

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 5 年 6 月 2 日現在

機関番号：32665

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2019～2022

課題番号：19K03152

研究課題名（和文）単機能ユニットの組み合わせで化学現象を再現するマルチ実験システムの開発と授業実践

研究課題名（英文）Development of a multi-experimental system for reproducing chemical phenomena by combining single-function units and its classroom practice

研究代表者

中釜 達朗（NAKAGAMA, Tatsuro）

日本大学・生産工学部・教授

研究者番号：50244421

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,200,000円

研究成果の概要（和文）：本研究では、単機能ユニットの組み合わせによって多様な化学現象を再現できるマルチ実験システムを開発することを目的とした。具体的には、モデル試料として色素を使用し、抽出挙動と吸光度変化を同時連続観察できる抽出実験システム、クロマトグラフィーにおける分離挙動とクロマトグラムを同時連続観察できるクロマトグラフィー実験システムを構築した。この2つの実験システムは単機能ユニットの一部を交換することにより相互に構築できる。2つの実験システムとも抽出あるいはクロマトグラムを学生に説明する場面で使用した。学生へのアンケート結果から、2つの実験システムとも現象と理論を関連付けるのに有用であることがわかった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

自然科学とは自然現象を対象として取り扱い、そのうちに見いだされる普遍的な法則性を探究する学問である。特に、化学は元素記号に代表されるように高度に記号化した学問である。したがって、理論を修得したり、理論を基に社会的要求に沿った新規材料や方法を創製したりする場合には化学現象を観察して現実的なイメージを持つことが重要である。本研究にて開発したマルチ実験システムは理論学修の場である教室内での実験を志向している。また、単機能ユニットの交換により複数の化学現象を再現でき、かつ現象と理論との関連づけを促進できる。今後、授業内で効果的に使用することによって化学教育の充実や発展に資することが期待される。

研究成果の概要（英文）：The objective of this study was to develop a multi-experimental system that can reproduce various chemical phenomena by combining single-function units. Specifically, using dyes as model samples, we constructed an extraction experimental system that enables simultaneous and continuous observation of extraction behavior and changes in absorbance, and a chromatography experimental system that enables simultaneous and continuous observation of separation behavior and chromatograms in chromatography. These two experimental systems were able to be built on each other by exchanging some of the single-function units. Both systems were used to explain extraction and chromatography to students. The results of the student questionnaire showed that both experimental systems were useful in relating phenomena to theory.

研究分野：分析化学，化学教育

キーワード：化学教育 マルチ実験システム 教室内実験 抽出 クロマトグラフィー 授業実践

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

自然科学とは自然現象を対象として取り扱い、そのうちに見いだされる普遍的な法則性を探究する学問である。特に、化学は元素記号に代表されるように高度に記号化した学問である。したがって、理論を修得したり、理論を基に社会的要求に沿った新規材料や方法を創製したりする場合には化学現象を観察して現実的なイメージを持つことが重要である。しかしながら、高等学校などで化学現象を観察する機会のないまま化学系学科に進学する学生も少なくない。例えば、抽出、クロマトグラフィーあるいは化学反応に関する演示実験は、可視化できる色素を利用した例が数多く報告されている。しかしながら、開放型のガラス器具により酸や有機溶媒などを使用している例が多い。また、実験ごとに必要な器具が異なり、準備しても特定分野の実験でしか使用できない。

### 2. 研究の目的

本研究では、単機能ユニットの組み合わせにより、多様な化学現象を再現できるマルチ実験パッケージを開発する。本研究では、このパッケージを使用して抽出やクロマトグラフィー現象、化学反応などを再現できる実験システムを構築し、現象発現を実証する。本研究課題における独自性および創造性のポイントは、教室内での実験を想定して可搬性、安全性に配慮していること、1つのパッケージで多様な実験が可能などところにある。実証後、ユニットやシステムの見直しを行ってパッケージの充実を図る。さらに、構築した実験システムにより教室内で仮説実験授業の要素を取り入れたアクティブラーニングを試行する。試行後、その教育効果を検証して、より理解度を深める授業方法にブラッシュアップする。

### 3. 研究の方法

#### (1)抽出実験システムの構築

ごく微量の抽出溶媒で目的が達成される単一液滴抽出に着目し、抽出系外に液滴を取り出さずに系内での抽出挙動と吸光度変化を同時かつ連続的に観察できる実験システムを構築した。目的を達成するために抽出時は試料溶液の流れの中で液滴を保持でき、かつ液滴の吸光度測定時には流れにより液滴を検出部に移動できるリング状抽出セルを考案した。

実験システムは試料溶液を循環させるための液体クロマトグラフィー(LC)用小型ポンプ、液滴導入部を備えたリング状抽出セル、吸光検出用フローセル、光源、小型 CCD 分光器、USB カメラおよびノート PC で構成した。抽出セルはガラス製の直管(内径 3 mm、長さ 38 cm)を使用し、中心部が直径 5 cm のリング状になるように加工した。液滴導入部は L 字型の径違いジョイントを穿孔してシリンジ製セプタムを上部にはめ込むことにより作製し、抽出セルと直結した。ポンプと液滴導入部は内径 2.0 mm、抽出セルと検出セルは内径 1.0 mm のテフロンチューブでそれぞれ接続した。液滴用有機溶媒はマイクロシリンジを用いてセプタム上部より導入した。抽出時は抽出セルを下向きに設置して液滴を抽出セル底部に滞留させ、液滴の吸光度を測定する際には抽出セルを上下反転させて液滴を検出セルに移動させた。USB カメラは抽出セル内の液滴が撮影できる位置に設置した。モデル試料に色素を用い、抽出セル内の液滴の映像と検出セルにおける吸収スペクトルあるいは吸光度変化を PC やスクリーンなどの同一画面上に表示した。この表示により、抽出挙動と試料溶液の吸光度変化、あるいは液滴の吸光度を同時に連続観察することができる。吸光度は CCD 検出器の全測定波長において設定時間ごとにデータとして記録できるため、測定後に Excel などでも目的に応じてデータを再出力することも可能である。

#### (2)クロマトグラフィー実験システムの構築

(1)の実験システムにおいて使用した液滴導入部を備えたリング状抽出セルをサンプルインジェクターと透明ガラスカラム(内径 5 mm、長さ 150 mm)に交換することにより、液体クロマトグラフィー(LC)実験システムを構築した。この実験システムはクロマトグラフィーにおける分離挙動と吸光度変化であるクロマトグラムを同時かつ連続的に観察できる。ガラスカラムは球状のオクタデシルシリル化シリカゲル(粒径: 10  $\mu\text{m}$ )を充填することにより調製した。このカラムは肉厚なためにカラム壁面が拡大レンズの役割を果たし、観察時はカラム内部が約 2 倍に拡大される。送液系において構成部の接続には透明な PFA チューブを用い、溶質の移動が確認できるようにした。USB カメラはカラム全体が撮影できる位置に設置した。モデル試料に色素を用い、カラムの映像と検出セルにおける吸収スペクトルあるいは吸光度変化を PC やスクリーンなどの同一画面上に表示した。この表示により、カラム内の溶質移動と吸光度変化(クロマトグラム)を同時に連続観察することができる。

(1)および(2)のシステムとも A4 サイズのスペースに設置できる。また、(1)および(2)のシステムを構築するための総単位ユニットはノート PC を含めて 10kg 程度であり、B4 サイズのケースに収納して持ち運びできる。それぞれのシステムについて実験条件を至適化した後、抽出・分離特性および教育効果をそれぞれ検証した。

#### 4. 研究成果

##### (1)抽出実験システムの抽出特性と教育効果の検証

モデル試料として食品用色素である赤色 106 号 (アシッドレッド 52), 抽出溶媒 (液滴) として 2,2,3,3,4,4,5,5-オクタフルオロ-1-ペンタノールを用いた。液滴量を 45 $\mu$ L としたとき, 液滴の吸光度を安定に測定することが可能であった。本実験システムを用いて吸収スペクトルを測定したところ, モデル試料の水溶液および液滴中における最大吸収波長はそれぞれ 565.0 nm および 558.5 nm であった。1.0  $\mu$ M モデル試料水溶液を 1.0 mL/min の流量で循環させながら液滴を導入して 30 分間抽出したとき, 抽出時間の経過とともに抽出セル底部の液滴が赤色に呈色するとともに, 試料水溶液の吸光度が低下することを確認できた。抽出後に液滴を抽出セルから検出セルに移動させたとき, 吸光度が急激に増加した。この増加はモデル試料を抽出した液滴が検出セルを通過したことに起因しており, モデル試料が液滴に抽出濃縮されていることを示す。水中および液滴中のモデル試料濃度と本実験システムにおいて測定した吸光度は良好な直線性を示し, ランベルト・ベールの法則に従うことを確認した。さらに, 抽出時における試料水溶液の吸光度の低下から算出したモデル試料の物質質量と, 抽出後に測定した液滴の吸光度から算出したモデル試料の物質質量は同等の値となった。この結果から, 本実験システムを用いて抽出における物質収支の定量的議論が可能であることを示唆した。

本実験システムの PC 画面に表示された液滴の映像と検出セルにおける吸光度変化を録画した動画を用いて, 前年度に該当科目の授業を受講した学生 (39 名) に対して抽出に関する解説を行った。解説後にアンケート調査を行った結果, 9 割以上の学生が抽出のイメージを持つのに役立ったと回答した。また, 抽出挙動と理論を関連づけるのに効果的な使用のタイミングを質問したところ, 授業で抽出率や分配係数の定義を説明する直前が比較的多かった。以上の結果から, 本実験システムは理論を説明する直前に使用することにより, 抽出現象と理論の関連づけを促進する教材として有効であることが示唆された。

##### (2)クロマトグラフィー実験システムの分離特性と教育効果の検証

モデル試料には比較的 LC 分離が容易であり, 視覚認識しやすいように色が異なるインジゴカルミン (IC), アシッドグリーン 9 (AG9), ローダミン B (RB) およびクリスタルバイオレット (CV) を用いた。移動相はエタノールと水の混合溶液 (1:1, v/v) に臭化テトラブチルアンモニウムを添加した溶液を使用した。各モデル試料の移動相水溶液を試料溶液とし, 本実験システムを用いて各モデル試料の吸収スペクトルを測定した。その結果, 各色素の色に応じた最大吸収波長を有する吸収スペクトルが測定できることを確認した。LC 測定における検出波長はモデル試料すべてが検出できる 580 nm とした。この移動相条件下では IC は保持しなかったので保持係数 ( $k$ ) 算出時のホールドアップ試料とした。このとき, 各色素の  $k$  は 1/3 (AG9), 1 (CV) および 3 (RB) となった。一方, カラム内のモデル試料の動きを PC 画面上で観察した結果, IC がカラム出口に到達したときに AG9 がカラム出口から 1:3 (1/3:1) の位置に, CV が 1:1 の位置 (カラム中央) に, RB が 3:1 の位置にそれぞれ確認できた。したがって, ホールドアップ試料がカラム出口に到達したとき, カラム内の溶質は出口から  $k:1$  の位置にあることが視覚的に説明できることがわかった。一方, PC 画面上に表示されたクロマトグラムの IC と他のモデル試料の各溶出時間からそれぞれの  $k$  が算出できた。距離情報であるカラム内のモデル試料の間隔と, 時間情報であるクロマトグラムにおけるモデル試料のピーク間隔が異なることも視覚的に確認できた。また, 移動相中のエタノールの混合比を高くすると各モデル試料のカラム内での移動が速くなり, クロマトグラム上の各色素の分離が悪くなること, 充填剤粒径を大きくするとカラム内での移動や溶出時間は変わらないが, カラム内でのモデル試料のゾーン幅が広くなり, クロマトグラム上のピーク幅も広くなることなどが同時観察できることを確認した。

本実験システムの PC 画面に表示されたカラムの映像とクロマトグラムを録画した動画を用いて, 該当科目の授業を受講した学生 (15 名) に対してクロマトグラフィーに関するアクティブラーニングと解説を行った。解説後にアンケート調査を行った結果, すべての学生がカラム内での溶質の動きとクロマトグラムとの関係をイメージするのに役立ったと回答した。また, 保持・分離挙動と理論を関連づけるのに効果的な使用のタイミングを質問したところ, 保持・分離パラメータの定義を説明する直前が最も多かった。以上の結果から, 本実験システムは理論を説明する直前に使用することにより, クロマトグラフィーにおける現象と理論の関連づけを促進する教材として有効であることが示唆された。

現在, 一部の部品を交換して化学反応を再現できるフローインジェクション実験システムを構築, 実証中である。以上の結果から, 本研究において開発したマルチ実験システムは単機能ユニットの交換により複数の化学現象を再現でき, かつ現象と理論との関連づけを促進できることを示した。今後, 授業内での効果的な使用方法を検討することにより, 化学教育の充実や新規授業法の開発などに資することが期待される。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 尾迫友音, 伊東良晴, 南澤宏明, 中釜達朗	4. 巻 71(3)
2. 論文標題 抽出挙動と吸光度変化の同時連続観察が可能な教育用フロー単一液滴抽出装置の試作	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 工学教育	6. 最初と最後の頁 14-19
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 中釜達朗	4. 巻 68(2)
2. 論文標題 物質移動と物質収支を視覚化した段理論学習用簡易シミュレーション教材の試作	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 工学教育	6. 最初と最後の頁 33-39
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計14件（うち招待講演 2件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 高麗翔太, 大南樹生, 伊東良晴, 中釜達朗
2. 発表標題 分離挙動とクロマトグラムの観察が可能な 可搬型液体クロマトグラフの試作
3. 学会等名 工学教育研究講演会第71回年次大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 尾迫友音, 伊東良晴, 南澤宏明, 中釜達朗
2. 発表標題 抽出挙動の観察と抽出過程での吸光度測定が可能な教育用単一液滴抽出装置の試作
3. 学会等名 工学教育研究講演会第70回年次大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 尾迫友音, 伊東良晴, 南澤宏明, 中釜達朗
2. 発表標題 リング状フローセルを用いた水溶性化合物の単一液滴マイクロ抽出
3. 学会等名 日本分析化学会第71年会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 中釜達朗
2. 発表標題 化学技術者教育を志向した分析システムの開発
3. 学会等名 日本分析化学会有機微量分析研究懇談会・計測自動制御学会化学量計測部会第40回合同シンポジウム（招待講演）
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 中釜達朗
2. 発表標題 学修支援が必要な化学系工学生のための教材と授業の開発
3. 学会等名 2019年度工学教育研究講演会第67回年次大会（招待講演）
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8 . 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------