

王 舒揚

クロマトグラフィーとその原理

1 2 2 9 1 0 4 6 王 舒揚

原理

「クロマトグラフィー」は化学反応の進行や分子の存在、状態を確認するし方の一つである。
分子は小さいので、可視化するため、「発色法」を行う。

発色法

発色法は分子の発色に関する科学性質や分子の官能基と試薬の化学反応で色素分子の色調変化を利用して、分子を可視化にする。

今回の実験は6つの発色法を使う。＝シート①

I. UV ランプ (254 nm)	紫外線 (254 nm)	緑色
II. UV ランプ (365 nm)	紫外線 (365 nm)	蛍光
III. ヨウ素発色法	ヨウ素	褐色
IV. DNPH (ジニトロフェニルヒドラジン) 発色法	DNPH	黄色やオレンジ色
V. ニンヒドリン発色法	第1級、第2級アミン	紫色
VI. カメレオン溶液 (過マンガン酸カリウム) 発色法	カメレオン溶液	紫色や黄色*

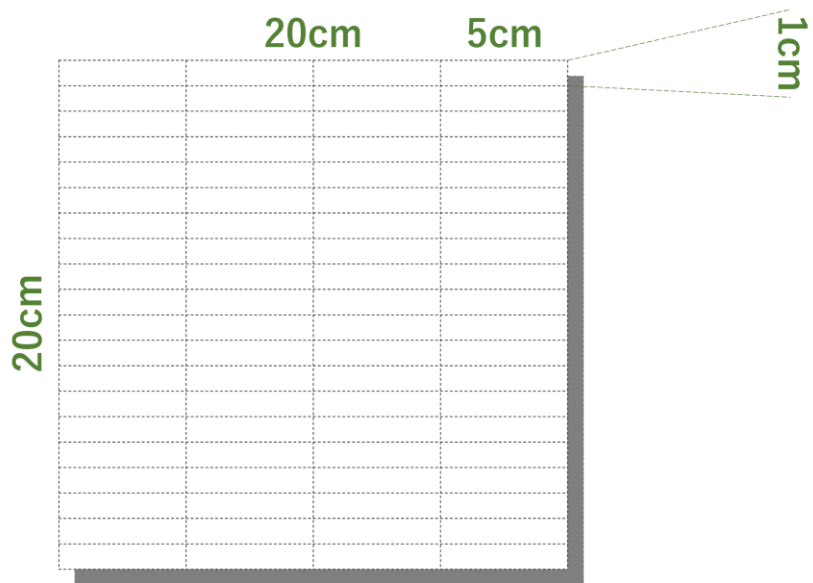
*過マンガン酸カリウムと反応する官能基がある場合は黄色

実験

基礎実験

TCL を準備した。

一枚の 20*20(cm)サイズの大きい TLC を、カッティングマットと金属製誘定規、カッターナイフを使って、1*5(cm)サイズの小さい TLC を 80 枚に作った。



TLC=図①

キャピラリーを作製した。

実験を行った。

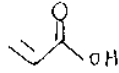
小さい TLC を 7 枚取って、鉛筆を使って TLC に 10 個の点を書いた。



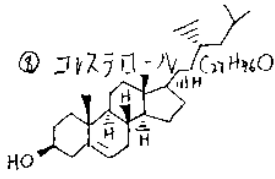
点を書かれた TLC=図②

各点に以下の①～⑩の試薬をキャピラリースポットした。

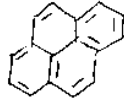
④ アクリル酸 $C_3H_4O_2$



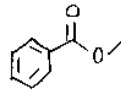
⑦ アニリン C_6H_7N



⑨ ビロリン $C_{16}H_{10}$



⑩ 安息香酸メチル $C_8H_8O_2$



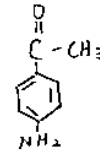
① 2-ナフトール $C_{10}H_8O$



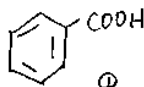
② フトリセン $C_{14}H_{10}$



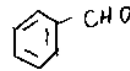
③ p-アミノアセチル $H_2N-C_6H_4-CO-CH_3$



④ 安息香酸 $C_7H_6O_2$



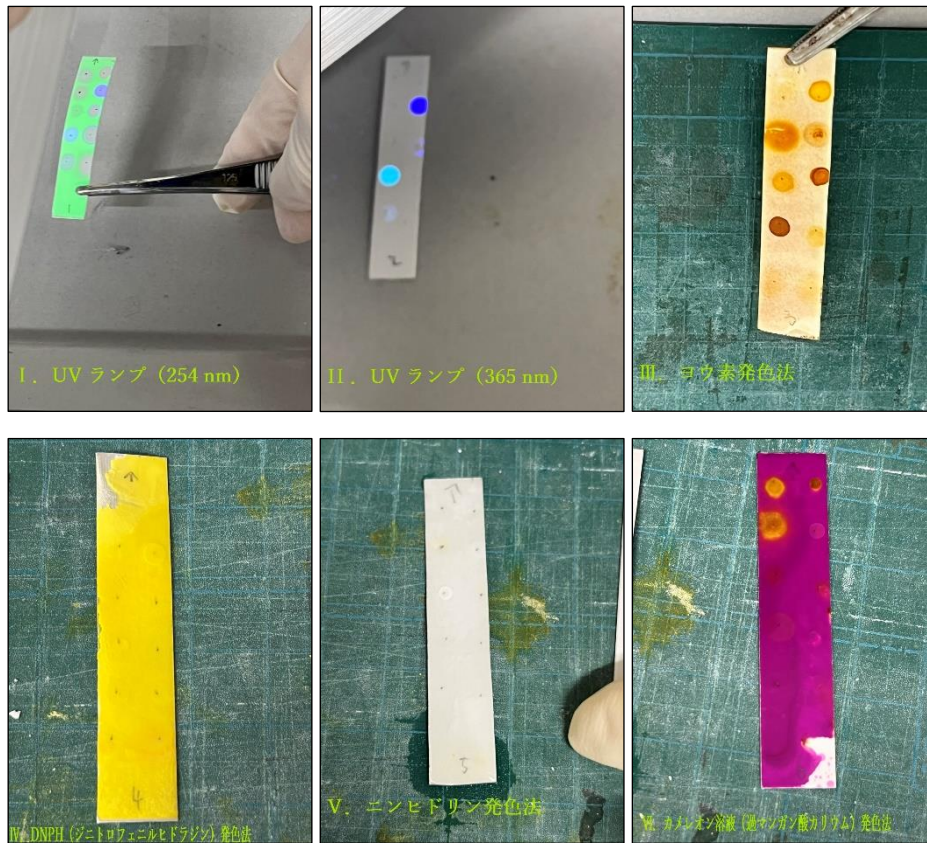
⑤ ベンズアルデヒド C_7H_6O



①	②	③	④	⑤
光性: 蛍光性	光性	UV	UV	UV
官能基: ヒドロキシル		アルデヒド基, 外環, 2,2,6,6-テトラメチル, DNPH, UV	カルボキシル基, UV	アルデヒド基, DNPH, UV
⑥	⑦	⑧	⑨	⑩
光性:				
官能基: カルボキシル, アルデヒド, カルボニル	アルデヒド基, UV	縮合, ヒドロキシル, UV	縮合, UV	外環, DNPH, UV

① ~⑩の試薬=図③

試薬がスポットされた TLC を 6 枚がシート①に書いた発色法によって発色させて、1 枚が比較として使われた。



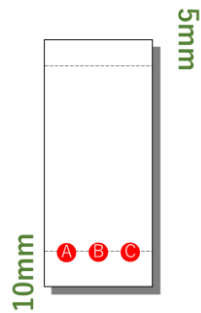
結果を得た。

実験結果によって、以下発色有無のシートを作った。=シート②

	①	②	③	④	⑤	⑥	⑦	⑧	⑨	⑩
I	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
II	×	○	×	×	×	×	×	×	○	○
III	○	○	○	×	×	×	○	○	○	×
IV	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
V	×	×	×	×	×	×	×	○	×	×
VI	○	○	×	×	×	○	○	×	×	×

試薬の濃さの影響

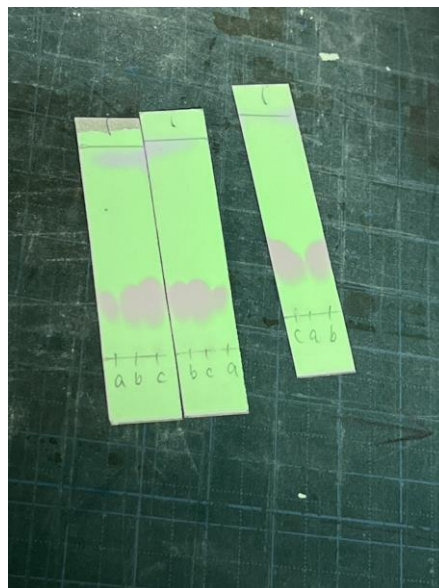
TLC を鉛筆で上から 5mm、下 10mm に線を書いて、下の線に 3 つの点を書いた。



TCL = 図③

2-ナフトールを取り出し、(A)に 1 回、(B)に 3 回、(C)を 10 回にスポットした。

クロロホルムを展開溶媒で展開させ、UV ランプ (254 nm) で可視化した。



TCL = 図④

Rf 値を計算した

(A)

$$R_f = b/a$$

$$= 2\text{cm}/3.5\text{cm}$$

$$= 0.57$$

(B)

$$R_f = b/a$$

$$= 2.5\text{cm}/3.5\text{cm}$$

$$= 0.71$$

(C)

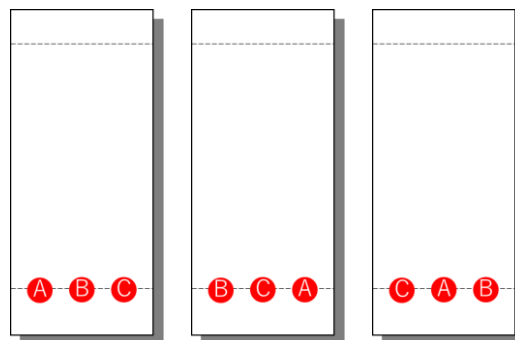
$$R_f = b/a$$

$$= 3\text{cm}/3.5\text{cm}$$

$$= 0.86$$

TLC を使った試薬スポットの展開

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。



TCL = 図⑤

A にアニリン、B にアニリンとピレン、C にアニリン、ピレンと安息香酸をスポットした。

クロロホルムを展開溶媒で展開させ、UV ランプ (254 nm) で可視化した。



TCL = 図⑥

Rf 値を計算した

(C)

$$Rf = b/a$$

$$= 1\text{cm}/3.5\text{cm}$$

$$= 0.29$$

考察

設問*

- ① 試薬に含まれる官能基の種類と Rf 値との関係は？
- ② スポットの濃度によって結果にどのような違いが現れたか、また、なぜそのような違いが現れたのか？
- ③ 単一物質と混合物の展開の比較から明らかになったことは？

*参考文献 = 「ケミカルサイエンスグループ」

解答

実験結果によって、Rf 値が官能基の色調変化の強さと関係がある。スポットの濃度が多くなると、Rf 値もたかくなった。単一物質と比べて、混合物の方が Rf 値が高い。

クロマトグラフィーは操作が簡単で、機材もシンプル、展開した色も見やすいので、専門的な機材がなくて実験の操作が上手い人もない場合への応用から考えると、クロマトグラフィーは警察が薬物検査の時に使われると考える。