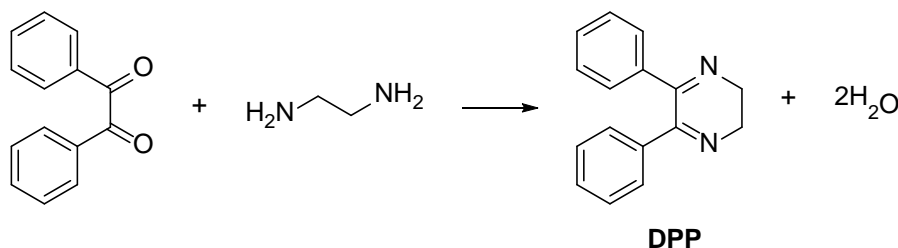


## Problem P6. 2,3-ジヒドロ-5,6-ジフェニルピラジン

イミン(imine)は炭素-窒素二重結合を有する官能基あるいは化合物の呼称である。イミン化合物のなかにはしばしば Schiff (Schiff)塩基と呼称されるものもある。イミンは抗菌、抗ウイルス、抗がん剤の開発をはじめ、広範な場面においてその有用性が発揮されている。イミンはまた酵素反応においてよく出現する中間体であり、錯体化学においてよく使われる配位子でもある。ナノテクノロジーの分野では水処理、カプセル化、機能性磁性ナノ粒子の生産過程で用いられる。

この実験ではベンジルとエチレンジアミンを出発物とし、イミン形成反応を介して 2,3-ジヒドロ-5,6-ジフェニルピラジン(DPP)を合成することが求められる。



### 化学物質

物質	名前	状態	GHS Hazard 表示
C <sub>14</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	ベンジル	固体	H315, H319, P302 + P352, P305 + P351 + P338
H <sub>2</sub> NCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	エチレンジアミン	液体	H226, H302 + H332, H311, H314, H317, H334, H412, P210, P273, P280, P301 + P330 + P331, P302 + P352, P304 + P340, P305 + P351 + P338, P308 + P310
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	エタノール	液体	H225, H319, P210, P305 + P351 + P338

### ガラス器具と実験装置

- 1 250 mL 丸底フラスコ

- 1 スターラーバー
- 1 10 mL ピペット
- 1 還流冷却器
- 1 100 mL ビーカー
- 1 500 mL 結晶皿
- 1 ブフナー漏斗
- 1 吸引びん
- 1 ろ紙
- 1 TLC 展開瓶
- 1 TLC プレート
- 1 UV ランプ
- 1 ホットスターラー
- 1 氷浴

### 実験手順

1. 250 mL 丸底フラスコに 95%エタノール 30 mL を加え、加熱しながら 10 g のベンジルを溶かす。68%エチレンジアミン 4.5 mL を加える（エチレンジアミンの濃度が異なる場合は当量をそろえていけばよい）。

2. 還流冷却器を取り付け、混合物を攪拌しながら 45 分間水浴で加熱する。(加熱還流の器具については図 P4.1 を参照すること)
3. フラスコに結晶が生成しないならば、過飽和した熱い反応液を 100 または 150 mL ビーカーに手早く移す。これによりフラスコから結晶を取り除く面倒が省ける。
4. たいていの場合溶液をビーカーに注ぐとすぐに結晶化が起こる。十分に反応液を加熱しているとエタノールが沸騰するので注意すること。反応液を室温まで放冷したのち、ビーカーを氷浴につける。(再結晶の詳細は P5.8 を参照すること)
5. エタノールが十分に冷やされていれば、生成物が溶媒に溶けることによるロスは無視できる。結晶を吸引ろ過し、少量のエタノールで洗ったあと、風乾させる。(吸引ろ過装置については P5.7 を参照すること。)
6. 乾燥した生成物を秤量し、収率を計算する。
7. 融点を決定し、TLC 解析用に生成物を一部保存する。(高純度の DPP は 161.5–162.5 °C で融解する)
8. 再結晶させた生成物と参照用のベンジル(出発物)を用いて TLC 分析を行う。(TLC 分析の手順例については P5.12 を参照すること)

9. 各化合物の  $R_f$  値を記録し、再結晶させた DPP の純度を確かめる。

## 問題

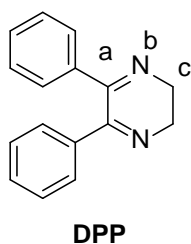
P6.1. DPP が酸化された時の生成物は何か。

P6.2. DPP の酸化生成物は芳香族性を持つか。

P6.3. 次の反応剤または実験操作のうち、DPP の酸化に用いられるものはどれか。

- 2,3-ジクロロ-5,6-ジシアノベンゾキノン(DDQ)
- 空気中で加熱
- $\text{Et}_3\text{N}$
- $\text{Na}_2\text{CO}_3$
- 減圧下で穏やかに加熱

P6.4. DPP の窒素原子(**b**)と炭素原子(**a** と **c**)の混成軌道はそれぞれ何か



P6.5. エチレンジアミンの代わりに 1,3-プロパンジアミンと 1,4-ブタンジアミンを用いたときの生成物の構造式をそれぞれ描け。