

マイクロスケール実験による メチルオレンジの合成

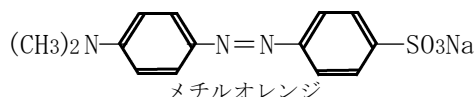
小原 伸彦

高校化学の有機化合物の単元においては、様々な化合物の性質や合成法について学ぶ。アゾ化合物になると生徒にとって理解が難しく、さらにその合成を体験する機会も少ない。本稿では、マイクロスケールでのメチルオレンジ合成を生徒実験として実施し、その結果について報告する。

【キーワード】 メチルオレンジ アゾ化合物の合成 マイクロスケール実験

はじめに

メチルオレンジは、スルファニル酸とジメチルアニリンから生じるアゾ化合物で、pHにより変色（変色域：pH3.1～4.4、塩基性で橙黄色、酸性で赤色）するため、指示薬に用いられる。



高校化学では、代表的な酸塩基指示薬として酸と塩基の単元で扱われ、さらに有機化合物の単元ではアゾ化合物の例として扱われる。アゾ化合物は、構造が複雑であることと日常生活との関連を感じにくいことから、生徒にとって理解が難しい。しかし、メチルオレンジは酸塩基指示薬として馴染みがあるので、その合成を体験させた。

今回の生徒実験は、化学Ⅱの生活と物質（染料）を学習した後の3年生を対象とした。また、実験をマイクロスケールで行うことにより、各自が操作し観察することを通して、ジアゾ化、カップリング反応を理解することを目的とした。

1 実験の内容

【準備】

【器具】試験管（2本）、ガラス棒、プラスチックカップ、スクリー管（10mL）、プチボトル

【薬品】

使用する薬品は、プチボトルおよびスクリー管に入れた。（図1）



図1 プチボトル

表 薬品の一覧

スクリー管	スルファニル酸 約0.03 g 薬さじ(小)すり切り 1 杯
プチボトルA	3 %炭酸ナトリウム水溶液
プチボトルB	約1.7 %亜硝酸ナトリウム水溶液
プチボトルC	6 mol/L 塩酸
プチボトルD	2 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液
プチボトルE	ジメチルアニリンと 6 mol/L 塩酸 体積比 1 : 2 混合溶液

【実験】

- (1) スルファニル酸が入っているスクリー管に、プチボトルAの3 %炭酸ナトリウム水溶液を8滴程度加えて溶解させる。
- (2) プラスチックカップに氷水を用意し、その中で(1)のスクリー管を冷却する。（図2）
- (3) (2)の冷却しているスクリー管に、プチボトルBの亜硝酸ナトリウム水溶液を2滴加える。



図2 スクリュー管の冷却

(4) プチボトルEの確認をする。

ジメチルアニリンと 6 mol/L塩酸を体積比
1 : 2 で混合した溶液である。

(5) 氷水で冷やした状態の(3)のスクリー管に、プチボトルCの 6 mol/L塩酸を 1 滴加える。白色のジアゾニウム塩が沈殿したら、直ちにプチボトルEの内容物を 3 滴加え、ガラス棒でかき混ぜながら数分間放置して、色の変化を観察する。



図3 カップリング反応

(6) (5)のスクリー管に、プチボトルDの 2 mol/L水酸化ナトリウム水溶液を 4 ~ 5 滴加え、中の物質をオレンジ色に変化させる。

(7) 合成された物質をガラス棒で 2 本の試験管にそれぞれ少量とり、水を数mL加えて溶かす。一方の試験管に、プチボトルCの 6 mol/L塩酸を 1 ~ 2 滴加えて色の変化を観察する。さらに、元の色に戻るまでプチボトルDの 2 mol/L水酸化ナトリウム水溶液を加える。塩酸と水酸化ナトリウム水溶液を交互に加え、合成された物質が酸塩基指示薬であることを確かめる。



図4 合成の結果



図5 メチルオレンジの呈色

2 整理の内容

各実験操作ごとに観察記録を指示した。

(例) ・スルファニル酸の特徴

・スルファニル酸を 3 %炭酸ナトリウム水溶液で溶解させた時の様子

実験終了後、化学反応式の確認をさせた。

教科書では、p-ヒドロキシアゾベンゼンの

合成が紹介されており、それと見比べメチルオレンジ合成の化学反応式を考えさせた。

3 授業での様子

この実験は、短時間で失敗することなく行うことができる。薬品の量が多少増減しても反応に影響することは少なく手軽に行える。メチルオレンジの合成そのものは、ゆっくり慎重に進めても10分程度であり、その後の説明および反応式の確認を行っても25分程度である。残った時間は他の実験を行うことができる。

この実験では、未反応のジメチルアニリンが臭うことがあるが、実験後反応容器としたスクリーびんに蓋をして回収すれば、教室内に臭いが漂うことはない。

以下は、生徒の主な感想である。

- ・いくつかの反応を経て1つの化合物を合成する経験ができてよかった。
- ・構造が複雑な指示薬を自分で作れたことに驚いた。
- ・反応の1つ1つを確認しながら実験を進めることができたので良かった。
- ・実験では、教科書に書いていない反応のスピードや細かい変化もわかっておもしろかった。
- ・ジアゾ化やカップリング反応についてよくわからなかったが、この実験を通してかなり理解できた。
- ・自分で作ったメチルオレンジが、赤や黄色に変化するのを見て快感だった。

以上の生徒の声からわかるように、アゾ化合物の合成について、理解が深まったようである。この実験は、マイクロスケールの長所である、「生徒個々のペースで十分な観察ができる」「試薬量を減らし安全に行える」を十分に活かした教材と言える。

おわりに

この実験にあたり、ご指導、ご助言をいただいた理科教育センター化学研究班の先生にこの場をお借りしてお礼申し上げます。

(おばら のぶひこ 北海道札幌西高等学校)