

第4回サイエンス・コ・ラボ 実験レポート

秀光 5 年・特進 年 1 組 4 番 氏名 奥村 美優

期日	平成24年10月13日 (土)	テーマ	鈴木-宮浦クロスカップリング反応
場所	化学室	指導者	東北大学 環境保全センター 大井秀一 教授

1 実験記録 (器材、手順、実験内容など) 4M2. 村井 梨沙. 4M2. 馬場 佐保子.

操作.

(1) クロスカップリング反応.

① 200 mL ビーカーにスターラーチップ, 精製水 (40 mL) 入れ, K_2CO_3 (4.0g) 加え
 かくはんし溶解. (白粉状) 4.2g

② p-ブロモ安息香酸 (2.0g), フェニルboron酸 (1.2g) 加えかくはんし溶解.
 $C_6H_5BrO_2$ (2.1g) $C_6H_7BrO_2$ (1.2g) (無色透明)
 (白い粉状) (細かい粉状)

③ 酢酸 Pd のアセトン溶液をパスツールピペットで 3 滴加える. 5分かくはん.
 黄褐色溶液. 10滴以上 → 白濁 H₂O (化合物)

(2) 中和.

① HCl (2mol/L) を駒込ピペットで加えて酸性になるまで加える.
 → CO₂ 発生をココロ. pH 1.

② 薬水で生成物を少量取り出し濾紙にはじき水分を十分に取る.
 →

(3) 薄層クロマトグラフィー (TLC) 測定 (小)

① 水分をとった生成物少量を薬水で取りマイクロチューブに入れる.

② ① にメタノールを底から 1 cm の高さ迄入れて溶かす.

③ TLC プレートに鉛筆で原点を 3 つつける.

④ キャピラリーを用いて生成物のメタノール溶液を右端の原点につける → この時点では無色.

⑤ 駒込ピペットを用いて展開槽へ展開溶液 (アセトン:ヘキサン = 1:1) を底から 2mm まで.

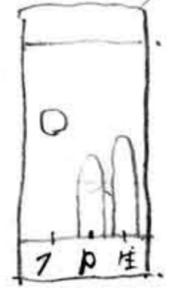
⑥ ピペットで TLC プレートの上端をつまみ展開槽内へ置く (ジクロロタン:アセトン = 2:1)

⑦ フタをして TLC プレート上を展開液が所定の高さ迄上昇するまで静置.

2 実験結果

⑧ TLC プレートを取り出し UV ランプ (紫外線を当てる) に当てスポットの位置をなぞる

① 実験から分かったことや疑問点

a. アセトン:ヘキサン = 1:1 の展開液のとき  鉛筆で

b. ジクロロタン:アセトン = 2:1 " →

↳  a より b の方が極性(強)

② 興味深かった点

フェニルboron酸が最も極性が弱く、p-ブロモ安息香酸が最も極性が強い. ことが視覚化できたこと