

王 舒揚

薄層クロマトグラフィーを利用した反応追跡

1 2 2 9 1 0 4 6 王 舒揚

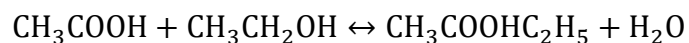
2022年6月29日 | 直した

原理

エステル化反応

エステル化反応とは、酸とアルコール、フェノール類の水酸基 (-OH) を濃硫酸で脱水縮合させて、エステルという物質を生成する反応である。エステル化反応には、カルボン酸のカルボキシル基 (-COOH) と水酸基の脱水縮合でカルボン酸エステル (-COO-) を生成するもの、リン酸 (H₃PO₄) と水酸基の脱水縮合で第二リン酸 (-O-POOH-O-) を生成するものなど、種々のものがある。

例…



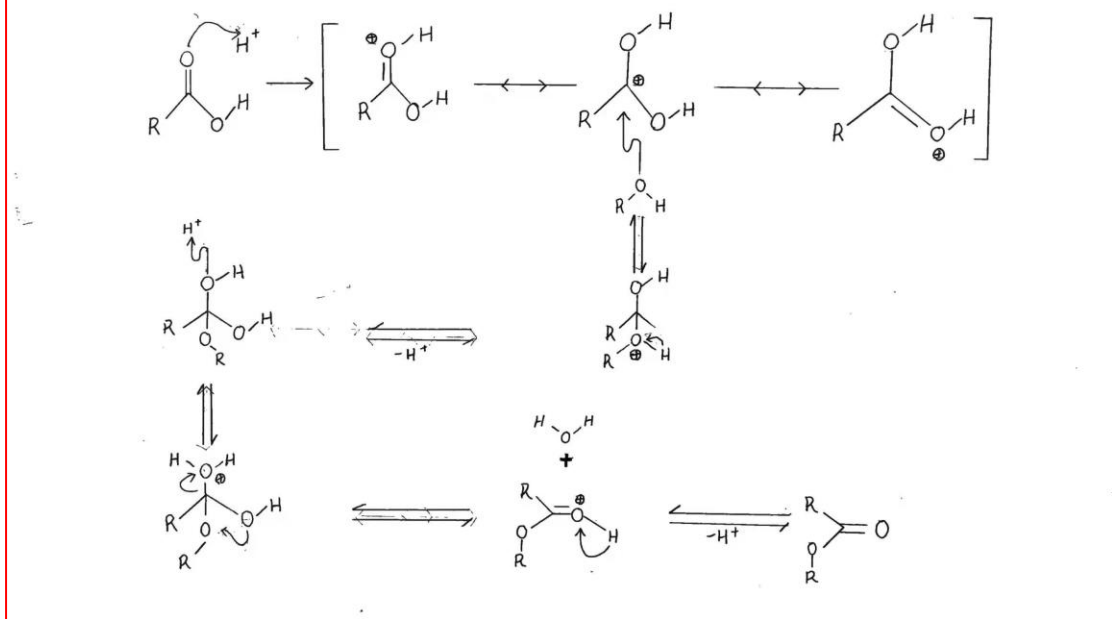
CH₃COOH : カルボン酸

CH₃COOHC₂H₅ : カルボン酸エステル

フィッシャーエステル化反応

反応機構…

フィッシャー-エステル合成反応の反応機構



フィッシャーエステル化反応の反応機構=図①

薄層クロマトグラフィーで反応追跡

化学反応の反応は肉眼で見えないので、反応開始から様々なタイミング*に、

TLCで反応の進行が肉眼で確認できるようになる。*

TLCで反応の可視化

スポットした化合物と充填剤の極性の差は、R_f 値と負の相関がある。TLCに充填したシリカゲルは、ケイ素と酸素が結合しているため、極性の高いシラノール基を持って、極性の高い官能基を持つ化合物は、シラノール基と強い水素結合をすることができる。官能基を持つ化合物の極性が非常に低く、水素結合

を形成できなくて、シラノール基と結合しにくい。だから、シラノール基で、極性の高い化合物は Rf 値が小さくなりやすく、極性の低い化合物は Rf 値が 1 に近くなりやすい。

タイミング

今回の実験は、5 分後、15 分後、30 分後、60 分後の反応溶液を TLC で確認する。

実験操作・結果

ジャッキの上にホットスターラーを乗せて、オイルバスに乗せた。

200 ml のナス型フラスコを設置し、200 ml のナス型フラスコを半分に浸る程度に設置した。

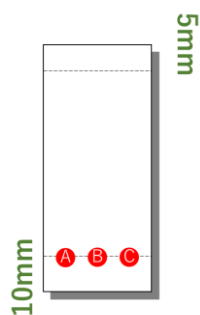
薬包紙で安息香酸を 3.00 g に測って、1 個のフットボール型の攪拌子と一緒に 50 ml のメタノールに入れた。

スターラーの電源を入れ、

40°Cに設定し、攪拌子を回転させながら、試薬を溶解させた。

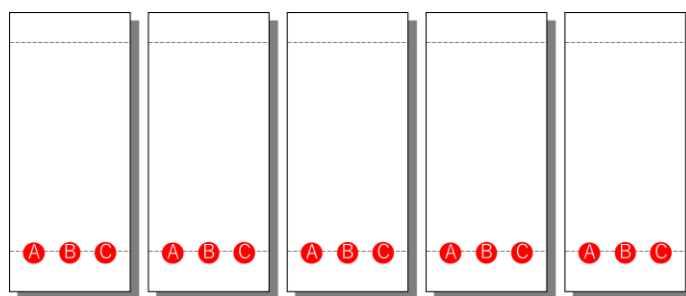
反応開始直後(0分後)、5分後、15分後、30分後、60分後で反応の進行状況を TLC で確認した。

TLC を鉛筆で上から 5mm、下 10mm に線を書いて、下の線に 3つの点を書いた。



TLC = 図②

このような TLC を 5枚準備した。



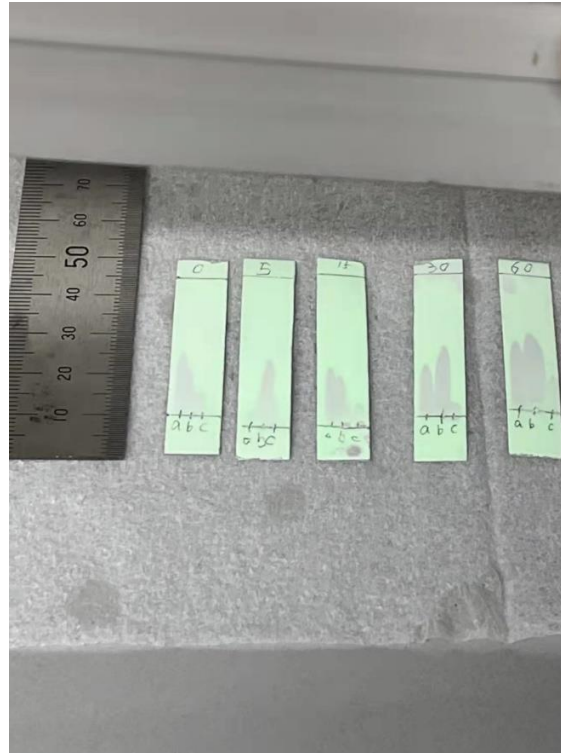
TLC = 図③ (0分後、5分後、15分後、30分後、60分後)

A : 安息香酸

B : 安息香酸 + 反応溶液

C : 反応溶液

試薬がスポットされた TLC を UV ランプ (254 nm) で発色させた。



TLC = 図④

実験結果によって、グラフを作った。=シート①

時間/min	0	5	15	30	60
Rf_A	0.42	0.14	0.42	0.42	0.57
Rf_B	0.34	0.42	0.40	0.57	0.61
Rf_C	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14

60分後、ジャッキを下げてフラスコをオイルバスから出して、溶液を冷却した。

磁石でフットボール型攪拌子を取り出し、スリをきれいにした。

エバポレーターで溶媒を減圧留去した。



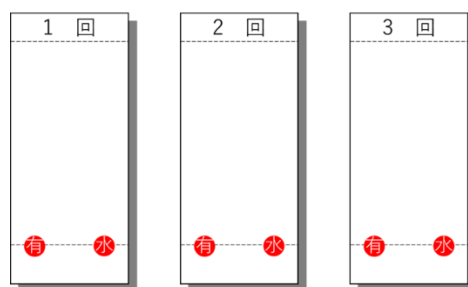
減圧留去して残った溶質=図⑤

エバポレーターで溶媒を減圧留去した。

残渣をクロロホルム 100 mL に溶解させ、分液漏斗に入れた。

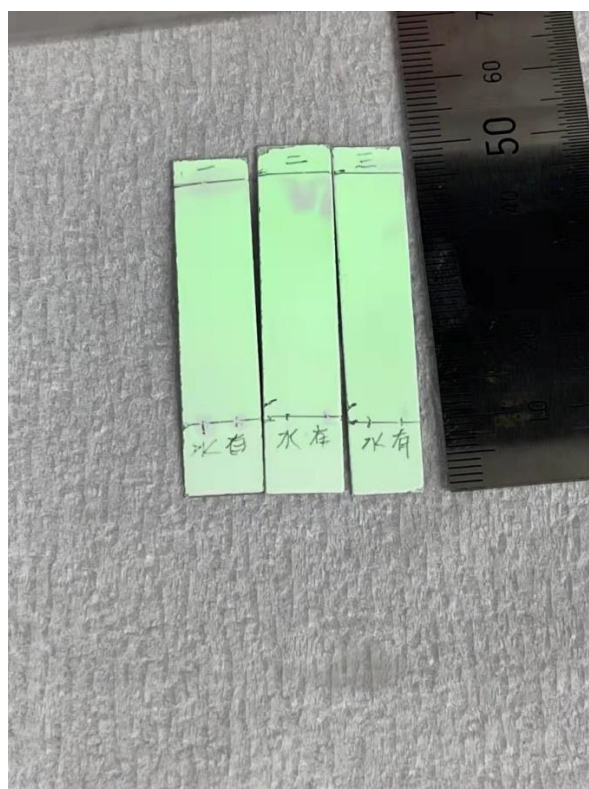
分液漏斗に 5%炭酸水素ナトリウム水溶液 50 mL を加え、分液操作をした。

有機層と水層を分けて TLC に三回でスポットした。



TLC = 図⑥

試薬がスポットされた TLC を UV ランプ (254 nm) で発色させた。



TLC = 図⑦

実験結果によって、シートを作った。=シート②

回数	1	2	3
Rf_有機層	0	0	0
Rf_水層	0	0	0

実験結果の分析

考察によって、以下の分析が出した。

反応時間と TLC の関係は？

シート①によって、化学反応が進むとともに、安息香酸+反応溶液の混合溶液の Rf 値が高くなって、反応溶液自身の Rf 値があまり変わっていないと考える。

分液操作によって、物質の相間の移動は？

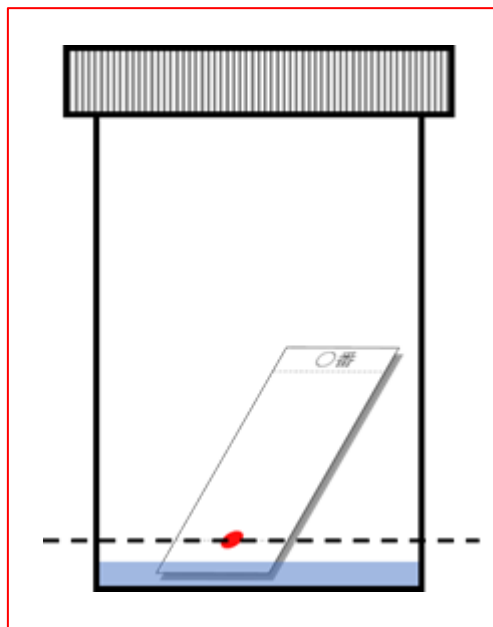
シート②によって、TLC で分液操作による物質の相間の移動はあまり発見しなかった。

実験操作が間違えて、使えないデータを作った。

実験操作の間違いを分析して、「展開溶媒を適当の量で容器に入れる」の手続きには、操作の間違いがあったと考えた。

入れた展開溶媒の深さは 10mm より高くにした。展開溶媒の深さは 10mm

より低くにすること



正しい例=図⑧

設問

原子・分子レベルの化学反応は、肉眼でその進行状況を判断することが難しい。今回の実験で使用した薄層クロマトグラフィー法は、操作と装置が簡単で、発色が易くて、展開速度が速いと思って、作物の農薬残留の分析に使用できると考える。

参考文献

ナノバイオラボベーシックAのテキスト

結果から見ると、うまく反応が進んでいなかったようですね。もし、今回の実験の内容がよくわからない、ということであれば、遠慮なく質問に来てください。

実験ノートですが、なかなか日本語で書きながら実験するのは難しいと思いますが、まず予習分として、その日に使う試薬の性質を調べておくようにしましょう（自分と周りの人の安全を守るためです）。それから、操作の予習（シミュレーション）をして、実験中に次の操作は何をする？などと迷わずにできるようにしておきましょう。また、実験ノートは実験に関するあらゆる事柄を書いておくものです。実験中に実際に行った操作や、観察して気づいたことなども書いておくようにしましょう。