

高等学校における有機化学実験のスマールスケール化

—サンプル管ビンを反応容器とすることの有用性を探る—

二宮祐哉¹⁾, 巻本彰一²⁾

1) 京都教育大学教育学部 yn.nno.ge@gmail.com

2) 京都教育大学理学科 makimoto@kyokyo-u.ac.jp

キーワード：スマールスケール実験，ヨードホルム反応，セッケンの合成，有機化学実験

(受付：2019年2月27日)

I. はじめに

高等学校の有機化学分野においては、有機化合物の特徴や性質について理解し、日常生活や社会との関連付けが行えるように、観察や実験が推奨されている（文部科学省，2015）。しかし、授業時間等の制約もあり、高校生は教科書に記載されている多くの有機化学実験について、あまり経験していないようである（巻本・藤田，2018）。

そこで、本研究では有機化学実験を学校現場で積極的に取り入れるための手法として、サンプル管ビンを用いた反応容器とした有機化学実験のスマールスケール化に着目した。それは、スマールスケール化した有機化学実験は、実験の時間をかなり短縮できる可能性があり（巻本ほか，2019）、化学反応が連続で複数の反応からなる場合、一部分の反応をスマールスケール化するだけでも、学校現場においてより多くの実験に使える時間が捻出できると考えられるからである。

また、スマールスケール実験は少量の試薬を用いることにより反応時間だけでなく、廃液量も少ない。化学反応の後に2，3の簡単な検出反応しか行わないのに、ビーカーや試験管等で多くの生成物を作っている実験については、実験時間と廃液量を減らすことができると思われる。そのような例として、「酸素を含む有機化合物」の章での「ヨードホルム反応」と「セッケンの合成と性質」の実験がある。教科書に記載の実験であれば学校現場においてスマールスケール実験が取り入れられやすいので、『化学』（竹内ほか，2017）を参考に両者の実験をスマールスケール化することにした。それらの実験から、サンプル管ビンを用いた反応容器としたスマールスケール実験の有用性を、特に実験時間の短縮による利点から検討した。

II. 実験および結果

今回のスマールスケール実験で使用する器具は、加熱操作がしやすく攪拌効率の良い10mLサンプル管ビンを用いた。サンプル管ビンは底面が平らになっており、自立させることが可能であるので、加熱操作をホットプレートで行うこと

ができる。ホットプレートで加熱することによって揮発性の試薬への引火の可能性に留意することなく実験を行うことが可能となり、安全に実験を行うことができる。

1. ヨードホルム反応

ヨードホルム反応は、アセチル基の構造をもつケトンやアルデヒド、およびエタノールなどの $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})$ の構造をもつアルコールなどで見られる反応で、特有のにおいのある黄色のヨードホルム CHI_3 が生じる。本研究では教科書記載の実験方法では試薬の使用量が多いと考え、約 30% のスケールになるように設定してスモールスケール化を行なった。

<実験操作>

- ① 3 つのサンプル管ビン A, B, C にそれぞれ A にはエタノール 3 滴, B にはアセトン 3 滴, C には酢酸 3 滴をピペットで加え、さらにヨウ素ヨウ化カリウム水溶液を 3 滴加えて攪拌した。
- ② それぞれのサンプル管ビンに 2mol/L 水酸化ナトリウムを、ヨウ素の色が消えるまでピペットで 1 滴ずつ加えた。
- ③ 各溶液を 80 °C に設定したホットプレートで加熱し、変化の様子を観察した。

<結果>

2mol/L 水酸化ナトリウムを加えると、A の溶液では 1 滴加えると赤色の溶液になり、2 滴加えると黄色の溶液になった。3 滴でヨウ素の色が消えてわずかな沈殿を含む淡黄色の溶液となり、ヨードホルム特有の臭いが感じられた。B の溶液では 1 滴でヨウ素の色が消え黄色沈殿が生じ、ヨードホルム特有の臭いが感じられた。C の溶液では 11 滴で赤色の溶液になり、12 滴加えると黄色の溶液になり、13 滴加えると淡黄色の溶液になった。そして 15 滴加えるとヨウ素の色は消え無色透明の溶液になり、無臭だった。その後、ホットプレートで加熱すると A の溶液では約 15 秒経過すると沈殿量が増加し、ヨードホルム特有のにおいが感じられた (図 1 左)。B の溶液では変化はなく黄色沈殿がそのまま存在し、ヨードホルム特有のにおいが感じられた (図 1 中)。C の溶液では沈殿は得られず、無臭だった (図 1 右)。本実験で得られた結果は、通常スケールで得られた結果と同様だった。また、実験の所要時間は 6 分で、通常スケールでの 21 分から 15 分短縮された。

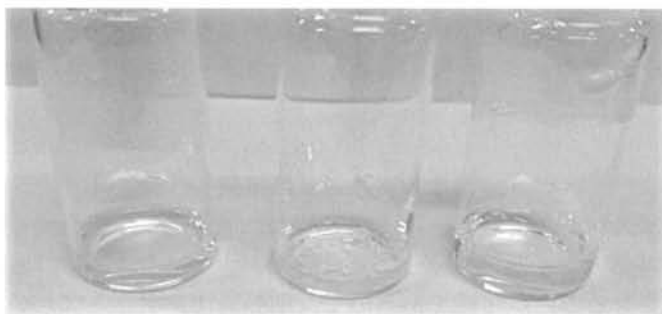


図 1 A の結果 (左), B の結果 (中), C の結果 (右)

2. セッケンの合成と性質を調べる実験

セッケンは、動物や植物の油または脂肪をアルカリ、通常は水酸化ナトリウム、と煮沸すると生成する。しかし教科書記載の実験方法では、その後の性質を調べる実験でのわずかな使用量を考えると、試薬の使用量が多すぎる。ここでは、セッケンの性質を調べる実験を「軟水と硬水によるセッケン水の比較」、「水とラー油の乳化」、「プラボートによる水の表面張力の観察」とした。それゆえ、セッケン合成量を教科書の約 20% のスケールになるように設定してスモールスケール化を行なった。

2. 1 セッケン合成

<実験操作>

- ①サンプル管ビンにヒマシ油 1.03g とエタノール 2mL と 6mol/L 水酸化ナトリウム 1mL をピペットで加え、約 100℃ に設定したホットプレートで攪拌しながら、均一な溶液になりエタノールのにおいがなくなるまで加熱した (図 2)。攪拌操作はポリプロピレン製の 10cm くらいのストローを使用するとよい。
- ②反応液を約 20mL の飽和食塩水中にあげ、ガラス棒で良くかき混ぜて固体を析出させた。②と③の操作はポリスチレン製の手袋を使用するとよい。
- ③析出させた固体を、ウェスを巻いた 100mL ビーカーに飽和食塩水ごと流し入れて濾しとってから (図 3)、飽和食塩水で十分洗った。



図 2 反応液の加熱操作



図 3 セッケンを濾す操作

<結果>

取り出した固体はわずかに黄色味があった白色で (図 4)、一部を三角フラスコに少しだけ取り、水を加えて振ると泡立ちが確認 (図 5) できたのでセッケンが合成されたと推定される。本実験で得られた結果は通常スケールでの結果と同様だった。



図 4 取り出した固体

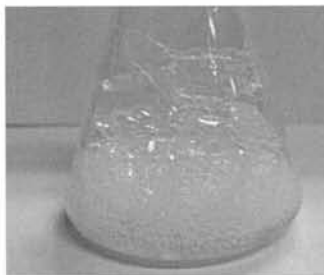


図 5 泡立ちの確認

収量は 0.61g で、収率は約 56% だった。また、実験の所要時間は 15 分で、通常スケールでの 25 分から 10 分短縮された。

2. 2 セッケンの性質を調べる実験

セッケンは、他の物質との界面で水の界面張力を減少させる界面活性の能力をもつ。セッケンを臨界ミセル濃度以上で水に溶かすと、疎水基の炭化水素基の部分の内側に向け、親水基の部分を外側に向けて集まり、ミセルというコロイド粒子をつくる。セッケンは、油に触れるとセッケンのミセルの内部に油を取り込み微粒子となり、水中に分散させる乳化作用を示す。セッケンの欠点は、脂肪酸のカルシウム塩やマグネシウム塩の溶解度が低いいため、硬水でセッケンを使用するとこれらの不溶性の塩が沈殿してセッケンの洗浄作用が得られないことである。また、酸性条件下では脂肪酸が遊離するので洗浄作用は得られない。このような特徴を持つために、セッケンの合成とセッケンの性質に関する実験を合わせて行うことが望ましいと考えられる。

2. 2-1 軟水と硬水によるセッケン水の比較

本実験では、試料作成時間を減らすために、市販されているペットボトル入りの飲料水を使用した。軟水には硬度約 20mg / L (製造者：サントリープロダクツ (株)、商品名：奥大山の天然水) と硬水には硬度 1310mg / L (輸入者：ポッカサッポロフード&ビバレッジ (株)、商品名：ゲロルシュタイナー) を使用した。

<実験操作>

- ① 二本の試験管にそれぞれ 0.2g の固体セッケンを量り入れ、軟水と硬水を 3.8mL ずつ加えて振り、セッケンを溶かしてセッケン水を作った (図 6)。
- ② 泡立った軟水のセッケン水に 1mol / L 塩酸を 10 滴加えて観察した (図 7)。
- ③ 観察後、1mol / L 水酸化ナトリウムを 10 滴加えて観察した (図 8)。

<結果>

試験管を振ると、軟水のセッケン水はよく泡立ったが (図 6 左)、硬水のセッケン水は白色沈殿が生じてあまり泡立たなかった (図 6 右)。その後、軟水のセッケン水

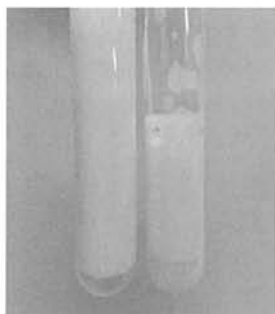


図 6 操作①の結果
(軟水：左、硬水：右)

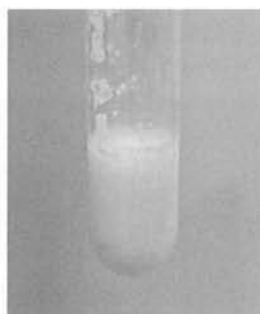


図 7 操作②の結果

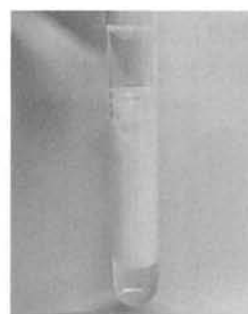


図 8 操作③の結果

が泡立った状態で 1mol/L 塩酸を 10 滴加えると、泡は音を立てて消滅し、白色沈殿が生じた (図 7)。そこに、 1mol/L 水酸化ナトリウムを 10 滴加えると、白色沈殿はなくなって溶液は透明となり、試験管を振ると再び泡立つようになった (図 8)。

2. 2-2 水とラー油の乳化

水と油が含まれた液にセッケン水を垂らすと、セッケン分子が油を取り囲んで乳化が起こる。乳化作用はセッケンがもつ界面活性剤としての 1 つの能力の現れである。

<実験操作>

- ① 4mL サンプル管ビンにピペットで水 2mL とラー油 2 滴を入れ、分離している様子を確認した (図 9)。
- ② 約 5%セッケン水をピペットで 10 滴滴下し、フタをして 4mL サンプル管ビンを振り、乳化の様子を観察した (図 10)。フタには No.1 のシリコン栓がよい。

<結果>

サンプル管ビンが小さいながら、分離している様子を明瞭に観察することができた。セッケン水を滴下し、フタをして 4mL サンプル管ビンを振ると、油は水相に分散して細かい粒となっていることが確認できた。



図 9 二層に分離した様子



図 10 乳化した様子

2. 2-3 プラボートによる水の表面張力の観察

セッケンは両親媒性であるので、水面にセッケン水を滴下すると、セッケン分子中の親水性部分は水相に、疎水性部分は気相に配置される。それゆえ、水面の界面自由エネルギーを低下させ、表面張力が低下する。プラボートとは、プラスチックを切り取って作成したボート型の物体で、ポリスチレン製のプラスチックカラーカップ (容量 200 mL) の側面を切り取り作成した (図 11)。



図 11 プラボート

<実験操作と結果>

- ① 水槽に水を張り、プラボートを浮かべた。
- ② プラボート中央の水面が露出した部分（V字形の間）に約5%セッケン水を1滴たらすと、プラボートはV字先端の方向へ向かって勢いよく進んだ。

Ⅲ. 授業実践について

セッケンの合成およびセッケンの性質を調べる実験の有用性について検討するために、京都教育大学大学院の授業において授業実践を行った。大学院生5名に上記の「2. セッケンの合成と性質を調べる実験」のsmallスケール実験をそれぞれの手順で行ってもらい、実験終了後にアンケートを取った。

【授業科目】理科教育教科内容論Ⅱ

【日 時】2019年1月22日(火) 6限目

【対 象】京都教育大学 大学院 理科教育専修1回生5名

<アンケートの結果>

質問1：今回行なった実験は、高校生にとって楽しいと思えるものだと思いますか。

（楽しいを5点、楽しくないを1点とした5段階評価）で 5点：2名、4点：3名

質問2：今回の実験ではサンプル管ビンやホットプレートなどを用いてsmallスケール化して実験を行いました。通常スケールで用いる実験器具（試験管やバーナーなど）と比較して使いやすかったですか。（使いやすいを5点、使いにくいを1点とした5段階評価）で、 5点：2名、4点：3名

質問3：今回行なった実験は、高校生に行わせる際の難易度としてどうでしたか。

（簡単を5点、難しいを1点とした5段階評価）で、 5点：2名、4点：2名、3点：1名

質問4：今回行なった実験は、高校生が行ったとしても1時間の授業時間内で済ませることが可能だと思いますか。（可能だ、わからない、不可能だの3択）で、 可能だ：3名、わからない：1名、不可能だ：1名

質問5：将来教壇に立つ際、smallスケール化された実験器具を用いて実験を行ってみたいと思いましたか。（使いたいを5点、使いたくないを1点とした5段階評価）で、 5点：1名、4点：4名

通常スケールとの比較ができなかったことや、器具の洗浄等、受講者にとって未知の事項があったために少し低い評価が得られたものもあるが、全般的に高い評価を得ることができた。本実験はsmallスケール化されていても反応の様子を十分確認することができ、動作が小さく操作が簡単で時間も短縮されている。それゆえ、高校生にとっても簡単に実験を行うことが可能で、おもしろいという評価が得られた。また、廃液の量が少なくなっており、器具も小さくなっているため片付けが楽であるという点から、将来教壇に立つ際にsmallスケール化された実験を行ってみたいと感じたようだ。そして、50分の授業時間内でセッケンの合成と性質を調べる実験を行うこと

ができた。スモールスケール化により使用する試薬の量が少なく、器具による実験を行うスペースの占有面積も小さくなるため、4人で1グループではなく1～2人で実験が行え、学習者に高い学習効果を生み出すことが可能となる。これらの結果から、セッケンの合成およびセッケンの性質を調べる実験のスモールスケール化の有用性が示されていると考える。

IV. まとめ

サンプル管ビンを反応容器として、ヨードホルム反応とセッケンの合成実験をスモールスケール化した。

ヨードホルム反応の実験では、通常スケールと比較して約30%のスケールでスモールスケール化を行なった。加熱操作を温水からホットプレートでの加熱に変更したことや、試薬の滴下量の減少により、通常スケールでは21分かかった実験時間を6分にでき、15分短縮された。スモールスケールでの結果は通常スケールでの結果と同様であり、また、安全性の向上、廃液の量の削減、不快なにおいの低減から、この実験のスモールスケール化が有用であるということがわかった。

セッケンの合成実験では、通常スケールと比較して約20%のスケールでスモールスケール化を行ない、加熱操作をホットプレートでの加熱に変更したことで、通常スケールでは25分かかった実験時間を15分にでき、10分短縮された。スモールスケールで得られた結果は通常スケールでの結果と同様であり、また、安全性の向上、廃液量の削減から、この実験のスモールスケール化は有用であった。また、セッケンの性質を調べる実験と合わせて授業実践を行い、セッケンの合成実験の時間短縮により50分の授業時間内で両者の実験が行える可能性があることがわかった。

スモールスケールでは反応溶液が極少量となるので、攪拌効率が非常によいことや、試薬の滴下量が少ないことや、反応熱の制御がしやすい（体積に比べて表面積が大きく反応熱が逃げやすい。それゆえ、生徒が間違っても一度に加えても安全である）等の利点があり、それらの利点が実験操作の短縮につながっている。それゆえ、加熱操作が含まれる実験や、試薬を滴下することが多い実験であれば、一部分をスモールスケール化することでも、実験時間の短縮につながるの、学校現場においてより実験が行われやすくなると考えられる。

文献

- 竹内敬人ほか 17名 2017. 化学. 東京書籍, p.332, 392.
- 巻本彰一・藤田義人 2018. 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, 91-103.
- 巻本彰一・長谷川晋也・藤田義人 2019. 有機化学実験のスモールスケール化Ⅲーサンプル管ビンを反応容器としたニトロベンゼンとアニリン合成ー. 京都教育大学紀要, 134, 1-12.
- 文部科学省 2015. 高等学校学習指導要領. 東山書房, p.75.