

マイクロスケールの沸点測定 Microscale Measurement of Boiling Point



1 はじめに

筆者の一人(荻野)は1999年7月にアメリカナショナルマイクロスケールケミストリーセンター(National Microscale Chemistry Center)の一般化学ワークショップに参加した¹⁾。その中で体験したマイクロスケールの沸点の測定²⁻⁴⁾を応用した実験を東北大学医療技術短期大学部1年の化学実験で実施したところ効果的であったので報告する。

2 器具と試薬

試薬: 酢酸エチル(沸点76.8°C)を温度計検定の基準に、エタノール、メタノール、ヘキサン、シクロヘキサン、アセトン未知試料とした。いずれも特級試薬をそのまま使用した。

器具: ステンレスセンサープローブ付きデジタル温度計デジタル温度計(本実験ではNTコーポレーションNT-220, 定価4,000円を使用)、パストゥールピペット、ブンゼンバーナー、金網(ガラス細工の際熱いガラス片をのせるため)、ビーカーの加熱の際使用)、100 ml コニカルビーカー、ガラス細工用やすり、金属製ピンセット(ベルをガラス細工で作成するのに使用)。

3 予習

東北大学医療技術短期大学部化学実験では、実験に先立ち予習シートによる予習を行わせ、実験2時間前までに提出させている。この実験では、「本実験で使う可能性のある全液体の沸点、水への溶解性を調べる」、「水に易溶か難溶かをどうやって調べるか」を予習させた。

4 実験

(1) ミニ試験管とベルの作成^{2,3)}

パストゥールピペットをブンゼンバーナーで加熱し、太い部分から長さ約10 cm ミニ試験管をつくる。また、パストゥールピペットの残りの細い部分を2~3 cmの長さにやすりを使って切り、一端を封じてベルを数本つくる。

(2) 温度計の補正

ミニ試験管に酢酸エチル約0.5 ml を入れ、その中に温度計のセンサーとベルを入れる。ベルは封じた方を上にす

る(図)。100 ml コニカルビーカーを湯浴として、その中にミニ試験管を立て、バーナーでゆっくり加熱していくとベルから気泡が発生し始める。炎を小さくしてさらに加熱すると沸騰が始まり、ベルから盛んに気泡が出る。バーナーの火を消し、自然放冷すると、気泡の発生は徐々に遅くなり、やがて液が吸いこまれる。この瞬間の温度が沸点である。放冷してから、同じ試験管にベルを追加して再度沸点を測定する。沸点の測定は3回以上行う。その平均値と酢酸エチルの沸点の文献値と比べて、温度計の補正値を求める。

(3) 未知試料の沸点

ミニ試験管に未知試料約0.5 ml を入れ、同様に沸点を測定する。得られた沸点を(2)の結果により補正し、「真の沸点」を求める。

(4) 未知試料の水への溶解性

ミニ試験管に残った液体に水1滴を加え、未知試料が水に易溶かどうかを調べる。

(3)、(4)の結果と予習シートを照らし合わせて、未知試料が何かを推定する。

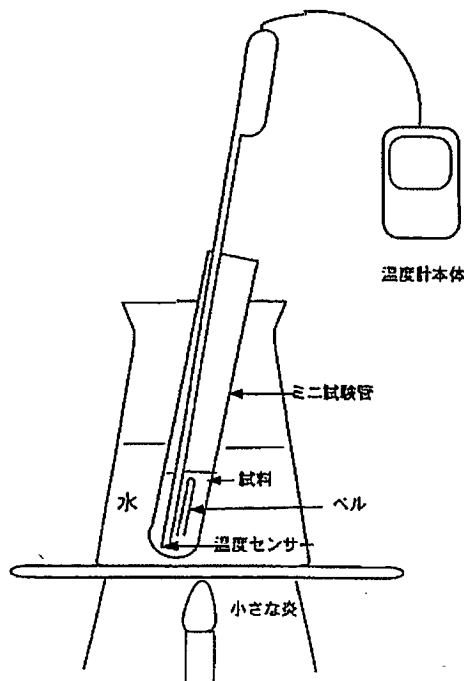


図 温度測定の設定。

この方法による沸点の測定は再現性があり、3回の測定値は $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$ で一致した。また、学生による未知試料の沸点測定結果も $\pm 1^{\circ}\text{C}$ で文献値と一致した。1グループ2人で実験させたところ、全学生が2時間以内に、未知試料が何かを間違いなく推定することができた。

5 考 察

(1) 沸点は物質の基本的な性質であるにもかかわらず、学生実験としてあまり実施されていない。通常の方法による沸点測定では、ある程度の量の液体が必要なためであろう。マイクロスケール法では、量が少なくすむばかりでなく、短時間で再現性よく測定できる。

(2) 温度計の補正は、酢酸エチルの沸点のみを用いた1点補正であるが、本実験の目的にはこれで十分である。なお、実験時の気圧は、1.00気圧で大気圧の補正は不用であった。

(3) 本実験では、パストゥールピペットのガラス細工を行うが、ガラス細工はほとんどの学生にとって初めての経験であり、新鮮に感じ積極的に実験した。

(4) 本実験で使う5種の未知試料は次の観点で選んだ。①有機化学の講義で出てくる基本的な化合物であること、②沸点が 100°C 以下であること(湯浴を使って実験するため)、③沸点と水への溶解性の双方ではっきり区別できる。

(5) 本実験で使う6種の有機溶媒は、多くの学生にと

って「名前を聞いても同じようなものという印象しかない」ものだったが、「溶媒には性質の異なるいろいろなものがある」ことを実感させる結果となった。

(6) 実験結果がはっきりしていることは学生に好評であった。

(7) 本実験では湯浴の加熱にバーナーの火を用いた。迅速に実験でき、ホットプレート等を必要としないからである。通常、有機溶媒を使う実験に火の使用は避けるべきであるが、本実験では、引火の危険性がないよう実験台には有機溶媒を置かない等注意を払った。

(8) 迅速にできるので、マイクロスケール沸点測定は沸点上昇の実験²⁾等応用が広い。

文 献

- 1) 荻野和子. 化学と教育, 49, 235 (2001)
- 2) M M. Singh, R M Pike, Z Szafran. Microscale & Selected Macroscale Experiments for General & Advanced General Chemistry. Wiley, 1995
- 3) D Mayo, R M Pike, P Trumper. Microscale Organic Laboratory, 第3版. Wiley, 1994
- 4) K L. ウィリアムソン著. 後藤俊夫ほか訳. マイクロスケール有機化学実験. 丸善, 1990年

荻野和子* Kazuko Ogino

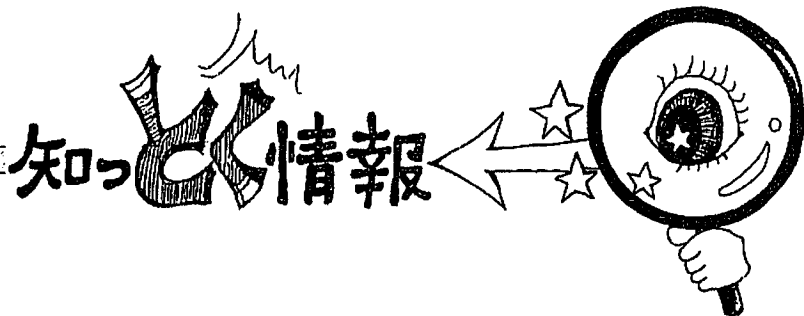
熊野ひろみ Hiromi Kumano

菊池順子 Yoriko Kikuchi

(元 東北大学医療技術短期大学部)

[連絡先] 981-0944 仙台市青葉区字平町 16-30 (自宅)。

E-mail oginok@inorg.chem.tohoku.ac.jp



古いブドウ糖を使うときは気をつけましょう!

凝固点降下の測定のためにブドウ糖を使用したことがある。実験してみると、どうしても値がずれる。事前に乾燥機で乾燥させておくと、うまくいった。約10%の水分を吸着しているようだ。何気ないことであるが、実験前には下ごしらえが必要である。

