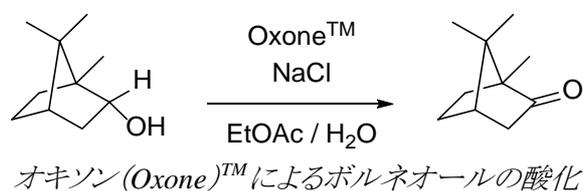


## 実験問題 P2: (-)-ボルネオール の (-)-カンファー への酸化

この問題では(-)-ボルネオールをペルオキシ-硫酸カリウム (MPS) と塩化ナトリウムにより酸化することで(-)-カンファーを合成する。MPS はオキソン™として市販されており、酸化力が高く、取扱いやすい安定な固体であるという理由からよく用いられている。また、生じる硫酸塩には毒性がない。



### 試薬

脱イオン水		
(-)-ボルネオール (2.0 g, 13 mmol)	引火性	H228-H317; P210-P280
塩化ナトリウム (NaCl, 0.2 g)		
オキソン™ (2KHSO <sub>5</sub> · KHSO <sub>4</sub> · K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) (4.8 g)	強い酸化剤	H314; P260-P280-P303 + P361 + P353-P304 + P340 + P310-P305 + P351 + P338
亜硫酸ナトリウム		
無水硫酸マグネシウム (または無水硫酸ナトリウム)		
酢酸エチル (50 mL)	引火性	H225-H319-H336; P210-P233-P261-P280-P303 + P361 + P353-P370 + P378
ヨウ化カリウムデンプン紙		

### ガラス器具および実験器具

丸底フラスコ (または三角フラスコ) 100 mL 1つ  
 ナシ型フラスコ 1つ  
 磁気回転子 1つ  
 マグネティックスターラー 1つ  
 ロート 1つ  
 ろ紙  
 ガラス棒 1つ  
 メスシリンダー 50 mL 1つ  
 メスシリンダー 10 mL 1つ  
 三角フラスコ 100 mL 3つ  
 分液ロート 125 mL 1つ  
 昇華精製装置 1つ  
 スタンド 1つ  
 秤量皿  
 ペトリ皿 1つ  
 葉さじ  
 ムッフ、クランプ、カットリング  
 ロータリーエバポレーター

## 融点測定器

### 実験手順

1. 100 mL 丸底フラスコをクランプで固定し、2.0 g の(-)-ボルネオールと10 mL の酢酸エチルを加える。磁気回転子を入れ、溶けるまで攪拌する。
2. 攪拌を続けながら、フラスコに 4.8 g のオキソン™を加え、続けて 0.16 g の塩化ナトリウムと 3 mL の脱イオン水を加える。
3. 室温で 50 分間激しく攪拌する。さらに 0.06 g の塩化ナトリウムを加え、もう 10 分間攪拌を続ける。カンファーを抽出する前に、反応を完結させ過剰の酸化剤を還元処理しなければならない。
4. フラスコに30 mL の脱イオン水と薬さじ2杯分の亜硫酸ナトリウムを加え、塩がほとんど溶解するまで攪拌を続ける。ヨウ化カリウムデンプン紙を使って水層に酸化剤が残っているか確認する(水層に先端を少し浸けたガラス棒をデンプン紙につける:色が黒くなれば酸化剤が残っている)。酸化剤が残っていたら薬さじでもう1杯の亜硫酸ナトリウムを加え、ヨウ化カリウムデンプン紙で酸化剤が検出されなくなるまで繰り返さない。
5. フラスコの内容物をすべて分液ロートに移し、水層と有機層を分離する。さらに水層を 10 mL の酢酸エチルで3回抽出する。
6. 集めた有機層を無水硫酸マグネシウム(または無水硫酸ナトリウム)で乾燥させる。自然ろ過により溶液をろ集して、あらかじめ秤量したナスフラスコに移し、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去する。白色固体として得られる粗生成物の重量と融点を記録する。
7. 固体状の粗生成物を昇華により精製する。精製したカンファーの重量と融点を記録する。
8. 生成物の収率を計算する。

### 補足

以下の操作は本大会の試験には出題されない:

- 分液ロートを使っての混ざり合わない溶媒間の抽出
- ロータリーエバポレーターの使用
- 昇華
- 融点測定器の使用