

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 (4.0 g) 加え
かき回し溶解. $\rightarrow$ B 活性化のため
白粉状 4.2 g.

② p-ブロモ安息香酸 (2.0 g), フェニルboron酸 (1.2 g) 加えかき回し溶解.
 $C_6H_5BrO_2$ 2.1 g $C_6H_5BrO_2$ 1.2 g 無色透明

③ 酢酸 Pd のアセトン溶液をパスツールピペットで 10 滴加える. 5 分かき回し.
黄褐色溶液. 10 滴以上 $\rightarrow$ 白濁 HOD (Cp) 化合物

(2) 中和

① HCl (2 mol/L) を駒込ピペットで加え酸性になるまで加える.
 $\rightarrow$ CO_2 発生 ココロ $pH 1$

② 薬水で生成物を少量すくい取り濾紙にはさんで水分を十分にとる.
 $\rightarrow$

(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と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 $\rightarrow$ 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 2 mm 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 $\rightarrow$ (ジクロロメタン: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

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

b. ジクロロメタン:アセトン = 2:1

$\rightarrow$

$\rightarrow$



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