

有機化学実験のスモールスケール化 ーサンプル管ビンを反応容器とした 脂肪族エステル合成ー

巻本 彰一・藤田 義人*

A Scaling Down of Organic Chemistry Experiments
ー Aliphatic Ester Synthesis Using a Sample Bottle as a Reaction Vessel ー

Shoichi MAKIMOTO and Yoshito FUJITA *

Accepted June 26, 2018

抄録: 受験直前に有機化学を学ぶこともあって、有機化学の実験の実施率は低い。また高等学校で学ぶ有機物自体が、低沸点で臭気を発し、発火や引火しやすい特徴を持っていることも実施率が低い理由の一つである。そこで試料を減らしたスモールスケール実験が推奨されるが、通常スケールと同様の教育的価値のある実験にしようとする、実験条件をうまく設定する必要がある。今回はサンプル管ビンを用いた脂肪族エステル合成を例にして、学部や大学院の授業での実施例を紹介する。

索引語: スモールスケール, マイクロスケール, エステル合成, サンプル管ビン, 反応器

Abstract: As high school students begin to learn organic chemistry shortly before taking their university examinations, the implementation rate of organic chemistry experiments is low. The volatile nature of organic substances seems to be the reason behind this. Therefore, we recommend small scale experiments with fewer samples; however, if you try to conduct an experiment which has the same educational value as the normal scale experiment, you need to set the experimental conditions well. In this study, we will introduce the example of aliphatic-ester synthesis using a sample bottle to undergraduate and postgraduate classes.

Key Words: small scale, micro scale, ester synthesis, sample bottle, reactor

* 和歌山県立橋本高等学校

1. はじめに

高等学校学習指導要領解説理科編¹⁾によると、本研究で扱うような有機化合物に関する学習を行う単元は、『化学』の中に位置付けられていて、具体的に有機化合物を扱う単元として、「(4) 有機化合物の性質と利用」がある。この単元の目標として「有機化合物の性質や反応を観察、実験などを通して探究し、有機化合物の分類と特徴を理解させるとともに、それらを日常生活や社会と関連付けて考察できるようにする。」というように記載されている。この目標からもわかるように、生徒の有機化合物に関する知識の獲得を促すために、観察や実験を積極的に取り入れることが求められている。実際に生徒自身が実験で有機化合物を扱い、反応を体験することで内容をより具体的に理解でき、さらに、その有機化合物が日常生活の様々な場面で利用されていることを学習できれば、化学の学習内容と実生活を結びつけることができ、化学についての理解をより一層深めることができると考えられる。

しかし、学習指導要領の記述とは逆に、高等学校の現場ではあまり有機化学実験が行われていないと思われる。また、有機化学実験を行ったとしても、行われるのは有機化合物の性質を確かめる定性実験が多く、有機化合物を合成する合成実験は行われにくい。前報²⁾で京都教育大学の化学基礎実験 (a), (b) を受講している理科教員志望の大学生・大学院生と京都教育大学大学院の理科教育教科内容論Ⅱ－化学－を受講している大学院生、計 54 名を対象に高等学校での有機化学実験の経験度をアンケート調査したところ、有機合成実験はほとんどの合成実験で約 70% 以上の学生が経験していないと回答していた。合成が比較的簡単で、においの変化で合成の確認を行いやすいエステル合成実験や、日常生活との関連を意識させやすく教材に向いていると考えられるアゾ染料の合成実験も他の合成実験同様に経験してきていない結果であった。そこで本研究では、有機合成実験を高等学校の化学の授業で積極的に取り入れられるようにするために、有機合成実験のスモールスケール化ということに着目した。

スモールスケール化実験はマイクロスケール化実験とも呼ばれ、1980 年代にアメリカの大学において開発され始め、今ではアジアやヨーロッパの各国においても関心が高く、世界中の化学実験で取り組まれている³⁾。このスモールスケール化は、環境に配慮した化学としての「グリーンケミストリー」と社会の持続的発展が可能な化学としての「サステイナブルケミストリー」の考え方に基づいており、使う試薬の量や実験後の廃液の量の削減を目的として実験器具のスケールダウンが行われてきた。この実験器具のスケールダウンに伴い、実験操作の簡略化や実験時間の短縮、個別実験が可能なことなどが注目され、新たな授業展開や学習効果が期待されている。このスモールスケール化は、アメリカにおいて有機化学分野で特に研究が進んでおり、様々な実験書が販売されている。ある実験書⁴⁾では、様々な実験が紹介されており、スモールスケール化された実験器具も多く掲載されている。また、このような実験器具は、キット化されてセットで販売もされている。しかし、販売されている実験器具キットは 1 セット数万円であり、1 つ 1 つの実験器具でさえ数千円と高価であるので、現場で人数分を揃えるのは難しく現実的ではない。

スモールスケール実験を学校で行うためには実験書⁴⁾のような実験器具ではなく、もっと学校現場でも活用することのできる実験教材としてのスモールスケール実験器具の開発が必要であり、これまでにいくつかの先行研究が報告されている。本間順による「探究心を育む化学教材～有機マイクロスケール実験～」⁵⁾では、反応容器としてサンプル管ビンやスクリュ管ビンを用い、スモールスケール化を行っていた。用いられるサンプル管ビンやスクリュ管ビンは本来、試料を保存するために使

用される容器である。

一般的に反応容器として用いられる試験管は底が丸くなっているため、試験管自身で自立させるのは難しく、内容物を観察する際には試験管立てに立てて観察する必要がある。試験管立てに立てかけて観察すると、試験管立てが内容物の背後で重なって観察しづらいことがある。また、通常試験管立ては試験管十数本が一度に立てられるようになっているので大きく、実験台の上の場所を取ってしまう。そこで、反応容器をサンプル管ビンやスクリュー管ビンに変えると、サンプル管ビンやスクリュー管ビンは底が平らになっているため、サンプル管ビン自身で自立させることができる。そのため、反応容器を支える大きな指示台を用いる必要がなくなり、実験台に直接置くだけで観察を行うことができる。また、サンプル管ビンを立てて置くスペースも少なくてすむので、実験台を有効に活用できるようになる。

さらに、一般的に反応容器に入れる試薬の量は、その容器の容量の 1/3 程度である。サンプル管ビンを反応容器とすることで、扱う反応試薬の量はサンプル管ビンの容量の 1/3 程度となり、必然的に試薬の量も削減される。試薬の量が少なくなれば、サンプル管ビンを横に揺らす程度で試薬を攪拌することができ、試験管の攪拌に比べて非常に簡単になる。また、サンプル管ビンにはフタが付いているので、激しく攪拌が必要な時は、このフタを閉めて攪拌を行うことで、液が漏れる心配もなく安全に行うことができる。また、スクリュー管ビンで攪拌を行えば、フタがネジ式になっているので、より安全である。

本間順による先行研究⁵⁾では、サンプル管ビンやスクリュー管ビンを用いることで、11 種類の有機実験を簡単に、かつ安全に行うことを報告していた。しかし、いくつかの実験では、教科書に掲載されているような一般的な実験結果とは異なる結果となっていた。例を挙げると、エステル合成実験では、反応後の反応液に蒸留水を加えると合成された酢酸エチルが浮くとされているが、実際に蒸留水を加えてみると、エステル層が水層の上には浮くが、はっきりと 2 層になる様子は確認しにくかった。また、このエステル合成実験は、酢酸とエタノールをそれぞれ 1mL に対して、濃硫酸を 0.5mL 加えており、必要以上に濃硫酸を加えていると考えられる。サリチル酸メチルの合成実験では、合成したサリチル酸メチルのにおいの確認は行われているが、油滴となって反応容器の底に沈むサリチル酸メチルの様子の確認は行われていない。また、ニトロベンゼンの合成実験では、ニトロベンゼンは水よりも密度が大きいので、合成後は水に沈むのが普通であるが、この先行研究では、水に浮く結果となっている。これらは、反応を簡単な攪拌のみで行っていたため、反応が不十分であり、生成物が十分に得られなかったためと考えられる。

以上のように教科書の結果と生徒の行った実験の結果が異なると、生徒が混乱したり、誤解する恐れがある。確実に生徒が学習内容を理解するためには、実験スケールが小さくても、教科書に掲載されている実験結果が得られるようなスモールスケール有機化学実験の開発が、実験条件の設定を含めて、必要であると考え、実験に必要な付属の器具等も併せて開発しシステム化を試みた。その結果、当初の目的を達したと考えられる器具が開発できたので、製作工程も併せて紹介する。

2. スモールスケール有機合成実験器具の開発とシステム化

有機合成実験のスモールスケール化を行うにあたり、次の 3 点を開発の目標とした。

- ①有機合成実験のスモールスケール化による実験装置の簡略化と試薬量の削減
- ②様々な有機合成実験で用いることのできるシステム化が可能な実験装置の開発
- ③学習者に対して従来の実験と同等の教育効果が付与できる結果を得ること

①については、従来の実験器具をスケールダウンしたような実験器具の作製により、実験装置の簡略化を行い、実験装置の組み立てにかかる時間や実験操作を行う時間の短縮を期待した。また、スモールスケール化した実験装置に合わせて試薬量を削減し、それによる試薬の扱いに関する安全性の向上やにおいの軽減も期待した。

②については、作製した実験器具を多様な実験で使用できる器具とすることで、有機合成実験器具のシステム化を目標とした。一つの実験装置で複数の合成実験を行うことができれば、実験器具の準備などが楽になり、スモールスケール化した実験がさらに取り入れやすくなると考える。

③については、スモールスケール化を行った実験器具を用いた有機合成実験を行い、教科書に記載されているような従来の実験と同様な結果を得ることを目標とした。それにより、スモールスケール化した有機合成実験を行うことでも、教科書で扱う有機合成反応を学習・体験することができ、従来の実験を行うことで得られる教育効果と同等の教育効果が学習者に与えられることを期待した。

本研究では先行研究を参考にして、サンプル管ビン（反応容器）として各種有機合成反応のスモールスケール化を検討した。また、反応容器をサンプル管ビンとして用いたことに合わせて、いくつかの実験器具を作製し、実験装置全体のスモールスケール化を行った。

2・1 反応容器としてのサンプル管ビン

本研究ではホウ珪酸ガラス製の 10mL- サンプル管ビン（高さ 45mm，口径 15φ，胴径 21φ）を反応容器として用いることとした。サンプル管ビンは試験管とは違い自立するので、実験中や観察を行うときに特別な支持台がいらず、実験台に置くだけで安定して実験や観察を行うことができる。また、サンプル管ビンの容量に合わせた試薬量を扱うことになるので、必然的に扱う試薬の量を削減することができる。本研究では、扱う試薬の量が 10mL- サンプル管ビンの容量のおよそ 1/3 以下となるように設定した。つまり、反応液全体が約 3mL 以下でも一般的な合成実験同様の結果が得られるように実験条件を検討した。

試薬量が少なくなったことにより、試薬の加熱や冷却が行いやすくなった。特に冷却は試薬が少ないので放熱されやすく、急激に冷やす場合も冷水にサンプル管ビン（反応容器）を浸すことで簡単に行うことができた。また加熱中には、反応液の加熱されている底の部分と冷たい液面の部分で熱勾配が生じて対流が起こる様子が観察できた。このことで、加熱中にサンプル管ビン（反応容器）をあまり振らなくても反応液が混ざり、サンプル管ビン（反応容器）を常に持って攪拌する必要がなくなり、手が自由になる。サンプル管ビン（反応容器）を用いることで実験に必要なスペースも削減することができるので、手が自由になることと併せて、実験を行いながら、じっくりと反応の様子を観察することができたり、実験のデータをノートにメモしやすい利点があった。

サンプル管ビン（反応容器）が自立することによる多くのメリットが生じる一方、サンプル管ビン（反応容器）の底の直径は 21mm であり、手などが当たってしまうと簡単に倒れてしまう。そこで、針金を 100mL 三角フラスコと 6 号のシリコン栓を使って螺旋状に曲げて、簡易的なサンプル管ビン立てを作製した（図 1）。実験を行う時は常に、サンプル管ビン（反応容器）をこの作製したサンプル管ビン立てに立てて実験操作を行うよ

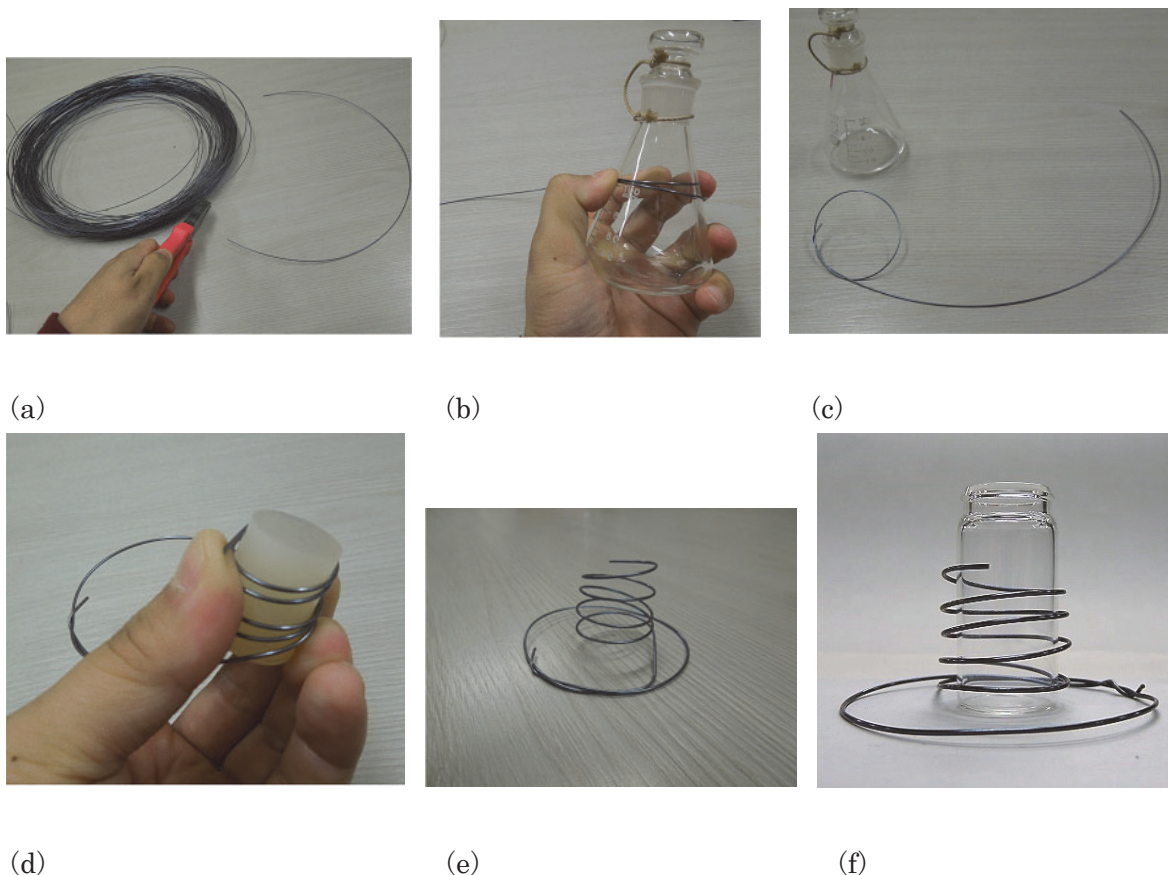


図 1. サンプル管ビン立ての作成方法

(a) 針金を 60cm に切断する。(b) 100mL 三角フラスコを目盛りの位置に巻きつけ、形を付ける。(c) 短い方の端を固定して、サンプル管ビン立ての土台を作る。(d) 残りの針金を 6 号のシリコン栓に巻きつけ、らせん状にする。(e) サンプル管ビン立ての完成図。(f) サンプル管ビンをらせんに挿入した図

うにした。そうすることにより、手が当たっても倒れることはなく、安全に操作を行うことができるようになった。また、このサンプル管ビン立ては針金で作製したのでホットプレートの上に置くことができ、鉄は熱伝導率が悪いので、加熱の時も放置して使用することができることから安全に加熱操作ができた。

2・2 簡易還流管の作製

有機化合物には揮発性、かつ、低沸点の物が多くある。合成実験では、それらの化合物が液体ならば直接、固体ならば溶媒に溶かして溶液として加熱反応させる。しかし、加熱する温度が有機化合物や溶媒の沸点よりも高い場合は、反応物や溶媒が蒸発するため、反応がうまく進まないことがある。そこで、効率良く反応させるために還流という操作がある。この操作は、加熱によって蒸発した試薬を反応容器の上に取り付けた冷却管で冷却・凝縮し液状にして、反応容器に戻しながら反応を行う操作で、図 2 の一般的な有機実験の還流装置⁶⁾のように、冷却管に球入り冷却器などを用いて組み立てるので、大掛かりなものになる。そこで、サンプル管ビンでの反応において還流操作を行うために、シリコン栓とガラス管を用いて簡易的な還流管(図 3)を作製した。2 号のシリコン栓に穴を空けて、適当な長さに切ったガラス管(内径 6φ)を差し込んだだけの簡易的なもので、冷却は濡らしたキム

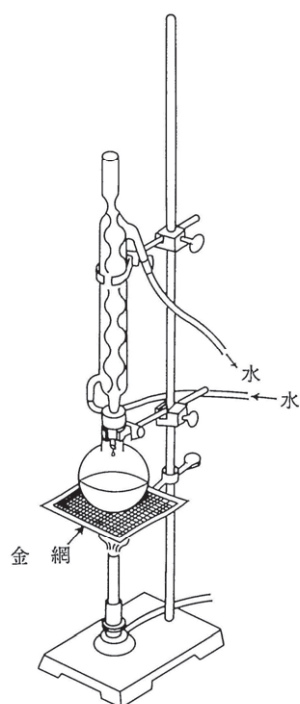


図 2. 直火による加熱還流操作



図 3. 簡易還流管

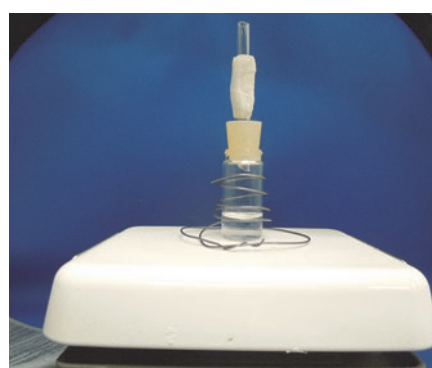


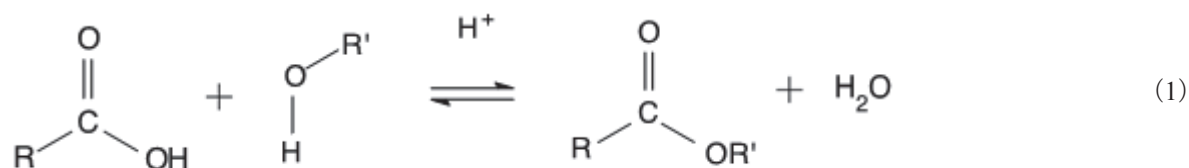
図 4. 還流操作の様子

ワイプをガラス管の部分に巻きつけて行うものである。

サンプル管ビンを用いた加熱実験では、作製した簡易還流管を用いることで、少ない試薬を効率的に加熱・反応させることができるようになり、生成物を観察しやすくなった。また作製した簡易還流装置は、10 × 10cm のスペースがあれば装置を組み立てることができ、実験を行うことができる (図 4)。直径 30cm 程度の市販ホットプレートでの加熱なら、装置を並べるだけなら 18 組を置くことが可能だが、9 組程度で行うのがよいだろう。

3. 簡易還流管を用いた脂肪酸エステルの合成実験

現行の高等学校化学では、有機化合物の第 3 章「酸素を含む脂肪族化合物」のなかで、カルボン酸とエステルが併せて記述されている。脂肪酸エステルは、(1) 式のように、一般的に



カルボン酸とアルコールを酸触媒存在下で加熱することで、縮合反応を起こして得られる。ここで R

と R' はアルキル基を表している。このような反応はエステル化、特に Fischer エステル化反応と呼ばれている。反応物である酸とアルコール、生成物であるエステルは 3 者とも特有のにおいがすること、合成するための実験条件が温和な加熱ですむことから、ほとんどの教科書で合成実験の記述がなされている。また、反応物である酸特有の強い腐敗臭が生成物であるエステルになると芳香なにおいと変化するので、化学反応の面白さを伝えるよい教材であり、生徒から好まれる実験となっている。

エステル化反応では、反応を効率的に進めるために酸触媒として濃硫酸が用いられ、反応の活性化エネルギーを下げることで、エステルの生成を促進する。また、この濃硫酸は脱水剤としても振る舞うことができるので、エステル化と同時に生成する水を奪うことで、エステル化反応の平衡をエステル生成側に傾かせる。そこで、脂肪酸エステルの合成実験として高等学校の教科書⁷⁾でよく紹介されている酢酸エチルの合成実験について、サンプル管ビンを反応容器とした smallスケール化を検討した。スケールに合わせて改変した実験操作を以下に示す。

〈実験操作〉

- ①サンプル管ビンに酢酸 1.0mL, エタノール 1.5mL を取り、そこに濃硫酸を 1 滴加えた。
- ②サンプル管ビンに簡易還流管を取り付け、ホットプレートを用いて 5 分間、約 80℃で加熱した。
- ③加熱後、放冷して 25% - 塩化ナトリウム水溶液を 4.0mL 加えて、液層の様子、においを観察した。

上記の実験条件では、酸とアルコールの物質量は、酢酸 1.8×10^{-2} mol, エタノール 2.6×10^{-2} mol である。生成物の酢酸エチルは、特有のにおいを確認すること、水などを加えて水層とエステル層の 2 層に分離することの 2 点で確認を行った。結果、酢酸エチルの持つ特有のにおいははっきりと確認することができ、また、塩化ナトリウム水溶液 (NaCl aq) を加えて反応液が 2 層に分離した様子も確認できた (図 5)。この 2 つの点から、酢酸エチルを合成できたと判断した。

実験操作③について、教科書の実験例⁷⁾では、合成したエステルの特有のにおいを確認する際、蒸留水、または、炭酸水素ナトリウム飽和水溶液 (sat. NaHCO₃ aq) を反応液に加えていた。その操作の利点は 2 つあり、蒸留水を加えることで反応液が 2 層に分離してエステル層が上層に来るので、においの確認がしやすくなる、という点と、sat. NaHCO₃ aq を加えると、反応液が 2 層に分離し、さらに未反応のカルボン酸が中和されて酸のにおいが消えることにより、よりエステルのにおいが確認しやすくなる、という点である。

しかし、スケールを小さくすると教科書の方法⁷⁾では問題点が生じることが分かった。一般的にエステルは疎水性であり水に溶けにくいと言われているが、酢酸エチルは 20℃で 8.1g/100g の水への溶解度を示し⁸⁾、ある程度は水に溶けていくので、よく観察すればわずかに溶けていく様子も見ることができる。そのため、水とエステル層の界面が確認できなかった。また、sat. NaHCO₃ aq を反応液に加えた場合、未反応のカルボン酸の中和反応が起こり、二酸化炭素が発生して発泡する。教科書掲載の一般的な実験のように試験管で実験を行っていれば、ある程度泡が発生しても試験管は長さがあるので液が容器の外に飛び散ることはないが、背の低いサンプル管ビンで中和反応を行った



図 5. 合成した酢酸エチル
(上部がエステル層)

際には、泡とともに反応液も外に飛び散ってしまい安全性に問題があると感じた。また、 $\text{sat. NaHCO}_3 \text{ aq}$ を加えた場合も2層への分離が少ししか確認できなかった。そこで、反応液の2層の分離に塩化ナトリウム水溶液を用いることとした。塩化ナトリウム水溶液、特に塩化ナトリウムの飽和水溶液（飽和食塩水）は、溶液中で有機化合物を分離する際によく使用されている。加熱後の反応液に飽和食塩水を加えると、はっきりと反応液が2層に分離する様子が確認できた。しかし、飽和食塩水を加えた場合、分離ははっきりと確認できるのだが、その界面で NaCl の結晶が析出するため、少し界面を観察しづらい。そこで、食塩水の適切な濃度を決定するために、飽和食塩水を希釈して反応液の2層への分離状態を観察し、実験に適当な濃度を検討した。その結果、どの割合で薄めた食塩水でも NaCl の析出もなく2層への分離を確認できたが、低濃度である飽和食塩水：蒸留水＝1：1～4：1の割合においては、エステル層が水槽に溶けていく様子も確認できるため、界面が不明瞭であると考えた。一方、飽和食塩水：蒸留水＝5：1より濃度の濃い溶液では界面もはっきりと確認できたので、試薬の量はできるだけ少なくすること、また調製のやりやすさを考えて、塩化ナトリウム水溶液の濃度を質量パーセント濃度で22%（飽和食塩水：蒸留水＝5：1）を採用した。

次に、酢酸エチル以外の脂肪酸エステルでも、同様に合成ができるのかをカルボン酸とアルコールの組み合わせを変化させて確認した。カルボン酸に酪酸、アルコールにプロパノール、イソプロピルアルコール、ブタノール、イソブチルアルコール、ペンタノールを用いて、前述した酢酸エチル合成実験の実験操作と同様の操作を行って合成した。その場合の物質量は、酪酸 $1.1 \times 10^2 \text{ mol}$ に対して、プロパノール $2.0 \times 10^2 \text{ mol}$ 、イソプロピルアルコール $2.0 \times 10^2 \text{ mol}$ 、ブタノール $1.6 \times 10^2 \text{ mol}$ 、イソブチルアルコール $1.6 \times 10^2 \text{ mol}$ 、ペンタノール $1.4 \times 10^2 \text{ mol}$ である。実験の結果を図6に示す。いずれのカルボン酸、アルコールの組み合わせのエステルでも特有のにおいやエステル層と水層の2層への分離を確認することができ、合成することができたと考える。反応物の炭素鎖がある程度長いものであったり、骨格に小さな枝分かれがあったりするものでも、酢酸エチルのような簡単な構造のエステル同様に、本研究の実験操作で合成することができた。

脂肪酸エステルの合成実験について、先行研究⁵⁾ではエステルを合成したことにより発生する特有の匂いを確認することでのみ、エステルの合成を確認していた。本研究では、加熱還流操作を行い、また反応後の反応液に22%塩化ナトリウム水溶液を加えることで、エステル層の分離も観察できるので、においだけでなく視覚的にもエステル合成を確認することができるようになった。

4. 考察

作製した簡易還流管を各実験で用いることで、実験装置全体のスケールダウンを行うことができたと考えられる。反応容器にサンプル管ビンを用いたことで実際に試薬量がほとんどの実験で、教科書記載の使用量^{7,9～13)}にもよるが、約1/2に削減することができた。また、加熱に関してはホットプレートを用いたので、試薬への引火を気にすることなく安全に行うことができた。

また、スモールスケール化を行った実験器具を用いて、削減した試薬量での実験を行ったが、全て教科書で示されているような実験結果と同様の結果となった。このことから、従来の実験教材に代わるものとしてスモールスケール化実験を用いたとしても、従来の実験教材と同等の教育効果を学習者に与えることができると考えられる。

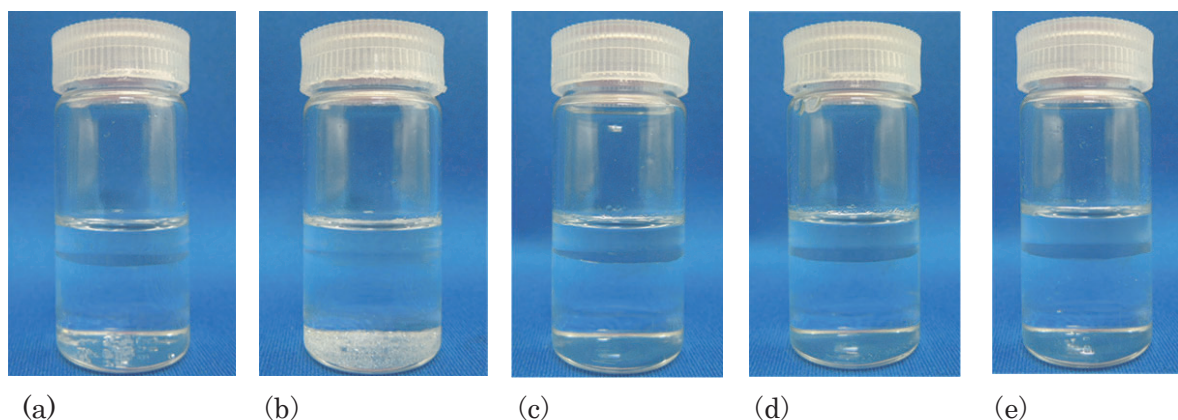


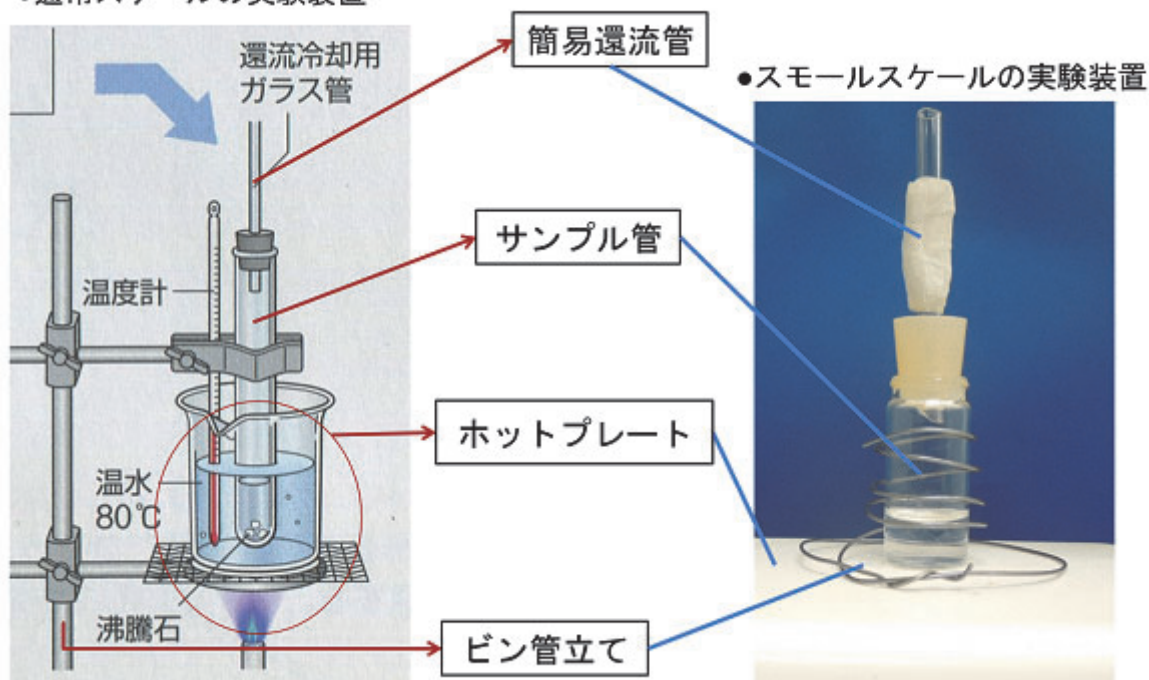
図 6. 合成した酪酸エステル

(a) 酪酸プロピル, (b) 酪酸イソプロピル, (c) 酪酸ブチル, (d) 酪酸イソブチル, (e) 酪酸ペンチル

さらに、簡易還流管は一般的な実験装置の器具¹⁴⁾と作製した実験装置を対応させながらスケールダウンさせることができた(図7)。このことから、作製した実験装置の各部分におけるそれぞれの装置の役割を考えることができ、生徒には還流の原理やその操作を行う意味などを考えさせることができるのではないかと考える。

実験装置をスケールダウンすることにより、装置自体を組み立てる時間もかなり短縮することができた。一般的な実験装置を組み立てるには、慣れていても10分、慣れていない生徒ならば20分以上かかってしまうことが考えられる。それゆえ、大学の基礎課程までは教員側が実験装置を組み立て、学生・生徒は実験を行うだけになっていた。しかし、本稿で作製した実験装置なら生徒でも5分程度

●通常スケールの実験装置

図 7. 教科書で一般的な還流装置¹⁴⁾とモジュール化した還流装置の対比図

で組み立てることができ、教員側の準備の負担も少なく済み、限られた時間内の実験でも取り入れやすくなる。また、サンプル管ビンを反応容器としたことで、試薬量の削減も行うことができ安全性の向上やにおいの軽減も少なからず実現できたと考える。また、加熱時に対流によって混ざることによって反応液を攪拌する手間が省けることも大きい。

5. スモールスケール化した有機合成実験の活用

作製した実験器具によりスモールスケール化を行った有機合成実験の活用を目的として、京都教育大学と京都教育大学大学院の授業で授業実践を行った。実験後のアンケート結果について、同様な意見についてはまとめた形にして報告する。

5・1 授業実践

実験は第3章で示した実験操作の手順で行った。実験後、スモールスケール化を行った実験について操作性や観察のしやすさ、高校生で可能か等のアンケート取った。

(1) 有機・生物化学実験での授業実践

【日時】2014年6月26日(木) 3, 4限目

【対象】京都教育大学 理科領域専攻 2, 3回生 5名

(2) 理科教育実践演習での授業実践

【日時】2014年7月27日(日) 2限目

【対象】京都教育大学大学院 理科教育専修 1回生 5名

保健体育専修 3回生 1名

科目等履修生 1名 合計 7名

〈アンケートの内容と結果〉

質問①：今回行った実験全体を通して、実験操作についてどう思いましたか。また、その理由についても書いてください。

- ・攪拌がやりやすい。観察がしやすい。液が少ないので加えた瞬間から反応が観察できる。
- ・簡単な操作が多く、試薬も複雑な調製などが必要ないから。
- ・小さくてやりやすかったが、ビンの口が小さかったのでちょっとやりにくかった。
- ・全体的に難なく操作を行うことができた。サンプル管ビンのフタが開けにくいものがあったのが唯一の難点であった。
- ・基本的に加えていく操作だけだったのですごく簡単でした。

質問②：今回の実験で、サンプル管ビンを反応容器としたことで実験操作や観察はどうでしたか。また、その理由も書いてください。

- ・小さくて、ふたができて攪拌、観察がしやすかった。
- ・自立するので扱いやすかった。還流装置も簡単なのにしっかり戻ってきていた。
- ・観察しやすく扱いやすかった。

- ・サンプル管立てによってちょっと見えにくかった。
- ・安定していてよかったと思う。観察しやすい大きさだと思う。
- ・フタができるので安全に多角的に観察ができるので、他の実験にも応用できると思う。
- ・安全に進められたから。薬品が少量で扱いやすい。

質問③：サンプル管ビン安定させるために、自作サンプル管ビン立てを用いて行った実験操作についてどう思いましたか。その理由についても書いてください。

- ・攪拌がしやすかった。
- ・ビン立ては非常に安定しやすく、簡単に作ることができそうで使いやすかった。
- ・すごいアイデアだと思った。絶対にこけないかなと思った。
- ・液体がこぼれる心配がずいぶん少なくなり安心だと感じた。安定していてよかった。
- ・転倒させない工夫として素晴らしいと思った。ビン立ても簡単に作れそう。
- ・使いやすくていい。ビン立てに立てたまま持ち運びができるようにしたら薬品が手につく可能性が低くなるかと思う。
- ・簡単に立てられて、安定しているから、すごく安心して実験ができた。

質問④：今回行った実験を高校生でも上手に行うことができると思いますか。また、その理由も書いてください。

- ・攪拌や後処理などが簡単だから。
- ・操作が簡単だったし、個数も用意できると思ったから。
- ・準備や片付けがしやすい。また観察しやすく、混ぜやすいため。
- ・簡単な操作なので高校生でもできると思う。個人実験でも全く問題ないと思った。
- ・特に問題はないと思う。試薬をどのように配るかがポイントかと思う。
- ・実際には、知識と実験内容を結びつけて行うことになるので感動が伴うものになる。
- ・皮膚に試薬がつくことなく、安全。一人1セットで実験を行うことができ、操作も難しくないから。

質問⑤：サンプル管ビンを用いたスマールスケール有機化学実験を体験してみて感じた、良かったところや悪かったところ、また、改善点などがあれば自由に書いてください。

- ・小さいサイズで簡単に実験が行えるのでいい。有機の合成実験ができるのがいい。
- ・簡単な器具を使っているので実験しやすかった。試薬を取る箇所が複数あれば、人数が増えてもスムーズに進められるのではないかと考えた。冷却にキムワイプを使ったのは準備が簡単そうで良かった。
- ・サンプル管ビンは攪拌の安全性や簡易性があることや、観察もしやすく大変良いと思った。ビンのフタがかたく、開けにくいものがあり、回して開けるものの方が良いかと思った。
- ・思った以上に手軽な操作ばかりだったので、ぜひ実践してみたいと思った。簡単な分、今何をやっているのか、どんな反応が起こっているのかについて整理させたり考えさせたりした方がいのかと思った。
- ・フタを閉めてあらゆる角度からビンの中を観察できるのでいいと思う。
- ・操作も簡単で観察にも支障がなかったので実験教材として効果が高いと思われる。
- ・実験装置が大きくないので、机上でメモを取りながら観察しやすいと思った。

- ・フタがあり、安定しているので安全性が高いと感じた。薬品が少なくてもできるところが良いと思う。

質問⑥：「実験 1. 脂肪酸エステル合成」を行って、実験操作や結果の観察についてどう思いましたか。

- ・蒸留が簡単にできること、対流によって攪拌する必要がないところがすばらしい。
- ・バーナーを使わず、ホットプレートを使うのは安全で簡単だと思った。2 種類の溶液の分かれ目もしっかりと確認できた。水にぬらしたキムワイプをガラス管に巻きつける作業を自分で行うことで還流の意味や原理を自分で考えて理解することができる。
- ・においの変化はわかりやすかった。
- ・液量が多いとにおいが必要以上にしすぎるので、今回の量で適当だと感じた。
- ・2 層に分かれるのが観察しやすい。
- ・手順が簡単でわかりやすく身近なものに感じた。危険も少なくいいなと思った。

アンケートの結果、サンプル管ビンに反応容器として用いたことで、攪拌や観察が行いやすくなったという意見が多くでた。また、作製したサンプル管ビン立てを用いることで、サンプル管ビンが倒れることなく安定して実験を行っていた。

質問④に関して、実験を行った全員が、操作や後処理が簡単になったこと、観察が行いやすかったことなどから、高校生でもスモールスケール有機合成実験をうまく行うことができると思うと回答した。

6. 結論

実験で用いる反応容器をサンプル管ビンにすることで、実験器具のスモールスケール化を行った。サンプル管ビンは底が平らになっていて自立するので、実験中や観察をする際、基本的に特別な指示台の必要がなく、試験管を用いて実験操作や観察を行うよりも行いやすくなった。しかし、サンプル管ビンは小さく、手が当たってしまえば倒れてしまうこともあるので、簡易的なサンプル管ビン立てを作製した。これにサンプル管ビンを立てることにより、サンプル管ビンが倒れることはなくなり、安定して実験を行うことができるようになった。また、スモールスケール化した実験で反応させる試薬の量を、反応容器であるサンプル管ビンの容量に合わせることで、教科書掲載の実験^{7, 9~13)}の試薬量に比べて約 1/2 の量に削減することができた。

サンプル管ビンは、本来は試料を保存しておく保存容器である。本研究ではそのサンプル管ビンに反応容器としているが、これまで数十回、加熱や冷却といった操作を伴う実験を行ってきても破損することなく扱っている。このことから、サンプル管ビンは十分に反応容器として扱うことができることがわかった。

参考文献

- 1) 文部科学省『高等学校学習指導要領解説 理科編・数理編』実教出版, 2010.
- 2) 卷本彰一, 藤田義人「高等学校化学における有機化学実験実施状況アンケート調査」『京都教育大学紀要』, 132, 2018, pp. 91-103.
- 3) 芝原寛泰・佐藤美子 共著『マイクロスケール実験ー環境にやさしい理科実験ー』オーム社, 2011, p. 3.
- 4) Dana W. Mayo ら『Micro Organic Laboratory with Multistep and Multiscale Syntheses, FIFTH EDITION』John Wiley & sons, Inc. 2010, pp. 23-27.
- 5) 本間順, 「探究心を育む化学教育ー有機マイクロスケール実験ー」, 北海道高等学校教育研究会, 研究紀要, 第 49 号, 2011, pp. 1-4.
- 6) 井上尚人ら『改訂 2 版 基礎実験有機化学』丸善, 1994, p. 10.
- 7) 齋藤烈ら『化学』啓林館, 2013, p. 312.
- 8) Lide, D.R. ed., "CRC Handbook of Chemistry and Physics, 86th Edition", 2006.
- 9) 井口洋夫ら『新版化学』実教出版, 2013, p. 243.
- 10) 井口洋夫ら『化学』実教出版, 2013, p. 304.
- 11) 竹内敬人ら『化学』東京書籍, 2013, p. 391.
- 12) 竹内敬人ら『新編化学』東京書籍, 2013, p. 220.
- 13) 辰巳敬ら『化学』数研出版, 2013, p. 308.
- 14) 浜島書店編集部『ニューステージ新化学図表』浜島書店, 2013, p. 19.

