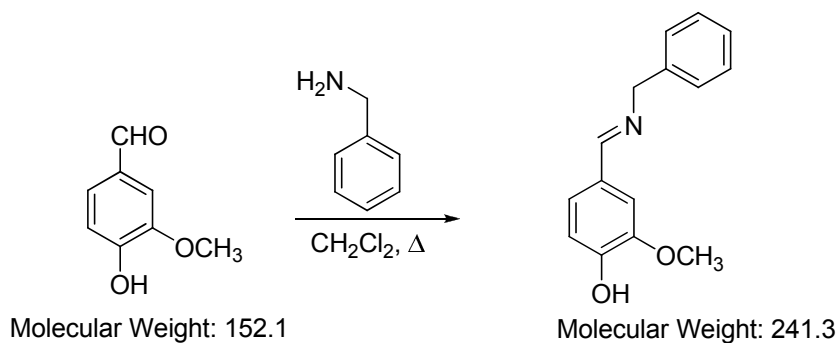




問題 30. バニリンとベンジルアミンとの縮合反応

1. 導入

バニリンは分子式 $C_8H_8O_3$ を持つフェノリックアルデヒド（訳注：日本語としては？であり、意識すればフェノール性ヒドロキシ基を持つベンズアルデヒド誘導体）である。即ち、アルデヒドとエーテル、フェノール性水酸基の三種類の官能基を持つ。この化合物は、食品や飲料品、医薬品の香り付けに用いられる。バニリンは最初はバニラ (*Vanilla planifolia*) から抽出されたものである。バニリンのアルデヒド基部分は、バニリンとアミン類との縮合反応により、エナミン誘導体やイミド類に容易に変換できる。これらの化合物は、有機合成化学や医薬品化学において、合成部位として広く応用されている。



2. 試薬

- バニリン: 1-2 g
- ベンジルアミン,
- ジクロロメタン: 20 mL,
- 無水硫酸ナトリウム, Na₂SO₄
- 酢酸エチル
- ヘプタン



3. 実験器具及びガラス器具

- 三角フラスコ, 250 mL
- 目盛り付き注射器, 10, 25, 50 mL
- ベローズピペット (訳注: スポイト付きのプラスチックの一体型の液体を移す簡易ピペット),
- ビーカー, 50 mL,
- ホットプレートつきスターラー,
- スパチュラ (訳注: 小型薬さじ),
- ブフナーロートと濾紙と吸引ビン (訳注: 吸引ビンは、濾過鍾かもしれません)
- 分液ロート
- 融点測定器、融点測定用毛細管,
- 小型キャップ付き瓶,
- キャップ付き瓶, 20 mL
- 薄層クロマトグラフィー(TLC)用キャピラリー,
- 薄層クロマトグラフィー(TLC) (254 nm紫外線蛍光剤付),
- TLC展開槽,
- 磁気攪拌装置,
- 氷浴.
- 50 mL ナス型フラスコ
- 還流冷却管
- 磁気攪拌子
- ロータリーエバポレーター

(注: 赤字の試薬と器具は、原文には書かれていないが、実験操作上必要なため取り纏め人が付け加えた。)



4. 実験手順

1. バニリン1.0 gを乾燥した50 mLナス型フラスコに入れ、そこに溶媒としてジクロロメタン10 mLを加える。室温にて10分攪拌し、それから、ベンジルアミン0.7 gとNa₂SO₄ 2.0 gを同時に加える。
2. 反応混合物を還流条件下（65-67°C）（訳注：この範囲なら良いということです）90分更に攪拌し、フラスコを室温まで冷却する。
3. 40 mL（訳注：希釈のための溶媒が原文では欠落している。水？）で反応溶液を薄め、よく混ぜる。
4. 反応混合物を分液ロートに移し、30 mLのジクロロメタンで抽出を行う。更に、30 mLのジクロロメタンで有機層を2度抽出する。
5. 抽出した有機層を硫酸マグネシウムにて乾燥する。ブフナーロートを用い、有機層を濾過する。固体を捨て濾液を集める。
6. ロータリーエバポレーターにより濾液の溶媒を留去し、生成物を得る。
7. 薄層クロマトグラフィー法を用いて粗生成物の純度を確認する。シリカゲル板(Silica Gel PF-254)を用い、紫外線ランプ（254 nm）を用いてスポットを見なさい。展開液には、酢酸エチル：ヘプタン 15:85を用いること。

注意：フード（ドラフト）でこの実験は行うことを勧めます。（訳者より；塩化メチレンを用いますので、廃液について注意が本来あるはずです。）

5. 質問とデータ解析

1. 得られた生成物を秤量しなさい。
2. イミン合成の反応機構をかきなさい。
3. この実験におけるNa₂SO₄の役割は何か？