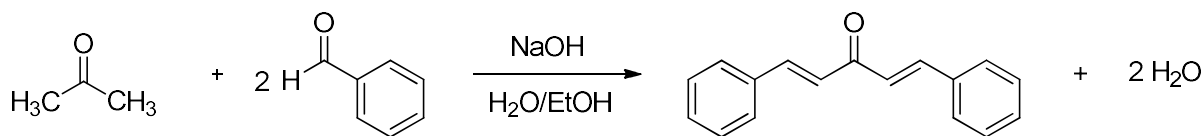


実験問題 P1: ジベンジリデンアセトンの合成

この問題では、アセトンとベンズアルデヒドからジベンジリデンアセトン(DBA)をアルドール縮合により合成する。



アルドール縮合によるDBAの合成

試薬類

水酸化ナトリウム	腐食性	H290-H314; P260-P280-P303 + P361 + P353-P304 + P340 + P310-P305 + P351 + P338
ベンズアルデヒド	吸入により有害	H302 + H312-H315; P264-P270-P280-P301 + P312 + P330-P302 + P352 + P312-P501
アセトン	可燃性	H225-H319-H336; P210-P233-P261-P280-P303 + P361 + P353-P370 + P378
95% エタノール	可燃性	H225-H319; P210-P233-P280-P303 + P361 + P353-P337 + P313-P370 + P378
酢酸エチル	可燃性	H225-H319-H336; P210-P233-P261-P280-P303 + P361 + P353-P370 + P378
TLC 展開溶媒 (シクロヘキサン/酢酸エチル 3:1)	可燃性	H225-H304-H315-H319-H336-H410; P210-P233-P261-P273- P280-P301 + P310-P331-P501-P303 + P361 + P353- P370 + P378

ガラス器具と装置

二口フラスコ, 250 mL, 1 個
 メスシリンダー, 10 mL, 1 個
 メスシリンダー, 100 mL, 1 個
 三角フラスコ, 50 mL, 1 個
 三角フラスコ, 100 mL, 1 個
 吸引びん, 500 mL, 1 個
 滴下ろうと, 1 個
 秤量皿, 1 個
 ペトリ皿, 1 個, 1 個
 電子天秤(0.01g 単位), 1 台
 冷却管, 1 個
 大きなブフナー漏斗, 1 個
 結晶皿, 1 個

ガラス漏斗, 1 個
温度計, 1 個
マグネチックスターラー, 1 台
磁気回転子, 1 個
スタンド, 1 本
TLC サンプル用バイアル, 3 個
TLC 展開槽, 1 個
TLC プレート(蛍光指示薬配合), 1 枚
ろ紙
パスツールピペット
スパチュラ
TLC 用キャピラリ
クランプ
TLC 用 UV ランプ
乾燥オーブン (80 °C)

手順

1. 250 mL 二口フラスコをクランプで固定し、脱イオン水を35 mL 加える。さらに、磁気回転子と約3.2 g の水酸化ナトリウムを加え、よく攪拌する。
2. 水酸化ナトリウムが全て溶けたら、95%エタノールを30 mL 加える。反応容器を氷浴を用いて20-25 °C まで冷ます。このとき、フラスコの下に氷浴を設置し攪拌を続けることで、目的の温度までうまく冷却できる。
3. 二口フラスコの中央の口に冷却管を付け、側部の口に滴下ろうとを付ける。このとき、滴下漏斗のコックを閉めるよう注意する。
4. 50 mL 三角フラスコを用いて、7.6 mL (7.9 g)のベンズアルデヒドと2.8 mL (2.2 g)のアセトン混合する。
5. 4の溶液が均一になったら、滴下漏斗へ移す。そして溶液のうち半分を、徐々に二口フラスコ内に加える。数分後、黄色いもやもやしたものが現れ、続いて黄色いふわふわした沈殿が生じる。
6. 反応混合物をさらに15分攪拌する。その後、残りの半分のベンズアルデヒド-アセトン混合物を滴下する。

7. 反応混合物をさらに15分攪拌する。
8. 生成物の黄色固体を、ブフナー漏斗を用いて吸引ろ過によりろ集し、50 mL の(冷たい)蒸留水により洗う。この洗浄を計3回、繰り返し行う。得られた固体を5分間風乾する。
9. 得られた粗生成物を約20-25 mL の酢酸エチルから再結晶する。100 mL 三角フラスコを用いて行う。
10. 吸引ろ過により再結晶した生成物をろ集する。結晶をブフナー漏斗上で5分間風乾する。
11. ペトリ皿の重量を量り記録する。再結晶した生成物をペトリ皿に移し、80 °C のオーブンで乾燥させる。
12. 乾燥した生成物の重量を量り、収率を計算する。
13. 再結晶した生成物と、ベンズアルデヒドと DBA の標品について、TLC 分析を行う。展開溶媒にはシクロヘキサン/酢酸エチル(3:1)の混合溶媒を用いる。これにより再結晶した生成物の純度を確認し、また各化合物の R_f 値を記録する。