

教室内実験を志向した教育用環境調和型フローインジェクション

化学反応システムの試作

日大生産工(院) ○田村 優気 日大生産工 伊東 良晴, 中釜 達朗

1. まえがき

化学教育において、理論の習得や知識の応用を行う際には単に紙面上での理解にとどまらず実際の現象と結び付けた理解が求められる。しかしながら、ビーカーなどを用いた教室内での開放系実験は履修生や講義者の健康面が懸念され、かつ理論と結び付ける定量的な測定が困難である。そのため、実験を実験室にて行い、考察やグループディスカッションは教室で行うような対応が必要な場合がある¹⁾。そこで、本研究では閉鎖系での実験が可能なフローインジェクション分析 (FIA) システム²⁾に着目し、化学反応による呈色、蛍光あるいは発光現象とスペクトルの同時観察が可能な教育用環境調和型FIA化学反応システムを試作した。

2. システム構成

教室内実験を考慮したシステムには安全性及び可搬性が求められる。通常の FIA では流通させた反応溶液中に試料溶液を注入し、下流の混合・反応セルで反応させることが多い。本研究では安全性を考慮し、流通させた水中に試料溶液を反応溶液でサンドイッチさせた状態で導入 (サンドイッチ導入) し、下流で混合・反応させるシステムを考案した。

2個の HPLC 用サンプルインジェクターを用いたサンドイッチ導入システムの概念図を Fig. 1 に示す。まず、流通させている水の本流を切り離し (図中(0))、切り離した部分の中央部を反応溶液と置換する (同(1))。さらに、反応溶液の中央部を試料溶液と置換する (同(2))。流路を戻した後 (同(3))、本流と結合させる (同(4)) ことにより、試料溶液を反応溶液でサンドイッチした状態で混合・反応セルへと移動させる。この方法により、反応溶液の使用量を mL から μL オーダーにすることができる。

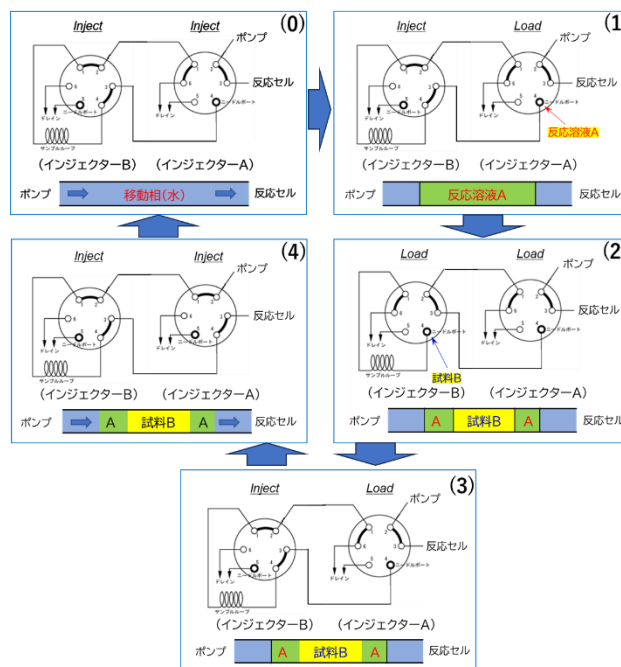


Fig.1 サンドイッチ導入システムの概念図

Fig.2 に化学反応システム全体の外観を示す。

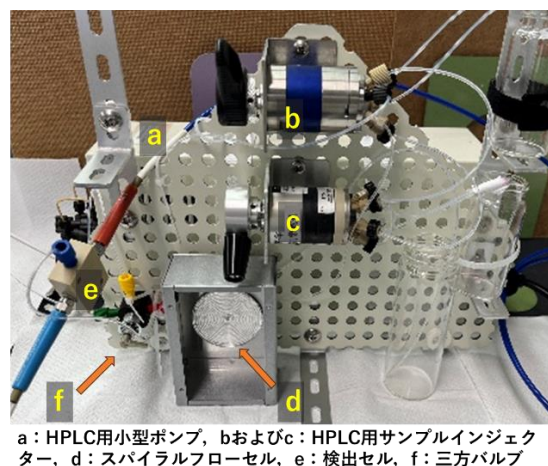


Fig.2 FIA 化学反応システム全体の外観

本システムは水を送液するための HPLC 用小型ポンプ (図中(a))、サンドイッチ導入を可

Preparation of a prototype environmentally friendly flow-injection chemical reaction system for educational use, especially for classroom experiments
Yuki TAMURA, Yoshiharu ITO and Tatsuro NAKAGAMA

能にする2個のHPLC用サンプルインジェクター(同(b)および(c)),混合・反応観察用スパイラルフローセル(PVC製,外径1.6 mm,内径1.0 mm,長さ80 cm,同(d)),スペクトル測定のための検出セル(同(e)),光源およびCCD分光器,水を循環・排出させるための三方バルブ(同(f))から構成した。サンドイッチ導入部(Fig.1)のサンプルループおよびシステム内の各構成要素の結合には透明なPFAチューブ(外径1/16インチ,内径0.5 mm)を用いた。サンドイッチ導入部における試料溶液および反応溶液導入量は20 μ Lおよび80 μ Lとした。

3. 実験・結果および考察

3.1 サンドイッチ導入部の機能確認

サンドイッチ導入部がFig.1の機能を有するかを確認するために,色の異なる色素(Acid Red 52 (AR52, 赤)とAcid Blue 9 (AB9, 青))水溶液を試料溶液および反応溶液として検討した。色素を用いることにより,目視および吸光度変化で流通部における試料溶液と反応溶液の存在が確認できる。検討にはFIA化学反応システム(Fig.2)からスパイラルフローセルを取り外し,インジェクターと検出セルを直結したシステムを用いた。色素濃度を各 1×10^{-5} M,流通させる水の流量を1.0 mL/minとして系内に2種類の色素水溶液をサンドイッチ導入したとき,サンドイッチ導入部の下流で目視によりAB9, AR52, AB9の順に接触面で混合しつつ移動していることを確認した。気泡の混入も確認されなかったことから,試作したサンドイッチ導入部は反応溶液,試料溶液,反応溶液の順でプラグ状に導入できると判断した。同時に検出セルで吸光度測定を行ったが,濃度が高すぎたために吸光度変化が不鮮明であり,現在,検討中である。

3.2 スパイラルフローセルの機能確認

スパイラルフローセルは試料溶液と反応溶液の混合を促進させるとともに,反応の様子を目視で観察できる機能を期待している。

3.1の検討で使用したシステムにスパイラルフローセルを取り付けたシステム(Fig.2)を用いて,3.1と同じ2種類の色素水溶液を試料溶液および反応溶液として検討した。色素濃度を各 1×10^{-5} M,流通させる水の流量を1.0 mL/minとして系内に2種類の色素水溶液をサンドイッチ導入したとき,フローセルを試料溶液と反応溶液が通過するとき紫色になって

いることを目視で確認した。同時に検出セルで吸光度測定を行ったが,濃度が高すぎたために吸光度変化が不鮮明であり,現在,検討中である。

3.3 化学発光反応への適用

市販の化学発光反応キット(「化学のヒカリ水」,(株)ルミカ製)を用いて本化学反応システムにより化学発光反応が観察できるかを試みた。市販のキットには過酸化水素,サリチル酸塩,アルコールをエステル系溶剤で溶かした酸化液と,蛍光色素,シュウ酸エステルをエステル系溶剤で溶かした蛍光液の2種類が封入されている。

本システムにおいて流通させる水の流量を1.0 mL/minとし,試料溶液として蛍光液,反応溶液として酸化液をサンドイッチ導入したところ,スパイラルフローセルで化学発光が目視で観察された。流通液としてエタノールを使用したときも同様の結果を得た。この結果から,本システムを用いて化学反応を再現できることを示唆した。

4. まとめ

教育用環境調和型フローインジェクション化学反応システムを試作し,構成要素(サンドイッチ導入部,スパイラルフローセル)の機能評価および化学発光反応への適用を行った。その結果,本システムは微量の反応溶液や試料溶液を用いて化学反応を再現できることを示唆した。

今回の検討では,フローセル内で化学発光反応が終了し,下流の検出セルでの発光スペクトルの取得までには至らなかった。フローセル長を短くし,流通液流量を大きくしたり,反応速度を遅くしたりするなどして検出セル到達時まで反応を継続させることができれば,スペクトルの取得も可能となると考える。化学反応現象の直接観察とスペクトル取得による定性的かつ定量的な議論が可能となれば,学生や生徒の化学に対する興味や理解を深められることが期待される。

なお,本研究の一部はJSPS科研費19K03152の助成を受けて実施した。

参考文献:1) T. C. Celius, R. C. Peterson, A. M. A.-Wile and M. K.-Thayer, *J. Chem. Educ.*, 95, 2008, pp.1626–1630. 2) 小熊, 本水, 酒井:役に立つフローインジェクション分析, 医学評論社, 2009, p.179.