

# 化学グランプリ2024 二次選考 問題冊子

2024年8月21日(水)9:00~13:00(240分)



問題冊子は、この表紙と裏表紙およびメモ・下書き用ページを含めて32ページから構成されています。落丁や不明瞭な印刷があれば、直ぐに申し出てください。一次選考で選ばれた諸君が世界に羽ばたくためには、柔軟な思考力と実験に基づく鋭い観察力が必要です。今回の二次選考において優れた洞察力を大いに発揮してもらうことを願っています。試験開始の合図までの間、以下の手順および注意と裏表紙の実験上・解答上の注意を読んでください。

## 解答上の注意事項

1. はじめに実験の注意事項の説明を聞き、配布物の確認を行った後、実験に取りかかること。
2. 13:00に終了の合図をするので、それまでに実験とレポート(解答)を終えること。レポート冊子を提出した後、30分程度で後片付けを行う。
3. 実験操作や実験室でのマナー等、監督者の指示に従わない場合は実験室から退去させることがある。この場合、二次選考の得点は0点となる。
4. 問題冊子の表紙とレポート冊子の各ページに、参加番号と氏名を記入し、解答はすべてレポート冊子に鉛筆またはシャープペンシルを用いて記入すること。
5. 実験とレポート作成は並行して進めても構わない。制限時間内に完了できるように時間を配分すること。
6. 実験は【実験1】~【実験3】までである。番号順に取り組むことを推奨する。
7. レポート冊子を破損・汚損しても交換は行わないので注意して記入すること。
8. 問題冊子は各自持ち帰ること。レポート冊子、試薬や器具類は持ち帰ってはならない。
9. 途中で気分が悪くなった場合や、水分を補給したい場合、トイレに行きたくなった場合には、監督者に申し出ること。

参加番号

氏名

主催 「夢・化学-21」委員会、日本化学会  
共催 国立研究開発法人科学技術振興機構、高等学校文化連盟全国自然科学専門部、国立大学法人秋田大学  
後援 文部科学省、経済産業省  
協賛 株式会社大塚製薬工場、アルフレッサファインケミカル株式会社、三洋化成工業株式会社、  
東北化学薬品株式会社、DOWA ホールディングス株式会社、秋田化学技術協会  
協力 日本発明振興協会



実験に必要な器具類と試薬類 一覧

共通器具・試薬類

器具名	使用
恒温乾燥器	実験 2
局所排気ボックス ・ホットプレート ・発色液（アニリン，ジフェニルアミン，リン酸のアセトン溶液）	実験 2

器具リスト（個人用，バットに入っているもの）

器具名	数量	使用
油性マーカー	1 本	全実験共通
定規（15 cm, 30 cm）	各 1 本	全実験共通
ピンセット	1 本	全実験共通
マスキングテープ	1 本	全実験共通
1 mL ポリスポイト	12 本	実験 1, 2
200 mL ビーカー	1 個	実験 1, 2
棒状温度計（ケース入り）	1 本	実験 1, 2
温度計ホルダー	1 個	実験 1, 2
沸騰石の入ったスクリュウ管びん	1 びん	実験 1, 2
キッチンタイマー	1 台	実験 1, 2
展開槽（ふた付 150 mL ガラス瓶，展開液*が入っている）	1 個	実験 2
TLC プレート（5 cm×2.5 cm，ポリ袋入り，練習用）	1 枚	実験 2
TLC プレート（7.5 cm×4 cm，ポリ袋入り）	3 枚	実験 2
キャピラリーの入ったプラスチック容器	1 個	実験 2
使用済みキャピラリー回収容器	1 本	実験 2
鉛筆	1 本	実験 2
TLC プレート持ち運び用ケース	1 個	実験 2
TLC 保存用チャック付ポリ袋	2 枚	実験 2
ガラスシャーレ（ふたのみ）	1 個	実験 3
LED コインライト（赤・黄・緑・青）	各 1 個	実験 3

\* クロロホルム，メタノール，水（30:25:5）

器具リスト（個人用，実験台に置いてあるもの）

器具名	数量	使用	
試験管立	1 台	実験 1, 2	
試験管	12 本	実験 1, 2	
ガスバーナー	1 台	実験 1, 2	
三脚	1 台	実験 1, 2	
セラミック付き金網	1 枚	実験 1, 2	
ガスライター	1 個	実験 1, 2	
ぞうきん	1 枚	実験 1, 2	
クリア	360° 円形分度器	1 個	実験 3
フォル	透明シート（円と十字が印刷されている。台紙付）	1 枚	実験 3
ダー	偏光板（4 cm × 4 cm）	2 枚	実験 3
	セロハン（赤・黄・緑・青）	各 1 枚	実験 3
ろうと台	1 台	実験 3	
イオン交換水の入った 500 mL 洗びん	1 個	全実験共通	
ディスポ手袋	1 組	全実験共通	
キムタオル	1 束	全実験共通	

試薬リスト（個人用，バットに入っている）

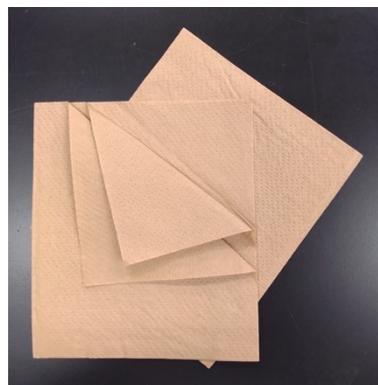
試薬名	容器	内容量	使用
D-グルコース 1%水溶液	15 mL スクリュー管	5 mL	実験 1, 2
D-フルクトース 1%水溶液	15 mL スクリュー管	5 mL	実験 1, 2
D-ガラクトース 1%水溶液	15 mL スクリュー管	5 mL	実験 1, 2
メチル $\alpha$ -D-グルコシド 1%水溶液	15 mL スクリュー管	5 mL	実験 1, 2
未知試料 X（4%水溶液）	15 mL スクリュー管	5 mL	実験 1, 2
未知試料 Y（4%水溶液）	15 mL スクリュー管	5 mL	実験 1, 2
未知試料 Z（4%水溶液）	15 mL スクリュー管	5 mL	実験 1, 2
フェーリング液 A	50 mL 細口ポリびん	15 mL	実験 1
フェーリング液 B	50 mL 細口ポリびん	15 mL	実験 1
4 mol/L 塩酸	15 mL 褐色スクリュー管	5 mL	実験 2
色素溶液	10 mL スクリュー管	2 mL	実験 2
未知試料 I（0.150 g/mL 水溶液）	110 mL サンプル管	100 mL	実験 3
未知試料 II（0.300 g/mL 水溶液）	110 mL サンプル管	100 mL	実験 3
未知試料 III（0.300 g/mL 水溶液）	110 mL サンプル管	100 mL	実験 3

## 実験に関する注意事項

- (1) 実験室内では「保護めがね」と「白衣」を常時着用すること。
- (2) フェーリング液Bはアルカリ性なので、目に入らないよう十分気をつける。塩酸は濃度が高いので取り扱いに注意する。
- (3) 薬品をこぼしてしまった場合は直ちに監督者に知らせ、監督者の指示に従う。
- (4) 今回の実験ではガスバーナーを使用する。火傷や可燃物への引火には十分注意する。ガスバーナーの使用方法については裏表紙を参照。
- (5) ガラス管やガラス器具を破損した場合は直ちに監督者に知らせる。
- (6) 試験管は実験終了後にまとめて洗うので、それまで内容物は廃棄せずにとっておく。もしも試験管が不足した場合は、追加を配布するので監督者に申し出ること。
- (7) 原則として、用意された試薬や器具などは与えられた量の中で実験すること。もし不足した場合には、監督者に申し出て補充することができるが、過度の請求は減点の対象となることがあるので、注意すること。
- (8) 使用後のキャピラリー（ガラスの毛细管）は直ちに回収容器に入れること。試料を変更するときや、うまくスポットできないときは、新しいキャピラリーに交換する。不足したときは、監督者に申し出て補充する。キャピラリーの追加配布は減点しない。
- (9) 手袋の大きさが合わない場合は、監督者に申し出て交換する。また、破れたり汗ではめ直しにくいなど手袋が使用できなくなった場合も、監督者に申し出て交換する。これらは減点対象にはならない。
- (10) 実験2で乾燥器と簡易排気装置を使用する。それぞれ受験番号が記載されたところに行き、試料の出し入れは監督者に依頼すること。
- (11) 試薬は持ち帰ってはならない。
- (12) 許可された器具類のみ持ち帰ること。片付けの時に指示がある。

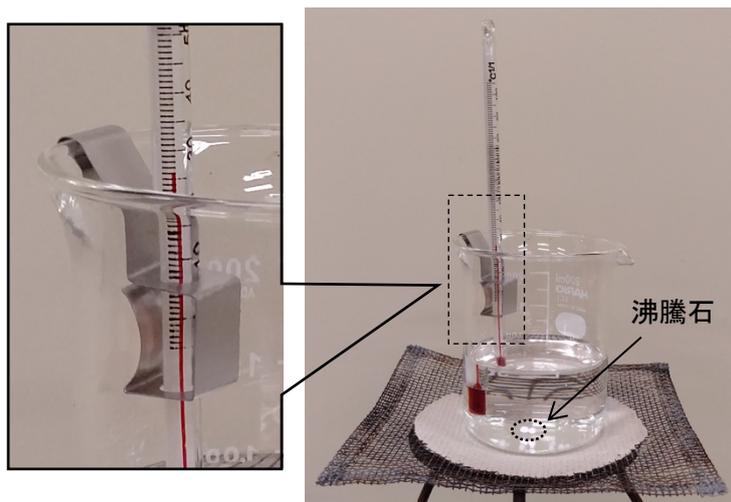
## キムタオルの使い方

4枚重ねで38 cm×33 cmに折りたたまれている。器具を拭くのに使うほか、いくつか使いみちがある。水気が付いた器具（スポイトやビーカーなど）を実験台の上に置くとき、下敷に使ってよい。また、汚れを付けたくないものを扱うとき、この上で作業してもよい。適当な大きさに広げたり、切ったりしてもよいが、火気のそばでの使用や放置は厳禁である。



## 温度計の使い方

ビーカーの縁に温度計ホルダーを引っ掛け、温度計を固定する。温度計の液だめ(先端部)がビーカーの底に付かないようにする。



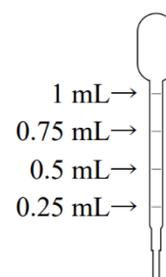
## キッチンタイマーの使い方

右の画像とはデザインが多少異なる場合がある。背面のスイッチをONにすると使用できる。**MIN**と**SEC**のボタンでタイマーの時間を設定し、**START/STOP**ボタンを押すとカウントダウンが始まる。表示をリセットするには、**MIN**と**SEC**のボタンを同時に押す。また、表示が"00:00"のときに**START/STOP**ボタンを押すと、カウントアップが始まる。



## その他

- ・液体をはかり取って加えるときはポリスポイトを使用する。
- ・ポリスポイトや試験管には、マーカーでメモ書きしたり、マスキングテープで目印を付けたりしてよい。



1 mL スポイトの目盛

美と食の国、秋田へようこそ。おいしい食べ物が多いと評される秋田での二次選考では、食べ物の構成成分として重要な糖類、特に単糖と二糖を取り扱う。糖は有機化合物であり、複雑な立体構造を持つため、記述には簡略化した構造式（骨格構造式）を用いる。以下、構造式の表記について説明する。

## 構造式の表記について

この課題では、糖の分子構造の表記に、炭素原子や水素原子を C や H と書かない骨格構造式を用いる。とくに追加の説明がない限り、結合を表す直線の端や角には炭素原子があり、炭素に結合した水素も省略される。炭素、水素以外の原子は表記する。ただし、構造を明確にするためなどの理由で、炭素や水素を表記することもある。

また、分子の構造を立体的に表すときには結合をくさび形で表し、 $\blacktriangleleft$  は結合の右端が紙面から手前方向に、 $\cdots\cdots$  はそれが紙面の奥方向にあることを示している。

この課題では、これらの方法を使って糖の環状構造を簡略化して表す。図 1 に示された左の立体構造を持つ糖は、骨格構造式の記法に従うと中央のように簡略化される。さらに糖に独特の記述法として、右のように環状構造を表すこともある。

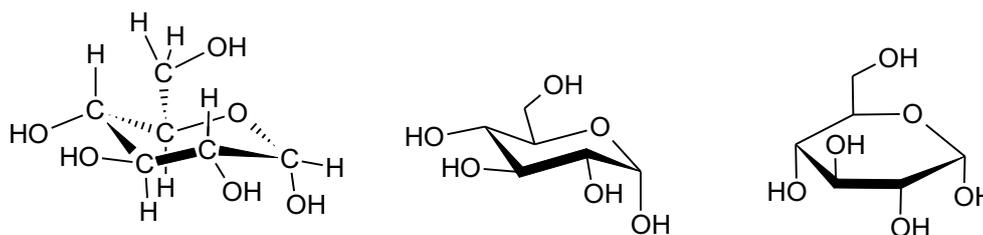
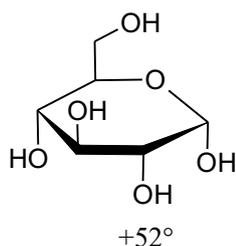


図 1. 糖の立体構造の骨格記述法

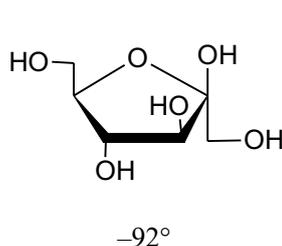
## 糖類の構造

単糖のうち  $C_6H_{12}O_6$  の分子式を持つものを六炭糖 (hexose) とよぶ。今回の選考で実験に用いる単糖はすべて六炭糖である。六炭糖のうち、天然に多く存在するものには、D-グルコース (D-glucose), D-フルクトース (D-fructose), D-ガラクトース (D-galactose), D-マンノース (D-mannose) などがある。今回用いる、マンノースを除く 3 種の単糖の構造を以下に示す。下に付した数値は、後に説明する比旋光度 $[\alpha]$ である（水溶液中、平衡状態）。

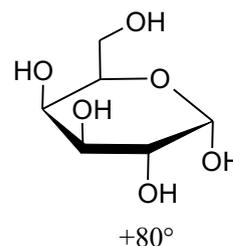
D-グルコース



D-フルクトース



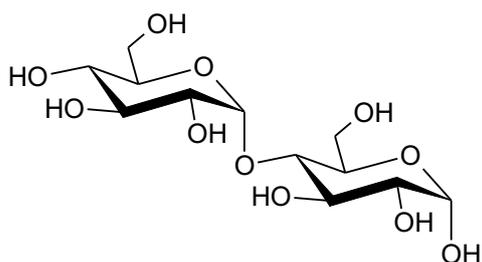
D-ガラクトース



これらの糖には 6 つの炭素原子があるが、その中の一つは 2 つの酸素原子と結合している。構造式では、環構造の中にある一番右の炭素がそれである。この炭素はアノマー炭素とよばれ、ヒドロキシ基とエーテル結合をあわせ持つ。この構造は有機化学ではヘミアセタールとよばれ、そのヒドロキシ基は通常のヒドロキシ基よりも反応性が高い。酸などの触媒があると、ヘミアセタールのヒドロキシ基は他のヒドロキシ基との間で脱水縮合して、エーテル結合をつくることのできる。そのため、二分子の単糖が脱水縮合してできる二糖の構造は、少なくとも一つはアノマー炭素のところにつながったものとなる。

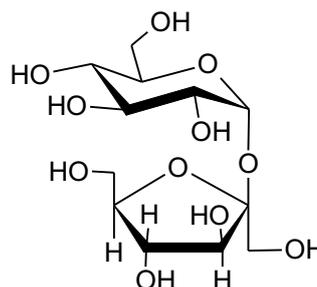
二糖には多くの種類があるが、代表的な 6 種を比旋光度 $[\alpha]$ の値とともに以下に示す。

① マルトース (maltose, 麦芽糖とも)



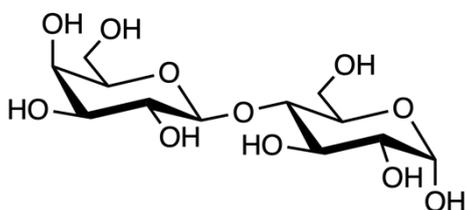
+140.7°

② スクロース (sucrose, ショ糖とも)



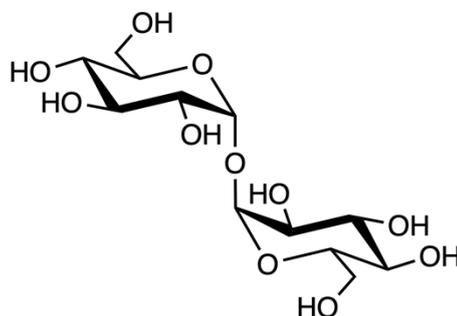
+66.5°

③ ラクトース (lactose, 乳糖とも)



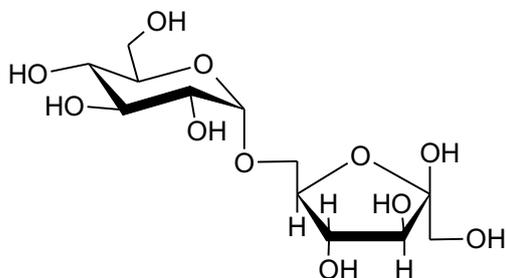
+55.4°

④ トレハロース (trehalose)



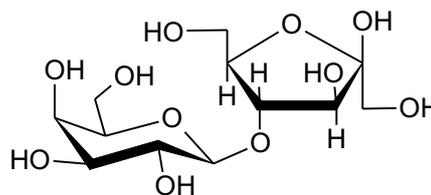
+199°

⑤ パラチノース (palatinose)



+97.2°

⑥ ラクトツロース (lactulose)



-48°

ヘミアセタールでは、炭素-酸素結合が切れてカルボニル基とヒドロキシ基へと変化する反応も容易に起こる。糖はこのとき環状構造が開いて鎖状構造となるため、図2のD-グルコースの例のように、水溶液中ではアノマー炭素まわりの立体配置（置換基の三次元的配列）が異なる二種の環状構造と、鎖状構造との間の平衡が生じる。この平衡は環状構造に大きく偏っているが、わずかに共存する鎖状構造は酸化されやすいため穏やかな還元性が現れる。一方、アノマー炭素と酸素原子との結合が2つともエーテル結合になると、アセタールとよばれる構造になる。アセタールの炭素-酸素結合は酸性条件でなければ切れないので、中性や塩基性では糖の環状構造が開かなくなり還元性を示さなくなる。したがって、二糖ではヘミアセタール構造が1つでも残っていれば還元性を有し、アノマー炭素がすべてアセタール構造となったものは還元性を失う。なお、単糖が脱水縮合して二糖が生成するとき、および二糖が加水分解されて単糖が生成するときは、アノマー炭素以外の炭素の立体配置は変化しない。

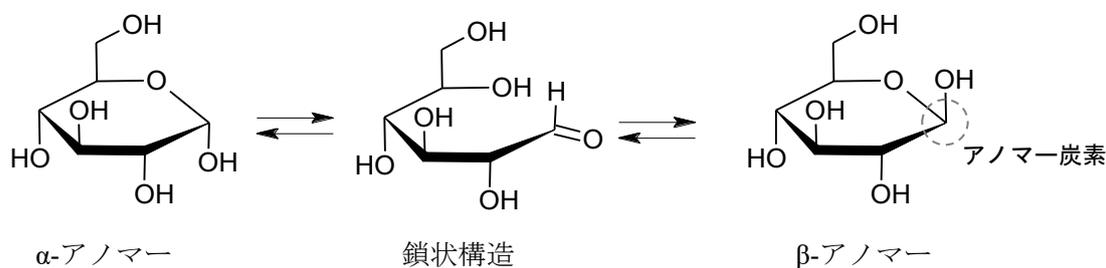


図2. D-グルコースの水溶液中での構造変化（アノマー炭素の立体構造が変化する）

問1. ①～⑥の二糖はどの単糖が脱水縮合したものか、それぞれ答えなさい。また、還元性の有無を答えなさい。

## 光学活性物質と旋光度

糖類は分子の鏡像が自分自身と重ならないため鏡像異性体を持つといわれる。鏡像異性体を持つ物質は光学活性物質とも呼ばれる。この名称は、旋光と呼ばれる光に関する現象がみられることに由来する。この旋光現象を理解するために必要な光に関する知識を簡単に説明する。

光は波としては横波に分類され、進行方向と垂直な面方向に振動している。太陽光などの光では、振動面はあらゆる方向に分布している。しかしこの光が偏光板といわれる特定の方向に振動する光のみを通す素子を通過すると、横波の振動方向がそろった偏光（正確には平面偏光と呼ばれるが以降は単に偏光と記述する）となる。この偏光は通常物質中では振動方向を変えないまま伝搬する。

偏光板を通過して生成した偏光をもう一枚の偏光板を通して観察すると、二枚の偏光板の向きの違いによって光の見え方が異なる。二枚の偏光板の偏光方向が一致している場合

には光は透過して進み光量の変化は見られないが、二枚の偏光方向が直交している場合には光は二枚目の偏光板を通過できないため、光が見えなくなる。(ただし実際には偏光板の光遮断は完全ではないため、向きが平行の場合と直交している場合の間では連続して光量が増えるように見える。直交している場合は最も暗くはなるものの完全に遮断されず、弱い光として観察されることが多い。)

偏光の進路上に左右非対称で自身の鏡像体と同一とならない分子が存在する相があると、その分子構造に依存して偏光の振動方向が変化する現象が見られる。これが旋光現象であり、変化した角度を旋光度という。旋光度は図3のような構成の装置を用いて測定することができる。旋光現象は左右対称な分子、あるいは鏡像体同士の等量混合体(ラセミ体)では観察されないため、光学活性物質の大きな特徴となる。

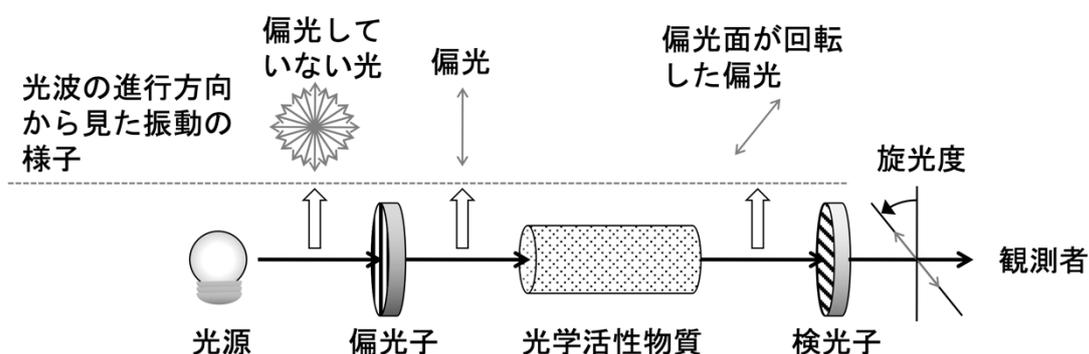


図3. 旋光現象が観察される原理。光源から発せられた光は、偏光子を通過して偏光となり、この振動方向(偏光面)は光学活性物質を通過するときに変化する。もう一つの偏光板を検光子として用い、それを回転させて最も明るく見えるときに、偏光子と検光子の成す角度が旋光度に対応する。観測者から見て偏光面が時計回りに変化することを右旋といい、旋光度の符号を+と定義する。反時計回りに変化すると左旋で、旋光度の符号は-となる。

旋光度の大きさは、分子構造以外にも物質の濃度、光路長、温度、光の波長等にも依存する。ある光学活性物質の旋光度を測定条件によらない物質固有の物性値として扱うためには、物質の濃度および光路長によらない、一定の条件で測定した旋光度を求め、測定波長および測定温度とともに示す必要がある。この値は比旋光度とよばれ  $[\alpha]$  と表される。

実測された旋光度を  $\alpha$  とすると比旋光度  $[\alpha]$  は以下の式で求められる。

$$[\alpha]_{\lambda}^t = \frac{100\alpha}{\ell C}$$

$\ell$  : 光路長 (= サンプルの長さ (mm))     $C$  : サンプル溶液の濃度 (g/mL)

$t$  : 温度 (°C)     $\lambda$  : 波長 (nm)

測定温度は 25°C, ナトリウム原子に特有の発光波長 (D 線, 589 nm) が測定波長として標準とされる。

今回の選考で行う実験では複数の波長の光で旋光度を測定し, D 線の波長での旋光度を推測する方法を用いる。また, 温度を厳密に管理することは困難なため, 室温ですべての操作を行う。そのため, 旋光度, 比旋光度を見かけのものとして取り扱う。

## 二次選考の課題

今回の二次選考では, 3 つの水溶液の未知試料 X, Y, Z が与えられる。それぞれには 6 ページに示した 6 種の二糖のいずれか一つが溶けており, 互いに同じものはない。これから行う実験 1・2 の結果から, 水溶液に含まれる糖がどれかを推定してほしい。さらに, 実験 3 で新たに与えられる未知試料 I, II, III には, 未知試料 X, Y, Z と同じ 3 種の糖がそれぞれに溶けているが, 試料番号の順序は入れ替わっている。これらについても, どの二糖を含むか別の手段で推定する。そこで行う実験は,

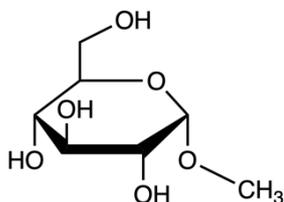
1. フェーリング反応による還元性の有無の確認
2. 薄層クロマトグラフィー (TLC) による二糖の加水分解後の成分分析
3. 自作旋光度計による旋光度の測定と比旋光度の算出

の 3 つである。なお, 実験 3 は測定と計算に少なくとも 60 分を要する。そのため, TLC 展開の待ち時間などに問題冊子を読み進めるなど工夫すること。以下, 順に説明する。

このページは白紙である。メモやレポートの下書きに使ってよい。

## 【実験1】糖水溶液のフェーリング反応

フェーリング液は、還元性を持つ物質の検出によく使われる試薬であり、そこに含まれている銅(II)イオンが還元されたとき酸化銅(I)  $\text{Cu}_2\text{O}$  の赤色沈殿を生じることにより判定を行う。還元性を持つ糖（還元糖という）はフェーリング液を還元する。初めに、単糖水溶液のフェーリング反応を行って、どのような変化が観察されるか確認する。比較試料として、グルコースの誘導体である、メチル  $\alpha$ -D-グルコシドを合わせて試験する。



メチル  $\alpha$ -D-グルコシド

### 実験 1-1 単糖水溶液のフェーリング反応

#### 試料

- ・ D-グルコース, D-フルクトース, D-ガラクトース, メチル  $\alpha$ -D-グルコシドの 1%水溶液

#### 試薬と器具

- ・ フェーリング液A, フェーリング液B
- ・ イオン交換水（洗びん入り）
- ・ 試験管
- ・ ポリスポイト
- ・ 湯浴一式（200 mLビーカー, 温度計, 温度計ホルダー, 沸騰石）
- ・ ガスバーナー
- ・ 三脚
- ・ セラミック付き金網

- (1) 200 mL ビーカーに、100 mL の目盛線まで水道水を入れる。三脚に載せてあるセラミック付き金網上にビーカーを置き、温度計ホルダーを使って温度計をビーカーに固定する。ビーカーに沸騰石を入れてから、ガスバーナーで穏やかに加熱する。沸騰が始まるか、90 °Cに達したら火を止める。
- (2) 試験管にフェーリング液 A を 1 mL, フェーリング液 B を 1 mL 取って振り混ぜる。この手順で合計 5 本の試験管に溶液を調製する。
- (3) 用意した 5 本の試験管のうち 4 本に、それぞれ D-グルコース, D-フルクトース, D-ガラクトース, およびメチル  $\alpha$ -D-グルコシドの水溶液を 2 mL 加え振り混ぜる。5 本目の試験管は対照用であり、イオン交換水を 2 mL 加える。イオン交換水は、洗びんから空の試験管に取って使う。
- (4) ビーカーの温水の温度を確認し、70~80 °Cの範囲にあれば、そのまま(5)の操作を行う。温度が低い時は、ガスバーナーで再加熱して上記の温度にしてから火を止める。ここでは 80 °Cを超えて加熱を続けてはいけない。
- (5) ビーカーの温水中に(3)のすべての試験管を同時に浸し 5 分間置く。その間、それぞれの溶液の様子の変化を観察しなさい。

問 2. 実験 1-1 でそれぞれの溶液において観察された変化を，経過時間と合わせて記述しなさい。反応が起こったものは，反応速度を互いに比較しなさい。

### 実験 1-2 未知試料 X, Y, Z のフェーリング反応

#### 試料

未知試料 X, Y, Z の水溶液（濃度 4%）

#### 試薬と器具

実験 1-1 で使用したものと同一

- (1) 実験 1-1 で用いた温水入りビーカーをそのまま使用するが，必要に応じて水量と温度を調整する。再加熱する場合は，**新しい沸騰石を加熱前に加える**。
- (2) 試験管にフェーリング液 A を 1 mL，フェーリング液 B を 1 mL 取り，さらにイオン交換水を 1 mL 加えて振り混ぜる。この手順で合計 3 本の試験管に溶液を調製する。
- (3) 用意した 3 本の試験管に，それぞれ未知試料 X, Y, Z の水溶液を **1 mL ずつ**加え振り混ぜる。
- (4) ビーカーの温水の温度が 70～80 °C の範囲にあることを確認した後，温水中に(3)のすべての試験管を同時に浸す。それぞれの溶液の様子の変化を 10 分間にわたり観察する。

問 3. 実験 1-2 でそれぞれの溶液において観察された変化を，経過時間と合わせて記述しなさい。またその結果から，X, Y, Z の還元性の有無を判定しなさい。

実験 1-2 の結果から，未知試料 X, Y, Z の候補である二糖はいくつかに絞れたと思う。しかし，それぞれを特定するには，まだ情報が不足している。そこで，次の実験では未知試料を加水分解し，生成した単糖を同定することによって，元の二糖の構造の情報を得る。

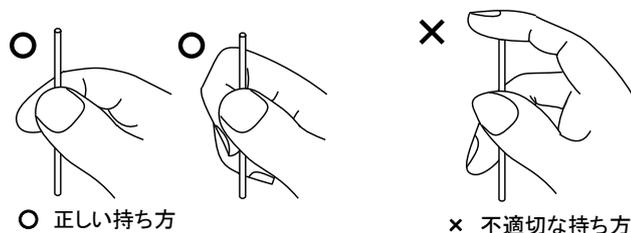
## 【実験2】薄層クロマトグラフィーによる二糖の加水分解後の成分分析

薄層クロマトグラフィー (thin-layer chromatography, TLC) とは、シリカゲル(SiO<sub>2</sub>)などからなる薄い層の膜を使って様々な物質を分離、精製する手法である。今回の実験では、シリカゲル微粉末をアルミ板の表面に均一に塗布したプレートを使って、有機化合物の分離と同定を行う。プレート上に試料となる化合物を吸着させ、プレート端を溶媒に浸すと、毛細管現象によって溶媒がシリカゲル層を移動するとともにプレート上の化合物も移動する。ここで、化合物はシリカゲルに吸着と脱離を繰り返しながら移動するため、化合物の性質によって移動速度は異なる。一定条件下において化合物の移動距離は固有の値となるため、既知の化合物の移動距離と比べることで、化合物を同定することができる。

今回のTLCの実験では、キャピラリー (毛細管) という細いガラス管を用いる。この取り扱いについて注意点を以下に示す。

① 今回用いるキャピラリーはガラスが非常に薄く折れやすいので、持つときは力を入れすぎないように注意する。細く刺さりやすいため、また汚染を防ぐために、キャピラリーの両端に触れてはいけない。キャピラリーの両端は、通常はまっすぐ (ガラス管に対して直角に) 切断されているはずだが、個体差があって斜めになっているものも時々ある。このキャピラリーには上下の区別はないので、目視で確認して切断面がまっすぐな方を下側に向け、溶液に浸して使用する。(両端が斜めのものは使わない。)

② キャピラリーは二本の指で挟んで持つ (図4)。管の上端を塞ぐような持ち方をしないこと。



○ 正しい持ち方

× 不適切な持ち方

図4. TLCで用いるキャピラリーとその持ち方の例

③ キャピラリーは使い捨てであり、サンプルごとに交換する。使用済みのキャピラリーは短時間であっても放置せず、直ちに回収容器に入れること。キャピラリーは、不具合品があることも見込んだ上で、十分な数だけ配布されている。使い切った場合は、監督者に申し出れば、追加を配布する。

④ 破損した場合は監督者に知らせ、その後の処置は指示に従うこと。破損したキャピラリーの破片が皮膚に刺さると大変危険である。どんなに小さな破片でも全て回収し、専用の回収容器に廃棄すること。具体的には監督者が指示するので申し出ること。

今回行うTLC分析は試料が水溶性であるため、一般的な有機物の分析方法とは操作が異なるところがある。そのため、初めにトレーニング実験を行う。

## 実験2-1 トレーニング実験

### 試薬と器具

- ・色素溶液（数種類の水溶性有機色素を含む水溶液）
- ・TLCプレート（スポット練習用 5 cm×2.5 cm，展開用 7.5 cm×4 cm 各1枚）
- ・ガラスキャピラリー（プラスチック容器に入っている）
- ・展開槽（展開液が入っているふた付きの150 mLねじ口ガラスびん）

展開液はクロロホルム，メタノール，水を体積比30:25:5で混合したものである。

- ・ピンセット                      ・定規（15 cm）                      ・鉛筆
- ・キャピラリー回収容器    ・プレート持ち運び用ケース            ・キッチンタイマー

以下の手順(1)~(4)と図5に従って、キャピラリーを用いたTLCプレートへのスポットを練習する。

- (1) ピンセットを用いてスポット練習用TLCプレート（5 cm×2.5 cm）を取り出し、おもて面（シリカゲルが塗布されている白い面）を上にして、机上に広げたキムタオルの上に置く。TLCプレートは素手で触れず、おもて面は汚れが付着しないよう注意すること。
- (2) キャピラリーの先端を色素溶液にゆっくり浸し、毛細管現象を利用して、溶液をキャピラリーの半分以上の高さまで吸い上げる。
- (3) キャピラリーの先端をプレートに軽く押し当てて、溶液が染み出たらキャピラリーをすぐに引き上げる。キャピラリーをできるだけ正確に垂直に押しつけることを心がける。
- (4) プレートに付いた溶液のスポットが、直径2 mm以下の一定の大きさになるまで、上記(2)，(3)の操作を繰り返し練習する。使用したキャピラリーは回収容器に入れる。

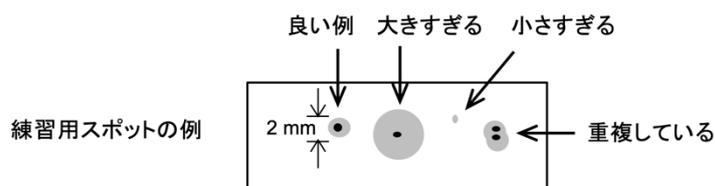
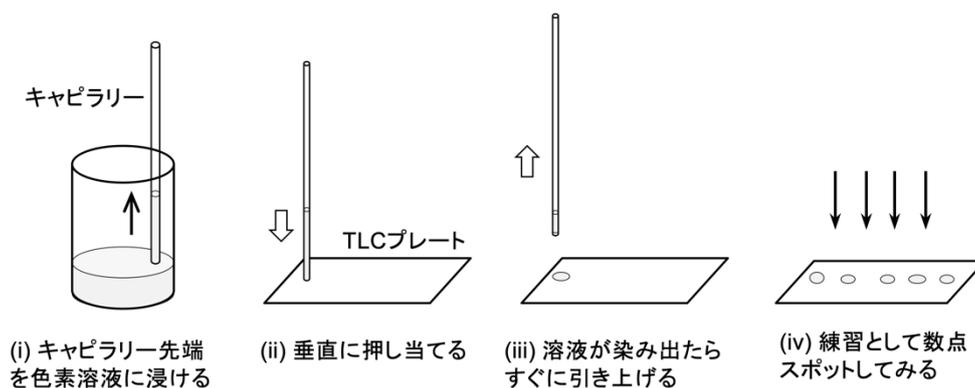


図5. TLCプレートへのスポットの練習

以下の手順(5)~(11)と図6に従って、TLCによる色素の分離実験を行う。

- (5) 展開用TLCプレート (7.5 cm×4 cm) を1枚取り出し、おもて面を上にして縦長に置く。  
下端から10 mmと上端から10 mmのところにそれぞれ鉛筆で線を引く。次に、TLCプレートの下端に近い方の線上に2か所、鉛筆で印をつける。ただし、力を入れて鉛筆をあてるとプレートに塗布されたシリカゲルが削れるので、なるべく力を入れないようにして線、印をつけること。
- (6) 一方の印の上に、キャピラリーを用いて色素溶液をスポットする。
- (7) TLCプレート持ち運び用ケースの本体の見やすいところに、マーカーで参加番号を書く。  
TLCプレートを、おもて面を上にして持ち運び用ケースに入れ、指示された恒温乾燥器まで持っていく。ケースごと恒温乾燥器に入れ、2分経ったら取り出して自席に持ち帰る。
- (8) プレートのもう一つの印の上に色素溶液をスポットする。この後ではプレートの乾燥を行わない。
- (9) プレートの上部をピンセットで持ち、展開液が入った展開槽に静かに入れる。展開液面がスポット位置よりも高くないよう気をつける。展開液を揺らさないように、ねじ口ふたを軽く閉める。キッチンタイマーでカウントを始め、10分経過するか溶媒が上部の線に達した時点で展開を終了する。  
(注意1) ふたを開けている時間が長くないように素早く行うこと。  
(注意2) 展開中は液面を揺らさないよう、実験台上の邪魔にならず、ガスバーナーから離れたところに静置させること。
- (10) ピンセットを使用してプレートを取り出し、直ちに展開槽のふたをする。展開液が上部の線に達していない場合は、展開液が達した高さがわかるように鉛筆で印をつける。
- (11) プレートを持ち運び用ケースに入れてふたをし、指示された局所排気ボックスまで持っていく。ボックス内でケースのふたを開けた状態で1分間乾燥し、自席に持ち帰る。

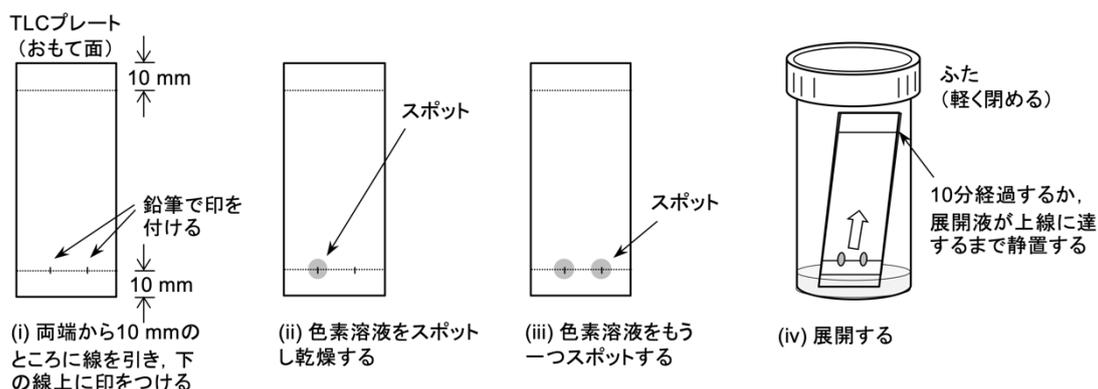


図6. 混合色素溶液のTLC展開

以下の手順(12)~(13)と図7に従って、データを読み取り結果を記録する。

- (12) 展開前に乾燥したスポットは、展開後には異なる色のいくつかのスポットに分離したはずである。それぞれのスポットの重心を目測で決定し、原点位置から重心までの距離を定規を用いて計測する。また、原点から展開液が達した距離の値も計測する。いずれも有効数字は2桁とする。図7に示したように、試料の移動距離と溶媒の移動距離から $R_f$ 値 ( $0.00 < R_f < 1.00$ ) を求める。例えば、スポット1の場合、 $R_f = b/a$ となる。
- (13) 計測が終了したプレートは保存用ポリ袋に入れ、マーカーでポリ袋に参加番号を記入する (TLCプレートの裏面側)。試験が終了する前までに、マスキングテープで解答冊子の所定の場所に貼ること。

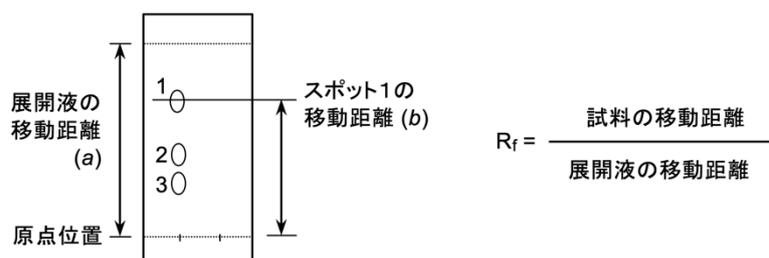


図7. 展開したTLCプレートにおいて原点位置と移動距離から $R_f$ 値を読み取る方法

この実験で用いた混合色素溶液には、図8の3種類の食用色素が含まれている。シリカゲル表面には Si-OH 基が多く存在し、色素分子中の電荷を持った官能基との間には静電的な引力がはたらく。また、Si-OH 基と色素分子のヒドロキシ基との間には水素結合もできる。これらの引力が強くはたらくほど、溶媒分子の移動に比べて試料の移動が遅くなる (図9)。

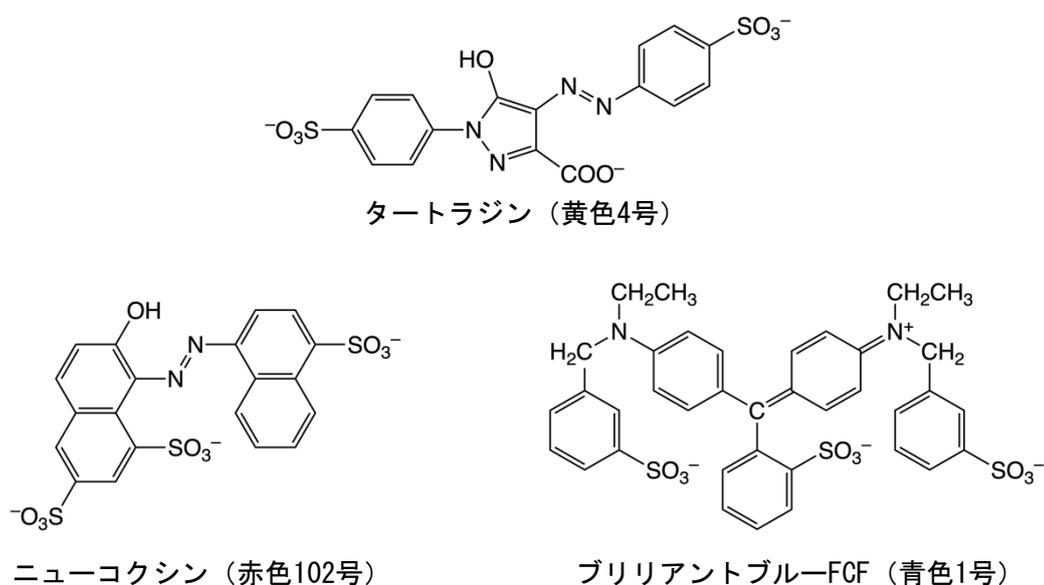


図8. 食用色素の分子イオンの構造

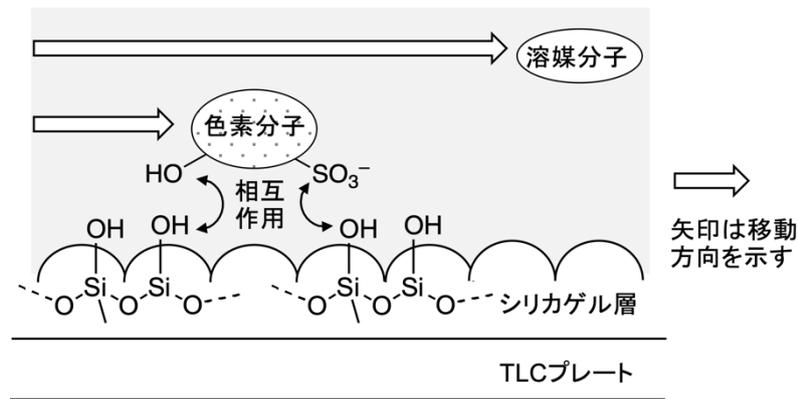


図9. シリカゲルTLCプレート表面近傍において化合物が相互作用しながら移動する様子。展開（移動）速度は官能基とシリカゲルとの相互作用だけでなく、溶媒分子と化合物との相互作用も影響する。

問4. 展開後の色およびスポットの様子がわかるように、プレートのスケッチを描きなさい。また、分離したスポットについて、それぞれR<sub>f</sub>値を算出し記入しなさい。

問5. 混合色素溶液に含まれている3種類の色素の分子構造とR<sub>f</sub>値との関係について、どのような傾向が言えるか述べなさい。

このページは白紙である。メモやレポートの下書きに使ってよい。



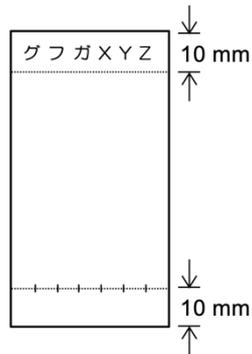


図10. 線と印，記号を書き入れたTLCプレート

- (5) キャピラリーを用いて，TLCプレートに3つの参照試料の水溶液（D-グルコース，D-フルクトース，D-ガラクトース）と(3)の3本の試験管の水溶液をスポットする。試験管の水溶液にキャピラリーが届かないときは，試験管に水を加えて液面を高くしてもよい。
- (6) TLCプレートを持ち運び用ケースに入れ，指示された恒温乾燥器まで持って行く。ケースごと恒温乾燥器に入れ，2分経ったら取り出して自席に持ち帰る。
- (7) トレーニング実験の手順にしたがって，プレートを展開槽に入れて展開する。キッチンタイマーで計時して，10分経過するか溶媒が上部の線に達した時点で展開を終了する。  
 (注意1) ふたを開けている時間が長くないように素早く行うこと。  
 (注意2) 展開中は液面を揺らさないよう，実験台上の邪魔にならず，ガスバーナーから離れたところに静置させること。
- (8) プレートを取り出して，直ちに展開槽のふたをする。展開液が上部の線に達していない場合は，展開液が達した高さがわかるように鉛筆で印をつける。
- (9) プレートを持ち運び用ケースに入れてふたをし，指示された局所排気ボックスに持って行く。ボックス内でケースのふたを開け，1分間自然乾燥する。
- (10) 監督者の指示に従って，ボックス内にあるピンセットを使用し，ボックス内のトレーに入った発色剤にプレートを浸し，素早く取り出す。備え付けのキムタオルにプレートをはさんで軽く押さえ，余分な発色液を吸い取る。TLCプレートをホットプレート（100℃に設定）に載せて加熱し，発色させる。1分以内に発色してそれぞれの試料に特徴的な色のスポットが現れるが，さらに加熱を続けると変色して特徴がなくなるので，TLCプレートをすぐに取り上げる。
- (11) プレートを自席に持ち帰り，トレーニング実験と同じ手順で，スポット位置の計測と $R_f$ 値の算出を行う。
- (12) 計測が終了したプレートは保存用ポリ袋に入れ，マーカーでポリ袋に参加番号を記入する（TLCプレートの裏面側）。試験が終了する前までに，マスキングテープでレポート冊子の所定の場所に貼ること。

問7. TLCプレートの発色後の色およびスポットの様子がわかるように、プレートをスケッチしなさい。また、D-グルコース、D-フルクトース、D-ガラクトースのそれぞれについて、 $R_f$ 値を算出しなさい。

問8. 未知試料 X, Y, Z に塩酸を加えて加熱した後は、TLC で複数のスポットが現れる（1つの可能性もある）。単糖のスポットとそれ以外を区別し、加水分解により生成した単糖はそれぞれ何であるか推定しなさい。また単糖以外のスポットは何であるか考察しなさい（実験はしなくてもよい）。

問9. ここで行った TLC 分析では、単糖の  $R_f$  値が互いに近いため、展開してもこれらのスポットは完全には分離せず、くっついたり重なったりしているであろう。このように複数成分のスポットがつながっているかもしれないとき、それを確かめて成分推定の確実性を上げるための TLC 実験法を考えなさい。もしも配布された器具で実施可能ならば、実験を行なって結果を記述しなさい。

問10. 実験1および実験2の結果から、未知試料 X, Y, Z の二糖は何であるか推定しなさい。推定に至るまでの過程も論理的に説明すること。

### 【実験3】自作旋光度計による糖水溶液の旋光度測定

二糖の水溶液3種、未知試料I, II, IIIが100 mL サンプル管に用意されている。Iの濃度は0.150 g/mL, IIとIIIの濃度は0.300 g/mLとして調製されている。これらに含まれているのは、実験1および2で調べた二糖X, Y, Zのいずれかである。この実験では市販の偏光板を用いた旋光度計を自作し、見かけの旋光度（以下単に旋光度とする）を測定する。求めた旋光度と文献値とを比較して、未知試料I, II, IIIはどの二糖の水溶液であるかを推定してほしい。

#### 実験3-1 旋光度計の作製と調整

最初に2枚の偏光板の偏光方向の確認を行う。偏光板の偏光方向は四辺と平行（または垂直）となっている。2枚の偏光板を辺が一致するように重ね合わせ、窓の外など明るい方向を見る。（配布されたLEDコインライトを用いてもよい）次に片方の板を90°回転してもう一度見る。このとき二つの状態では見える明るさが異なるはずである。明るい状態を明視野、暗い状態を暗視野とよぶ。明視野になる方向が二つの偏光板の偏光方向が一致している場合であり、暗視野になる方向が直交しているときである。明視野と暗視野の区別が明瞭に観察できない場合は偏光板が不良である可能性がある。その場合は交換するので申し出ること。

次に、四つのLEDコインライトを取り出し、スイッチ（裏面にある）を入れ、正しく点灯することを確認すること。点灯しない場合には申し出ること。

旋光度の読み取りには、図11に示す360°分度器と、十字マークが印刷された透明シートを用いる。ろうと台を架台としてこれらの部品を設置し、図12のように旋光度計を組み立てる。出来上がった装置の外観は図13のようになる。次のページに手順を説明する。

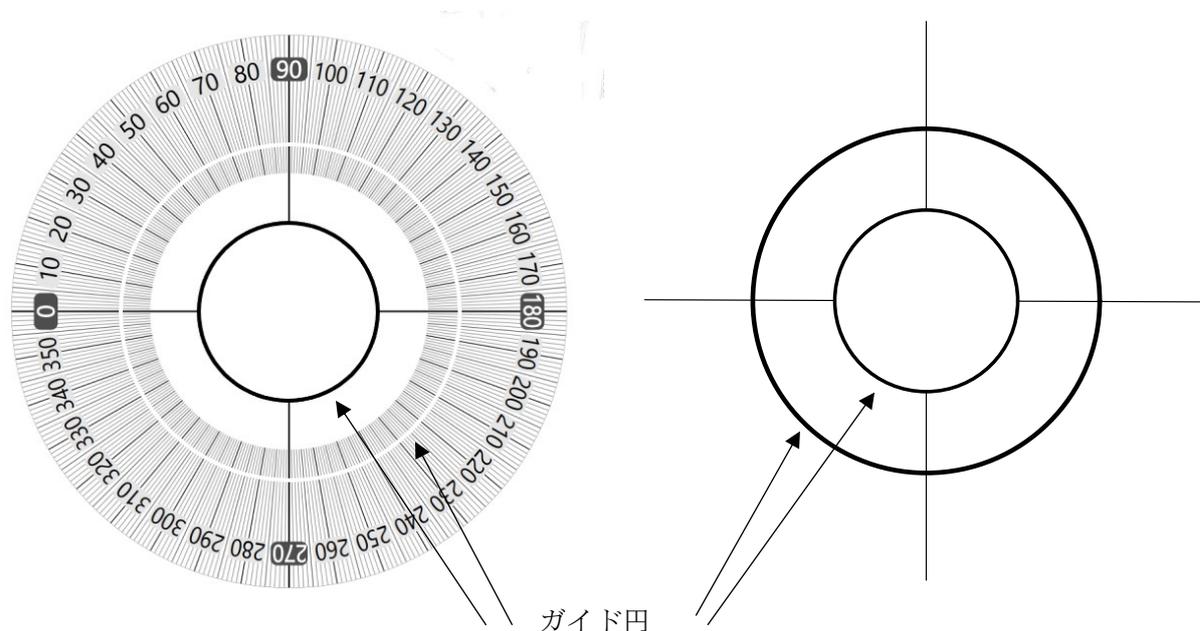


図11. 360°分度器（左）と透明シートに印刷された十字マーク（右）

- (1) 透明シートに記された十字マークの直線部分を切り離さないように、おおよそ外周に沿って切り取る（正確でなくてもかまわない。また、余分な部分が残っていてもよい）。一枚の偏光板をマークの中央の円を覆うようにマスキングテープ（以下テープとする）を使って貼り付け固定する。偏光板の四辺の方向とシートに記された十字の方向が一致するように固定するとよい。十字マークの書かれたシートには目印などを書き込んでもよい。以下このシートを単に十字マークと呼ぶ。
- (2) ろうと台の腕が水平であることを確認する。片方の腕が傾いていても、他方の水平な腕を使えば問題はない（もしも両方の腕が傾いているときは、監督者に申し出ること）。360°分度器をろうと台の腕に載せてテープで固定する。ろうと台の腕の穴の位置を利用して、分度器の中央の穴がふさがらないような位置に固定すること。分度器の高さがろうと台の底面から 18 cm くらいとなる位置で、腕を仮止めする。
- (3) シャーレのふた（以下シャーレとする）を伏せて置き、その上面に偏光板をテープで固定する。点灯した LED コインライトを分度器の中心の真下に置き、偏光板を固定したシャーレをかぶせる。
- (4) 未知試料 I, II, III いずれかのサンプル管を、ふたを閉じたまま、シャーレの上に貼り付けた偏光板の上に置き、ぐらつきがないことを確かめる。ぐらつく場合には偏光板を裏返して固定しもう一度確認すること。それでもぐらつく場合にはシャーレまたは偏光板を交換するので申し出ること。この状態で真上から覗き込み、偏光板とサンプル管を通った LED の光が、分度器の中央の穴から視認できることを確認する。必要に応じてライトの位置、分度器面の高さなどを調整すること。調整後はサンプル管を取りはずし、倒さないように置いておく。

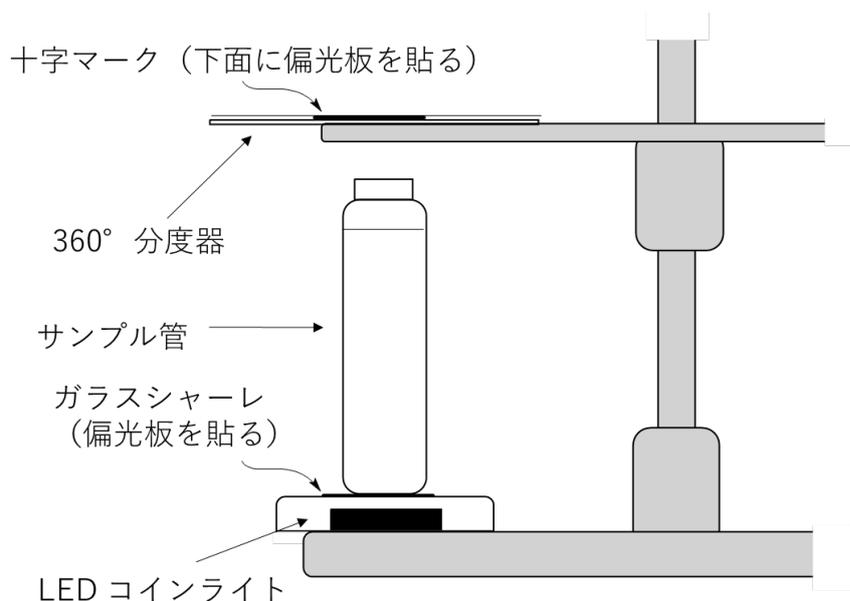


図12. 旋光度計装置側面図

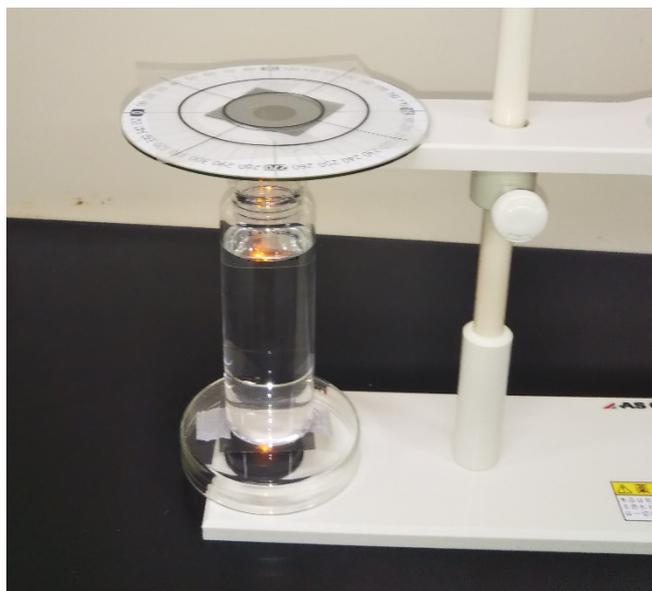


図13. 旋光度計の様子

### 実験 3-2 未知の二糖水溶液の旋光現象の観測

- (1) 偏光板を貼り付けた十字マークを、偏光板が十字マークの下側になるように、分度器の上に重ねて置く。十字線の一本が  $0^\circ$  の線に完全に一致し、さらに十字マークのガイド円が分度器のガイド円と完全に一致するように、十字マークの向きを調整する。この状態では分度器の中心と十字マークの十字線の交点（円で隠されている）が一致する。
- (2) 十字マークの上からシャーレ下のライトをのぞき込む。シャーレを回転させ、LED コインライトの明かりが最も暗く見えるところで止める。ライトが明るすぎる場合には、適当な大きさに切ったセロハン数枚をライトの上に乗せてからシャーレをかぶせ、光量を小さくしたのちに、再度シャーレを調整してもよい。調整後はシャーレを動かさないこと。
- (3) 未知試料の溶液が入ったサンプル管の一つを取り、その液高さを定規で測定する（サンプル管の底の厚さは  $1\text{ mm}$  とすること）。シャーレを動かさないように注意しながら、ふたを外したサンプル管を偏光板の上に置く。
- (4) サンプル溶液を透過したライトの光を見ながら、十字マークを回転して、光が最も暗くなり、かつ十字マークと分度器のガイド円が一致する場所を探す。(1)の段階で  $0^\circ$  を指していた十字線が新たに指している角度  $\alpha$  (旋光度) を分度器から読み取り記録する。なお、 $\alpha$  の絶対値は  $0^\circ$  から  $90^\circ$  の範囲に収まるはずである。
- (5) 同様の操作を LED を交換して行い、4 種の光での  $\alpha$  を測定する。
- (6) 以下の式を用いて比旋光度  $[\alpha]$  を各光の色ごとに算出しなさい。

$$[\alpha] = \frac{100\alpha}{\ell C}$$

$\ell$ : 光路長 (= サンプル溶液の液高さ (mm))     $C$ : サンプル溶液の濃度 (g/mL)

問 11. 未知試料 I, II, III について, 各光の色ごとの旋光度  $\alpha$  および比旋光度  $[\alpha]$  を表にまとめなさい。

問 12. 用いた LED コインライトの光の波長を  $\lambda$ , その時の比旋光度を  $[\alpha]$  として,  $\lambda$  と  $[\alpha]$  の関係をグラフに図示しなさい。グラフ用紙は解答用紙に付属のものを用いなさい。ただし, LED の波長はそれぞれ以下のとおりとする。

赤 (635 nm) 黄 (579 nm) 緑 (518 nm) 青 (464 nm)

問 13. 問 12 で得られたグラフから, 未知試料 I, II, III に含まれている二糖のナトリウム D 線の波長 (589 nm) における比旋光度  $[\alpha]_D$  を推定しなさい。得られた値を 6 ページで与えられた比旋光度と比較して, 未知試料 I, II, III に含まれる二糖はそれぞれ何か推定しなさい。

以上で実験課題は終了であるが, 最後に追加の設問がある。

このページは白紙である。メモやレポートの下書きに使ってよい。

最初に実施した実験である、フェーリング反応について振り返っておこう。この反応は尿中のグルコースを定量する手法としてフェーリングにより 1848 年に考案され、還元糖と非還元糖とを区別する方法として 170 年以上にわたり使用されてきた。本実験課題では一般的な手順に従い、次の組成の溶液 A と B を使用直前に混合して試薬を調製した。

フェーリング液 A：硫酸銅(II) (0.277 mol/L) の水溶液

フェーリング液 B：L-酒石酸ナトリウムカリウム (1.23 mol/L) と  
水酸化ナトリウム (3.25 mol/L) の水溶液

A 液に含まれている  $\text{Cu}^{2+}$  イオンが還元されて  $\text{Cu}_2\text{O}$  が生成する反応は、次の反応式で表される。

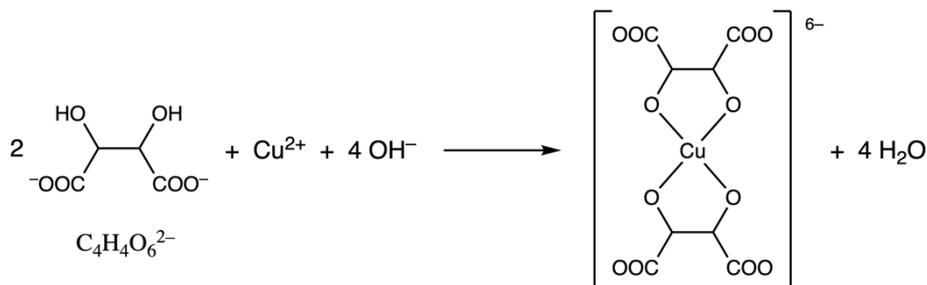


一方、B 液の水酸化ナトリウム濃度から、この反応はかなり強い塩基性条件で行われていることが分かるだろう。 $\text{Cu}^{2+}$  イオンは、塩基性で水酸化銅(II)の沈殿を生じる。



**問 14.** フェーリング液 A 1 mL に 3.25 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液 1 mL を加え、水で希釈して体積を 4 mL にしたとき、溶存している  $\text{Cu}^{2+}$  イオンの濃度を求めなさい。ただし、水酸化銅(II)の溶解度積は  $K_{\text{sp}} = 1.0 \times 10^{-20} (\text{mol/L})^3$  である。

しかし実際には、A 液と B 液とを混合すると、沈殿を含まない濃青色の溶液となる。これは、B 液に含まれている酒石酸イオン( $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ )<sup>2-</sup>が  $\text{Cu}^{2+}$  と結合し、水溶性の錯イオンをつくるからである。錯イオンの構造は pH により変化するが、フェーリング液中での主成分は、次の反応式により生成するものであると考えられている。



この錯イオンでは、酒石酸イオン( $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ )<sup>2-</sup>のヒドロキシ基から水素イオンが脱離して生成した 4 価の陰イオン( $\text{C}_4\text{H}_2\text{O}_6$ )<sup>4-</sup>が、 $\text{Cu}^{2+}$  に対して 2 つ配位しており、銅は平面正方形の配位構造をとる。ところで、酒石酸には図 14 に示す 3 つの立体異性体がある。フェーリング液の調製には、これらのうち最も入手しやすい L-酒石酸の塩が通常用いられる。L-酒石酸はブドウの主な酸味成分であり、ワイン醸造中にカリウム塩などとして沈澱（これを酒石という）することからその名が付いた。L-酒石酸は水溶液が右旋性を示し（比旋光度  $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +12^\circ$ ）、D-酒石酸とは鏡像異性体の関係にある。L-酒石酸の生産において、組成は同一 ( $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ ) だが旋光性を示さない副産物が得られ、かつてはラセミ酸またはブドウ酸と呼ばれていた。これが L-酒石酸と D-酒石酸の 1:1 混合物であることをパスツールは実験により明らかにし、

光学異性体の発見と同時に立体化学が発展するきっかけとなった。科学史上の重要な実験なので、ぜひ各自で文献にあたってほしい。

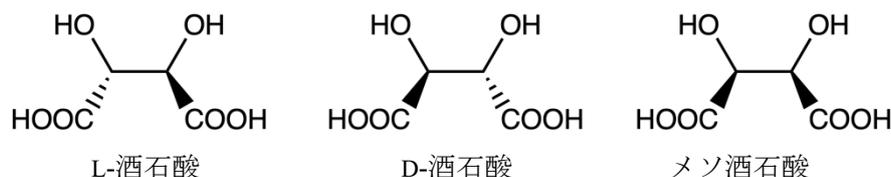


図 14. 酒石酸の立体異性体

- 問 15. (a) L-酒石酸のナトリウムカリウム塩  $\text{KNa}(\text{L-C}_4\text{H}_4\text{O}_6)$  を用いて調製されたフェーリング液中に存在する銅(II)錯イオン  $[\text{Cu}(\text{C}_4\text{H}_2\text{O}_6)_2]^{6-}$  の構造式を、置換基の立体配置が分かるように書きなさい。
- (b) ラセミ酸のナトリウムカリウム塩を用いてフェーリング液を調製すると、生成する銅(II)錯イオン  $[\text{Cu}(\text{C}_4\text{H}_2\text{O}_6)_2]^{6-}$  の立体構造はどうなるか。生成する可能性のある立体構造を過不足なく書きなさい (同じ構造のものを重複して書かないこと)。
- (c) 同じく、メソ酒石酸のナトリウムカリウム塩を用いてフェーリング液を調製したとき、銅(II)錯イオン  $[\text{Cu}(\text{C}_4\text{H}_2\text{O}_6)_2]^{6-}$  の立体構造として可能なものを過不足なく書きなさい。

還元糖が  $\text{Cu}^{2+}$  イオンを還元するのは、鎖状構造に含まれる  $\alpha$ -ヒドロキシカルボニル構造  $-\text{CH}(\text{OH})-\text{CO}-$  が原因である。この構造が塩基性条件で図 15 のようにエンジオール構造に異性化し、 $\text{Cu}^{2+}$  イオンに配位結合して反応するという機構が提案されている。その結果生じた糖の酸化生成物にも  $\alpha$ -ヒドロキシカルボニル構造があることから、さらに隣の炭素の方にも酸化が進行していく。なお、フェーリング反応は還元糖に対して特異的ではなく、アスコルビン酸 (エンジオール構造を持つ) や一部のアルデヒドもこの試薬を還元する。

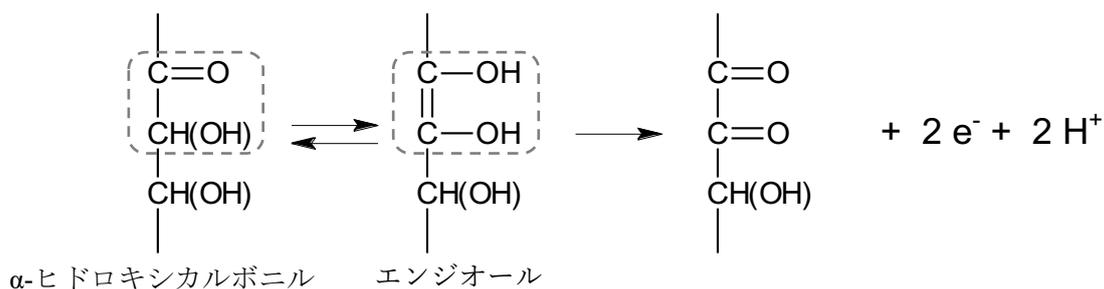


図 15. 鎖状構造の糖の酸化機構

- 問 16. 実験 1-1 の条件で、 $\text{Cu}^{2+}$  がすべて還元されて  $\text{Cu}_2\text{O}$  になったとすると、物質量で D-グルコース (分子量 180) あたり何倍の  $\text{Cu}^{2+}$  が還元されたか。ただし、溶液の濃度と計量の精度 (有効数字) は 2 桁とみなし、D-グルコース 1% 水溶液の密度は 1.0 g/mL で近似してよい。

以上ですべての問題は終わりである。

## 後片付け

実験で使用した器具は、以下の手順で洗浄または廃棄する。

- (1) ガスバーナーの元栓を閉じる。
- (2) 温度計をケースに入れる。
- (3) 湯浴に使ったビーカーの中の水は流しに捨てる。ただし、沸騰石はピンセットで摘んで回収し、ゴミ袋に入れる。
- (4) キムタオルは片付けでも使用する。使用済みのものはゴミ袋に入れる。ポリスポイトは、使用前・使用後にかかわらずゴミ袋に入れる。
- (5) 試験管の中の溶液はすべて、ろうとを乗せた廃液用ポリタンクに捨てる。固体は入って構わない。試験管の中を洗びんの水（3 mL 程度）ですすぎ、廃液用ポリタンクに捨てる。3回すすいたら、試験管の中に固体が付着していても構わないので、キムタオルの上において試験管立に逆さに立てる。
- (6) ポリ容器に残ったフェーリング液 A, B と褐色スクリー管に入った塩酸は、廃液用ポリタンクに捨てる。容器の中を 3 mL 程度の水ですすぎ、廃液用ポリタンクに捨てる。3回すすいたら、逆さにしてキムタオルの上に置く（キャップも）。
- (7) 無色のガラス製サンプル管に入っている薬品は捨てない。ふたをしてバットの中に並べる。
- (8) TLC で用いた展開槽、キャピラリーの入った容器、キャピラリー回収容器は、ふたをしっかり締めてバットに戻す。
- (9) 解答用紙に貼り付けなかった練習用および未使用の TLC プレートは、TLC プレート持ち運び用ケースに入れてバットに戻す。
- (10) その他の器具も元あった所に戻し、実験台の上を整頓する。
- (11) 問題冊子とコインライト（4種）、偏光板、マスキングテープは、クリアフォルダーに入れて持ち帰ってよい。指示が出たら、持参した筆記用具などの忘れ物がないように、実験室を退出する。

## 【事前実習】ガスバーナーの使用方法（試験開始前，全員一緒に行います）

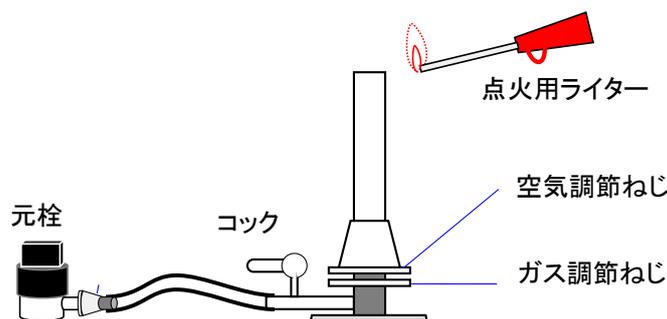


図 A ガスバーナーの模式図

図 A を見て元栓，コック，ガス調節ねじ，空気調節ねじの位置を確認した後に，以下の手順で点火および消火する。

- (1) 流し台で雑巾を濡らして絞りバーナーの近くに置く。
- (2) 空気調節ねじとガス調節ねじが閉まっていることを確認する。
- (3) 元栓，コックの順に開く。
- (4) 点火用ライターに火をつける。
- (5) 点火用ライターの火をガスバーナーの口に近づけてガス調節ねじを開けて点火する。
- (6) ガス調節ねじを回してガスの量を調整し炎の大きさを調整する。
- (7) 空気調節ねじを開け，炎の色が青色になるよう調整する。

図 B のように外炎が黄色や橙色の場合，不完全燃焼状態なので，外炎が青色になるまで空気調節ねじを開ける。

- (8) 消火時は空気調節ねじ，ガス調節ねじ，コック，元栓の順で閉栓する。

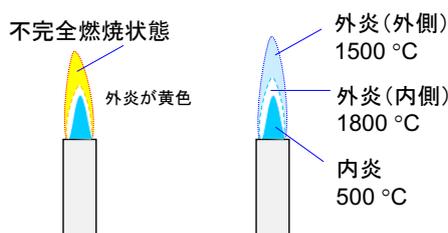


図 B 燃焼時の炎の様子

注意：三脚の上に置いた器具を加熱するときは，点火と炎の調整を行ってから，ガスバーナーを三脚の下に横からスライドして入れる。