

研究実験のてびき

東京理科大学理学部化学科
佐々木研究室

さあ研究だ！研究者への第一歩だ！

研究室に配属されたら、一日 24 時間 1 年 365 日「研究」に従事することになります。卒業研究は、教室や学生実験では学べなかった**具体的な研究のやりかた**を学ぶところから始まります。

化学の研究では、現実の物質が示す様々な現象や性質を調べることがまず基本です。相手とする現象は物理学的にも完全に理解されていないものかもしれません。競争相手は化学者ではなく物理学者であることも多いのです。現象を定式化することでは物理学者にかないませんが、我々にはとてつもない強みがあります。我々は物質を分子レベルから設計して作ることができるのです。我々は物質の探求者です。研究テーマによっては測定ばかりになるかもしれませんが、目標としているのはつねに、「望む物性を示す物質を分子レベルから設計すること」です。物理学や電子工学、光工学の研究者達は、様々な複雑な方程式には習熟していますが、具体的なモノを扱うという観点、すなわち物質を構成する分子の構造をどう見たらいいのか、どう扱えばいいのか、ということについては本当に素人です。それぞれの分野でもすごい業績をあげている先生でも、分子構造から物質を考え、具体的にその物質をつくる、ということについてはまずお手上げです。我々の強みはここにあります。

我々の研究では、化学の知識を基に分子構造を設計し、現実にそれを合成し、分子構造と物性との相関を調べていきます。これらのことは簡単ではありません。先ずテーマを理解し、その研究テーマをいかにして**現実**に進行させるのかを考え理解し、実行するのです。現実の研究を実行するとはどういうことでしょうか？研究の中ではほんの一部でしかない実験でも、いくつも考えなければならないことがあります。①望む物性と分子構造をどうやって結びつけるの？②その化合物の合成はどうするの？③出発原料は？④合成ルートは？⑤どんな反応で？⑥どんな器具で？⑦原料の精製法は？⑧反応の進行はどうやって確認するの？⑨反応の終わりはいつ？⑩どうやって反応液から目的物質を取り出すの？⑪危ない物質の廃棄方法は？⑫精製法は？⑬分子構造の確認は？⑭さて物性の測定はどうしましょう？⑮どの測定をどの装置で？⑯その原理と測定装置の中身は？⑰データの処理法と解釈は？これらのことを考えた上で実験を実行します。しかし、実験すると不測の事態に遭遇します。化合物が溶媒に溶けない！再結晶できない！カラムで分離しない！etc. etc. 何かあっても自分で考えて判断し、対処法を自分で見つけなければなりません。先輩や教員に聞いても、ちゃんとした答えが返ってこないことが多いです。しかも、使える時間には限りがあります。

職員の経験と研究方針に加えて、学生諸君各自の研究意欲と自発性によって研究は展開していきます。研究室生活を楽しまつつ、すばらしい成果を挙げるために最低限守って欲しい事柄を紹介します。

研究実験を安全に行うために

合成実験はできるだけ早く（遅くとも午前 10 時までに）開始し、早く終える事。前日に実験計画をよくたてて準備をしておき、朝、入室したら直ちに実験をスタートできるよう習慣づける。こうすれば、

一日のうちに数ステップの合成が実際にできるようになる。

実験室に入る際には最低限でも必ず「**防護メガネ**」を着用すること。目の防護は怠ってはならない。保護メガネをしていれば、万一予測できない事故が起こっても、失明だけは避けることができる。**自分が十分に注意しながら実験していても、他人が失敗をしてガラス破片やピペットの破片を飛散させ、それが目に入る可能性がある。**普段の実験では顔面全部を覆うフェイスガードの着用を強く勧める。フェイスガードはメガネより重く、話をし難い欠点はあるが、爆発や炎発生による被害から確実に顔面を守ってくれる。**常に最悪の状況を想定すること。**

皮膚や粘膜を傷つける腐食性の薬品を用いるときは、たとえ夏場であっても、長袖・長ズボンを着用し、**ゴム手袋**を着用すること。万一毒劇物に接触した場合は水道水で徹底的に洗浄し、佐々木に連絡を取りつつ、医療機関へ行く。有毒ガスを発生する恐れのある薬品を用いる実験は必ずドラフトの中で行い、必要に応じて防毒マスクを着用する。

ガラス管は見た目以上にもろいので注意。ゴム栓にコルクポラーで穴を開け、ガラス管を通す際には必ず手袋（軍手）をし、出来る限りガラス管は短く持ってゆっくりと通す。ガラス管が途中で折れて手のひらを貫いてしまう事故は、日本中でほぼ毎年起こっている。

深夜実験はしないこと。原則として、夜九時以降は新しい反応を仕込まないこと。実験ノートの整理、データの処理、文献調査などのデスクワークや、明日の実験の準備をするようにする。夜10時以降まで残るとき、あるいは休日登校して実験する場合には、事前に佐々木に連絡すること。万一事故（爆発、あたり一面水浸しになった、地震等で薬品が倒れた等）を起こしたり目撃した場合には、深夜であろうと休日であろうと、ただちに佐々木に連絡すること。**夜11時以降に残って実験する場合には、あらかじめ警備員室に届け出ておく。**

一人では絶対に実験しないこと。身近に助けがなければ、小さな事故でも被害を大きくすることになりかねない。危険な実験は、扱う薬品や起こり得る反応を予想することで見当をつけることができる。未経験の反応を行うときは、年長者の意見・注意をよく聞くこと。

実験台の近傍で新聞を読まない。気付かないうちに薬品の瓶を倒したり、風を起こして粉末薬品を飛散させたり、さらには引火したりすることがある。衣服に火がついて燃え上がったら、その場で床に寝ころんで消せ。走り回ると余計に炎が大きくなって大やけどになる。

よく見てよく聞いてよく調べてよく考えて、自分の身は自分で守る。

けが人は毎年絶対に出るので、傷の対処法を勉強しておくこと。これは研究以上に一生役に立つ。

音に注意しよう！

何か事故が起こる前兆は、音でわかることが多い。装置の不具合や、反応の異常、軋み、割れる音、等々。爆発直前には、いつもと違う音がすることが多い。真空オイルポンプの音にも注意。オイルポンプからモーター音以外の音がしているのは、真空ライン中に穴がある証拠。オイルポンプからの音は、気流があることを示している。冷却水の流れの異常も音でわかる。**イヤホンやヘッドホン付けて音楽聴きながら実験する奴はアホの典型。**彼らは大怪我する可能性を最大限に大きくし、さらに実験中の発見のチャンスをむざむざ放棄しているわけです。

退室時の注意

帰宅する際、各自の実験台の電気器具（スターラー、ドライヤー等）のプラグをコンセントから抜いておくこと。特に、加熱器具の電源が切れていることを確認する。また、冷却水を忘れずに止める。深夜の発火や漏水の発生は重大事故につながる。

各自が使用した実験台やドラフトの整理・整頓を心がけること。薬品の瓶や可燃性のゴミなどを放置しないこと。

部屋の清掃

実験室のゴミ箱は毎朝空にする。ゴミの放置は事故につながる。また、効率の良い実験を行うためにも、実験台や床のゴミは速やかに片づける。

薬品の管理

研究室で使用する薬品類はすべて有害物質である。洗瓶に入っている溶媒も全て毒物。有機溶剤は確実に皮膚に染み込み、細胞を破壊したり、細胞内で不測の働きをしたりする。間違ってもベンゼンやトルエン、クロロホルム等で手を洗ったりしないこと。研究室で扱う試薬には発ガン性物質も多いので、薬品を扱う際には**ゴム手袋とメガネ**を着用し、皮膚に薬品が接触しないように注意すること。「**取り扱い注意試薬ラボガイド**」は役に立つので、よく読むこと。内容的に面白いので普段から目を通しておくのがよい。各自が合成した物質は、すべて、**NMR、IR、元素分析、MS** で構造を確認し、サンプル瓶に保存する。サンプル瓶には、合成者の氏名、合成日、構造式、サンプル名を記入したラベルを貼付する。きちんと整理して保管すること。

有機金属試薬は特に注意して扱うこと。これらは不活性気体中（窒素とかアルゴンとか）で扱わなければならない。操作自体はそれほど難しくは無いが、ブチルリチウムなどは頻繁に用いるので、つい油断しがちである。しかし、雑な取り扱いをして発火した場合、消火器で対処不可能な状態に陥る。

溶媒

溶媒蒸留中は実験室を無人にしない。エーテル系溶媒の蒸留では、極少量の過酸化物が次第に濃縮されてくるので、絶対にカラカラになるまで留出させない。釜残を必ず残すこと。過酸化物の有無は必ず**ヨードカリでんぷん試験紙**等でチェックすること。冷却水が流れているか、加熱装置の設定は適切か、各自注意を払うこと。溶媒の精製を行う前に「実験のための溶媒ハンドブック」や「有機化学実験のてびき」などで精製法を確認すること。精製する溶媒と乾燥剤の組み合わせに注意する。間違えると発火したり爆発したりすることがある。溶媒蒸留時に使用した乾燥剤（五酸化リン、水素化カルシウム、水素化アルミニウムリチウムなど）は、蒸留終了後直ちに自分の責任で処理し安全を確認すること。

実験ノート

研究実験上の事柄はすべて実験ノートに記録する。記入にはボールペンを使用する。ノートには、

- (1) 日付
- (2) 実験の目的（たとえば反応式で表し、化合物や反応剤の分子式をつけておく）
- (3) 実験手順、実験条件
- (4) 結果、考察

を記入する。TLCの結果や元素分析の結果などはノートに貼り付けておく。自分以外のだれが読んでも理解でき、支障無く追試できるよう正確かつ詳細に記入する。歴史的発見をしたら自分の実験ノートが博物館入りすることになるので、人に見られて恥ずかしくないように記入すること。

測定データの保管

NMR、IR、DSC、GPC、XRD、2光波結合、4光波混合、等のデータのプリントアウトは、毎回、データが出た時点で整理してファイルしておくこと。その場でやらないと、いつまでもできなくなる。ファイルはパンチで穴を開けて束ねるフラットファイルを用いること。レバー式（EGファイル等）は穴開けが無いので簡単で便利そうに見えるが、データが多くなると簡単にバラける。スキャナーで取り込んでpdfファイルするのも有用であるが、時間が経つとファイルの中身がわからなくなるので、やはりプリントアウトをフラットファイルに整理しておく必要がある。測定データは本人だけでなく、多くの人が閲覧するものである。個人の趣味ではなく、一般的に受け入れられる様式で保存しなければならない。ちなみに元素分析は0.3%以内の誤差で計算値と一致していないと話にならないので注意のこと。データには、試料の構造式や測定条件、日付を必ず書いておくこと。

レーザー、光学部品の取り扱い

レーザー光線は一般の光とは異なり、微弱であっても危険であるので、絶対に目に入れてはならない。レンズやサンプル表面からの反射光に気を付ける。レーザー光を手当てしても何も感じないことが多いが、目に入れた場合は、一瞬で網膜は破壊され、再生は不可能である。かならず防護メガネを着用すること。光学素子（プリズム、レンズ等）は素手で触ってはならない。手の脂がレーザー光によって反応し、素子をダメにしてしまう。光学部品はどれも高価なので、落としたりして壊さない様に注意深く取り扱うこと。それぞれの素子の役割、原理、使用上の注意をよく理解してから使用すること。データ収集には受光素子からの電圧信号をA-Dコンバーターでデジタル化してパソコンに取り込むことになるが、それぞれの応答特性や電圧特性を把握しておかないと科学的データにはならない。応答が1msの受光素子で測定しているくせに、「300 μ sの応答時間が得られました！」と言う馬鹿はわりとたくさんいる。シャッターの応答時間もちゃんと測定して把握しておくこと（計測は容易である）。干渉の実験を行う時には、光の偏光も必ず確認すること。

英語

理系研究者にとって、習得することが必要不可欠なものが英語。科学研究の成果は英語で発表される。したがって、我々が目にする科学の最新情報は全て英語である。ゼミでは、世界の最先端の論文を読んで皆の前で報告（発表）する。英語の能力が無ければ、せつかくのゼミが英語能力の駄目さでパアになって先輩方に迷惑をかけたたり、学会や論文の英語が書けなくて往生したりすることになる。科学（理学&技術）に従事する者は、英語ができなければそれで終わり。少なくとも現時点では、科学は英語だけで伝えられている。日本語で書かれた論文の価値は低く、存在自体忘れ去られてしまうことが極めて多い。

英語は普段から勉強すること。英語教材はなんでもいいから、何かを毎日やること。語学は、たくさん聞いてたくさん読んでたくさん書くしかない。ただし、「たくさん聞く」は落とし穴がある。ただたくさん聞いてもだめ。シャドーイングや音教材全部丸暗記をやること。「とりあえずちょっとやる」はぜ

んぜんやらないのと同以下。なるべく多くの単語を覚え、文章を覚え、瞬間英作文をやり、優れた英文の音読をやりまくる。英語の教材はなんでもいいから、一冊買ったなら、全部隅々まで覚えること。「科学英語」だとか「論文英語」だとかいうものを気にすることはない。英語上達のコツは、なんでもいいから英語の勉強を習慣化することである。

火を出した時の緊急対応

まず、大声で火災の発生をフロア全体に知らせる。そして警備員室に連絡(内線5000)。

おちついて初期消火活動。

怪我をした時の救急対応

まずは1号館3階の保健室に行く。平日は朝8:30~20時、土曜日は8:30~19時まで開いている。

保健室 内線1645 ダイヤルイン 03-5228-8129

保健室が開いていない時間帯に大怪我をした場合は、警備員室に連絡(内線5000)する。

必ず佐々木に連絡する。

佐々木携帯 090-8052-8686

佐々木自宅 048-463-3283