもつ (1) 試薬と経費が削減できる (2) 実験廃棄物の量が少なくてすむ (3) 危険が少なく、事故の防止に役立つ (4) 実験環境の改善が図れる (5) 実験時間の短縮が可能である、等の利点が認識されたためであると考えられる。特に (1) と (2) は、近年関心が高まっている環境問題への対応策として有効である。これらの利点は、特に多人数が実験を行う一般教育の実験で発揮されるはずである。我々は、全学教育 (東北大学での前期一般教育の呼称) の化学実験に携わっていたことから、かねてよりマイクロスケール実験に関心を抱いており、その導入を考えていた。平成 13 年に、平成 16 年度からの全学教育の理科実験が、物、化、生、地の 4 教科融合型の自然科学総合実験 (2 単位、理学部数学科を除く理科系で必修) へ移行することが決まり、テーマも一新されることになったのを機に、我々は、ここにマイクロスケール実験を導入することにした<sup>1)</sup>。

実験テーマとしては、「酢酸イソペンチルの合成」<sup>2)</sup> を選んだ。このテーマは、筆者の一人が以前、米国国立マイクロスケールケミストリーセンターで研修を受けたときに体験したものの一つで、内容、操作とも比較的容易であることに加え、これまでの化学実験で使用してきたガスクロマトグラフを有効活用できるという利点があった。さらに、エステル化は旧教養課程の通年 2 単位であった化学実験から行われていたテーマで、指導する側のノウハウが蓄積されていることや、高校においても多くの学校がエステルに関する簡単な実験を行っており、学生にとって取り組みやすいテーマであると考えたことも、このテーマを選択した理由である\*1)。



### 2 実験の方法

実際の実験操作は、基本的に原法に準じて行うことにした。つまり、触媒である濃硫酸 (3~4 滴) と脱水剤であるシリカゲルビーズ (0.1 g) 存在下、イソペンチルアルコール (0.8 mL) を過剰量の酢酸 (1.5 mL) と還流してエステル化し、生成した粗エステルを洗浄、蒸留により揮発性成分を集めるという方法である (図 1)。なお、得られたエステルは、ガスクロマトグラフィー (GC) により純度の決定を行っている。原法は、細かい部分で我々の実験環境に適していないところがあったので、その部分の変更を検討した。

変更点の一つ目は、加熱装置についてである。原法では個々にホットプレート付きスターラー上、砂浴で加熱を行うことになっている。しかし、我々の実験室の電気容量では、あまり多くの加熱装置を一度に動かさないこと、砂浴

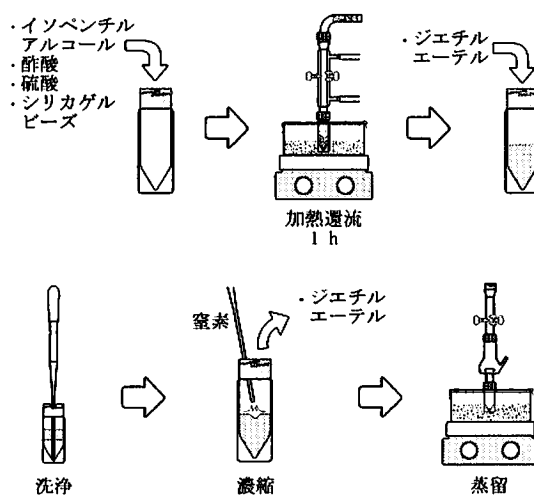


図 1 酢酸イソペンチルの合成の実験操作 (原法)。

\*1) 2002 年に東北大学全学教育研究センター (現高等教育開発推進センター) が行った理科実験に関するアンケート調査によると、東北地方の進学校 31 校のうち約半数の 16 校でエステルに関連する実験が行われていた。

の温度調節が慣れないとうまくいかないこと、などの理由で、これを他のものに変える必要があった。検討を行ったところ、アルミブロックヒーターが具合がよいことが分かった。現在、東京理科器械製、250 Wのヒーター、90 × 125 × 70 mm (D × W × H) のアルミブロックで、6個までの反応容器を同時に加熱している。この方法では攪拌ができないので、収率の低下が懸念されたが、還流条件で反応を行っているためか、この点はさほど大きな問題とはならなかった。

もう一つの変更点は、洗浄の操作である。原法では、0.5 mLのエーテルを加えた後に洗浄を行い、蒸留前にこれをドラフト中で窒素を吹き付けることで除去している。しかし、この操作には時間がかかるうえ、これを行うためのドラフトの台数が不足していること、少量であるとはいえ有機溶媒を大気中へ放出させるように指導することも問題であると考えた。試しにエーテルを使用せずに実験を行ってみると、損失は予想以上に少なく、必要十分なエステルが得られることがわかったので(実際、多くのグループが50%前後の収率で目的物を得ている)、エーテルを使わないで実験を行うことにした。

これらの他、加熱時間を若干短くして授業時間との調整を図った。また、構造決定についての解説を行ったり、簡単なサブテーマを設定するなどして、加熱中に学生が無駄に時間をもて余すことがないように注意を払った。以上の内容を、1, 2年生の希望者と、宮城県のスーパーサイエンスハイスクール指定校である県立第一女子高等学校の生徒の協力のもと試行し、調整した。このようにして決定されたテーマは、平成16年4月より導入されて1年が経過したが、大きな問題点もなく、まずまず妥当であったといえると思う。

さて、マイクロスケール化したことで、どのようなメリットとデメリットがあったかについて、平成13年度まで本学にて行われていた有機化学実験のテーマの一つで、類似した内容の「酢酸エチルの合成」(以下旧テーマと呼ぶ)と比較して述べる。

### 3 マイクロ化の効果

#### 3.1 試薬

マイクロスケール化を行ったことで得られたメリットの第一は、試薬と、廃液の量を減らすことができたことである。旧テーマでは1つのグループあたり、酢酸とエタノールをそれぞれ40 mLずつ、硫酸10 mL、10%食塩水、炭酸水素ナトリウム水溶液、各々80 mL、無水硫酸ナトリウム2 gに加え、反応の後処理に炭酸ナトリウム20 gが必要であった。これに対し、「酢酸イソペンチルの合成」(以下新テーマ)では、酢酸1.5 mL、イソペンチルアルコール0.8 mL、硫酸約0.1 mL、シリカゲルビーズ0.1 g、飽和食塩水、炭酸水素ナトリウム水溶液が各々2 mL、無水硫酸ナトリウム0.2 gとなっており、対応する試薬は1/10から1/100に

減少した。現在のカリキュラムでは、年間で、約850グループが実験を受講しているので、1年間では大きな差が出る(図2)。仮にすべての試薬をポンド瓶で購入すると仮定して計算すると、前者では約30万円かかるのに対し、後者では1万円ほどで済み、経費の点からも大きなメリットがあると言える。

また、使う試薬の量を減らしたことで、その取り扱いおよび管理方法も変更することができた。旧テーマでは試薬瓶からメスシリンダーで計量させていたが、実験に不慣れた学生が計量を行うと手間取るため、実験の進行が速やかに進むように、それぞれの試薬の試薬瓶をグループごとに用意していた。このように試薬瓶を数多く使用した場合には、その管理に多くの労力を割く必要があった。新テーマでは、試薬の計量を駒込ピペットで量り取らせることで、計量を手早く済ませられるようにして、試薬瓶の数を試薬の種類あたり2つに減らした。これにより、以前はおのおの実験台など開放系で行っていた有機試薬の計量を、ドラフト内に収めることができた。

#### 3.2 廃液

試薬の量を減らしたことに伴い、廃液の量も大幅に削減された。旧テーマでは、1つのグループが実験を行った場合の廃液量は、水系のもの250 mL程度、有機系の廃液が30 mL程度であった。先と同様に計算すると、1年では18 L入りポリタンクに換算して、水系廃液が16缶、有機系の廃液が2缶生じる計算になる。これに対し、新テーマを実際に1セメスター行って生じた廃液は、水系のものが18 L入りポリタンクに4缶、有機系が2缶となった。この量は、サブテーマの廃液と、器具の洗液が加わった量であるが、先の単純計算の値と比較しても水系で4分の1ほどに減らすことができた。なお、新テーマでは器具の二次洗液までを廃液として回収させた。器具によっては、少々過剰であるとも思えるが、この実験が対象とする新入生に化学の実

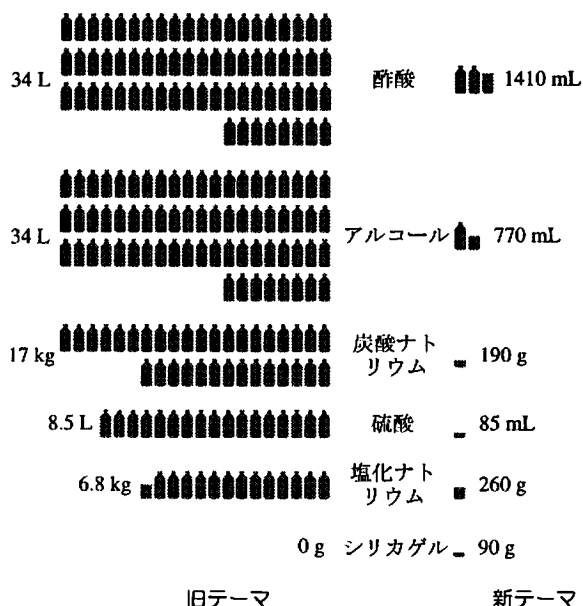


図2 主な試薬の年間消費量の比較。

験に接する初期の段階で、安易に洗液を流すのは好ましくないことを学んで欲しいという意図があったのである。通常サイズのガラス器具で実験を行った場合には、洗液まで徹底的に回収をすると、膨大な量の廃液が発生すると予想されるため、こうしたことも、マイクロスケールでの実験でないと難しいと考えられる。

### 3.3 器具

実験に使用するガラス器具は、Ace社のマイクロスケールキット<sup>3)</sup>のうちから、必要なもののみを購入した。具体的に挙げると、水冷管、空冷管、ヒックマン蒸留器、乾燥管、バイアル(3 mL, 5 mL 各1)で、1グループが使用する実験器具の価格は合計約4万円である。安価とはいえないが、器具が摺り付きであるのに加えて、接合部にはストッパーがついており、取り扱いが容易であることからこのキットを選択した。なお、旧テーマで用いていた器具に相当するものを摺り付きの器具でそろえた場合にもやはり4万円ほどかかることを考えれば、この値段は妥当であると思われる。また、これらの器具の米国での販売価格の合計が180ドル程度であることから、今後日本でもマイクロスケールでの実験が浸透し、実験キットの製作販売に国内メーカーが乗り出せば、価格は低下すると期待できる。

昨年度一年間での器具の破損件数は、大体15件程度であった。年間850グループが実験を行ったので、約50グループに1グループが何らかの器具を破損した勘定になる。破損率としてはそれほど高くないと思うが、金額としてはおよそ6万円に相当するため、現在、破損を減らす方策を検討中である。

小型の器具を使うようになったため、器具の管理も試薬の管理と同様に楽になった。エステル合成の実験では、反応容器が十分乾燥している必要があるため、実験終了後に反応容器を回収して乾燥器で乾燥させている。旧テーマで

は、グループごとに乾燥かごを用意し、実験終了後に乾燥が必要な器具をその中に入れ、乾燥させるという方法をとっていた。この方式では、それぞれのかごに乱雑に器具が収納されるため、器具のチェックが容易ではなく、必要な器具が乾燥できていなかったり、さらには器具の過不足が生じてしまうなどの事態がたびたび起こっていた。新テーマでは、このような扱いをやめ、器具ごとの分類にした。この方法に変更したことで、器具の管理は楽になった。実際に管理をするうえで、いろいろな器具が入ったかごについて、必要なものがそろっているかどうかの確認を行うのと、決まった器具が入れられたかごの中の器具の数を数えるだけなのとでは、かかる労力はかなり違うことが分かる。このような管理のしかたは、マイクロスケール実験でなくとも可能ではあるのだが、旧テーマでは使用している実験器具が大きいことに加え、一度に実験を行っていたグループ数が多かったため、あまり実際的ではなかった。これもマイクロスケール化ゆえの恩恵といえるのではないか。

### 3.4 実験の操作

実験をマイクロスケール化したことで、実験のやり方が一部変化した。旧テーマでは、加熱を行うとき、ガスバーナーとウォーターバスを用いていた。この方法では、水を温めるのに時間がかかり、適切な温度を保つのが難しいうえ、裸火を使うこの方法は、本来は避けたかったのであるが、前にも述べた電気容量の問題から適当な代替が見つかっていなかった。新テーマでは上でも述べたように、ブロックヒータで加熱を行う方法に変えた。このことで、より安全かつ容易に実験を行えるようになった。また、加熱を行う場所を一箇所にまとめることができたため、換気をそれまでの全体換気からより効率の良い局所換気に変更することができた。

### 3.5 学生の反応

学生が提出したレポートを見て判断する限りでは、基本的な部分において、学生の理解の程度に大きな変化は見受けられなかった。ただ、この実験の設定に伴って導入したGCによる分析や、構造決定の解説は、学生の理解を深めるのに役立つようである。旧テーマにおいては、蒸留を行う際の沸点のみが、純度に関する唯一の情報であり、これから純度について考察した者の数は、多くはなかった。GCでの分析を導入して、自らが合成した化合物の純度を決定できるようになったのは、大きな改善であったと思える。また、構造決定に関する解説を行ったことで、生成物の構造決定が、合成を行う際に必須であることを知ってもらうことができた。実際、レポートの感想でこれらのことに言及していた学生が少なからずいた。

セメスターが終了した後のアンケートの結果からは、この課題が特に目立った困難がなく、学生にとって取り組みやすいものであることが明らかになった。

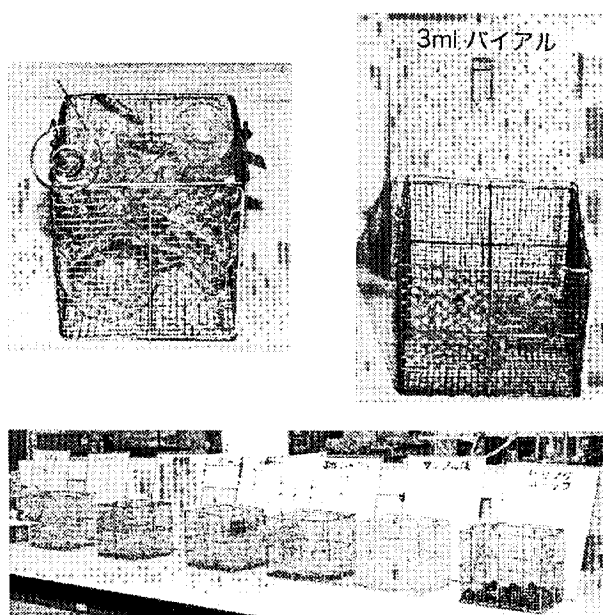


図3 実験器具の管理の様子:変更前、グループごとに収納(左上) 変更後、器具ごとに収納(右上および下)。

### 3.6 マイクロ化によるデメリット

以上、これまで利点を主に挙げてきたが、好ましくないと思える点もある。今回設定された実験では、操作が簡略化されていたり、省略されていたりする部分があるため、「有機化学実験でよく用いられる基本的な操作に慣れてもらう」という観点からいえば、物足りない面もある。例えば、この実験では分液操作は遠沈管で行っており、分液漏斗は使用していない。また、蒸留も不揮発成分を除くのみで、分留操作は省略されているといった問題がある。しかしながら、自然科学総合実験の主眼が、基礎実験技術の習得ではなく、「生命」、「地球・環境」、「エネルギー」、「物質」等の、我々を取り巻く重要課題に関連する様々な実験を行うことを通して、一つの現象を多面的に捉え理解することにあることから、この実験では簡略化された操作のみでよとしている。化学系の学科における実験に導入する場合には、マイクロスケール実験に加えて、基本的な操作が含まれる実験を、ある程度の量の化合物を用いて教える必要があると考えられる。

これ以外のデメリットとして、我々が導入したマイクロスケールキットは、輸入品であるため代理店に在庫がない場合は納品まで時間がかかることがあることが挙げられる。

## 4 最後 に

以上述べてきたように、メリットの多いマイクロスケール実験ではあるが、日本国内ではまだあまり盛んではな

く、現状では実験の導入環境が整っているとは言い難い。器具については先に挙げた価格の点以外に、入手の容易さに難点がある。また、小型化されたガラス器具に見合った小型で安価な攪拌装置や加熱装置、さらには安価なガスクロマトグラフや赤外分光光度計などの教育用分析機器等の周辺機器の開発も望まれる。このような装置の開発はマイクロスケール実験の普及に向けての今後の課題である。実験機器メーカーの参入により、この問題が解決されることを期待したい。

本テーマの実施に至るまでの調査研究および試行の一部に文部科学省科学研究費(課題番号 15020206)の援助を受けた。

### 参考文献

- 1) 須藤彰三, 長谷川琢也, 本堂毅, 吉澤雅幸, 大学の物理教育, 10, 163 (2004).
- 2) D. W. Mayo, R. M. Pike, P. K. Trumper Eds., *Microscale Organic Laboratory with Multistep and Multiscale Synthesis* 3rd Ed., Wiley-VCH, New York, pp. 366 ~ 371 (1994).
- 3) 甲 國信, 化学と教育, 49, 302 (2001).

小俣乾二 Kenji OMATA

(東北大学大学院理学研究科 助手)

甲 國信 Kuninobu KABUTO

(東北大学大学院理学研究科 教授)

[連絡先] 980-8578 仙台市青葉区荒巻字青葉6-3 (勤務先)。



## 定番化学実験 小・中学校版 (B5判, 60ページ) 頒価 500円 (送料別)

この冊子は、本誌51巻(2003)3号から2年間、24ヵ月間にわたり連載を続けた小・中学校版「定番!化学実験」の記事をまとめたものです。

連載では、化学実験の「定番」と言える生徒実験を選び、一つひとつについて、もっとも簡便かつ効果的な授業ができる方法は何か、検討したのが小・中学校版「定番!化学実験」の記事でした。ワーキンググループのメンバーが日々実践している授業が議論のもとになります。議論しながらわかったのは、定番の実験でも、指導者によって方法が違っているということでした。そこで、「普通の小中学校にある施設や器具で実施可能」で、「新規採用の理科担当教員でも、無理なく指導できる」というレベルになるようにこだわりました。

そのため、実験の内容はかなり詳細に解説しました。「準備」や「実験操作(授業展開)」は、具体的な手順がイメージできるように留意しました。「定番」のレベルを越えるやや難しい実験は、「バリエーション」として別に解説しました。また、「成功のコツ」

や「耳より情報」の項目では、実験を成功させるための留意点や、実験に役立つちょっとした器具・試薬の紹介もしました。

できるだけ多くの小・中学校の先生方に活用していただければ幸いです。

### 購入申込方法

1~3冊の場合: A4判返信用封筒に宛先と「定番化学実験 小・中学校版申込」を記入し、下記申込内容と切手200円分(貼布不可)を同封のうえ、下記の申込先へ送付してください。返信はメール便となります。

4冊以上の場合: 宅配便にて送りますので、送料は実費となります。申込内容をE-mail(kyoiku@chemistry.or.jp)またはFAX(03-3292-6318)でお申してください。

申込内容 1. 「定番化学実験 小・中学校版」と明記, 2. 送付先住所(〒)・電話番号・氏名, 3. 請求書宛先, 4. 冊数

○申込先 101-8307 東京都千代田区神田駿河台1-5 (社)日本化学会 化学と教育誌編集委員会