

ジベンザルアセトンの合成における中間体の発生

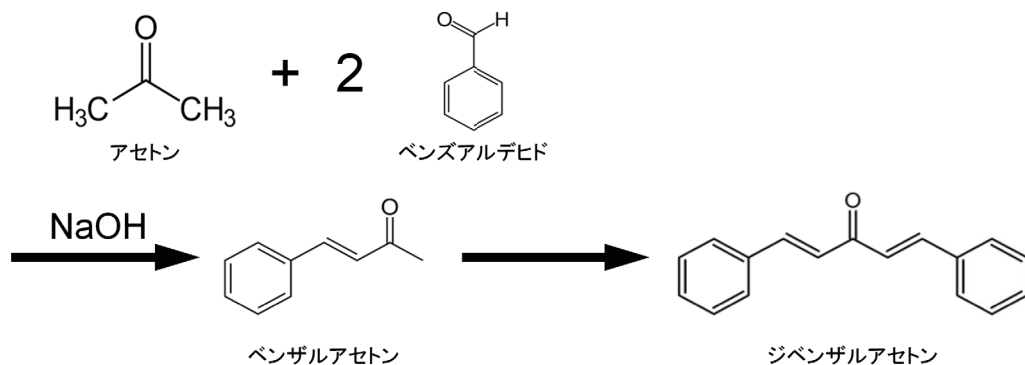
Generation of intermediate in synthesis of Dibenzalacetone

千葉県立船橋高等学校理数科 3 年

佐藤 勇人 石倉陽登

目的

多段階反応の過程で生成される物質は中間体(中間生成物)と呼ばれ、これは反応が次の段階に移行すると他の物質に変化してしまい、基本的に反応が終了する頃にはほとんど存在しない。そのため、反応を途中で中断しない限り中間体である物質を取り出すことは出来ない。そこで、本研究ではジベンザルアセトンの合成において中間体であるベンザルアセトンの残存量を増加させる条件を発見することを目的とした。



本研究で利用した反応 (ジベンザルアセトンの合成)

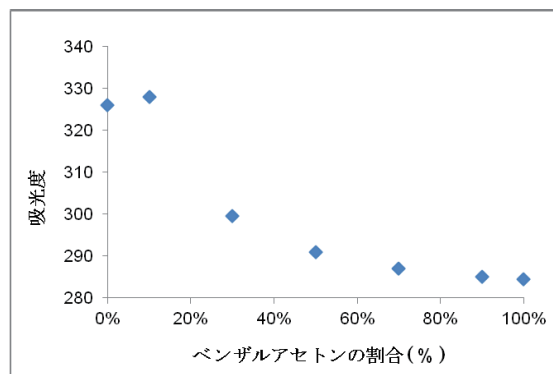
方法

測定法の確立

前記の通り、本研究は化学反応を止めてジベンザルアセトンに変化する前に中間体であるベンザルアセトンを取り出すことを目的としている。生成物のなかに含まれるベンザルアセトンの割合を確かめるために紫外可視吸光光度計を利用して生成物が吸収する波長のピーク値(ピーク波長)を測定し、その値とベンザルアセトンのピーク波長を比較しようと考えた。ところが、生成物にはベンザルアセトンだけでなくジベンザルアセトンも含まれており、生成物のピーク波長がベンザルアセトンのそれと一致するとは考え難い。そうだとすれば生成物のピーク波長とベンザルアセトンのピーク波長を見比べただけではベンザルアセトンの割合を判断することは難しいといえる。この場合、ベンザルアセトンの割合と生成物のピーク波長との相関が分かれば、測定したピーク波長の割合からベンザルアセトンの割合を求めることができる。そこで、生成物はベンザルアセトンのジベンザルアセトンの混合物であるとして、両者の混合物を人為的に作り、ベンザルアセトンの割合を0~100%の間20%刻みで変えてゆき、ピーク波長の変化を調べた。

結果は次のグラフのようになった。

0～20%の間ではピーク波長が一定なり、それ以降はベンザルアセトンの割合が大きくなるにしたがって混合物のピーク波長は短くなっていく、ということが分かる。この表を利用して生成物のピーク波長から生成物に占めるベンザルアセトンの正確な割合を求めることは難しいが、ベンザルアセトンの有無やおおまかな割合を知ることができる。以降の実験では、このデータを基準にベンザルアセトンの有無やおおよその残存量を判断した。



ベンザルアセトンの割合とピーク波長の関係

実験①ー温度を変える実験ー

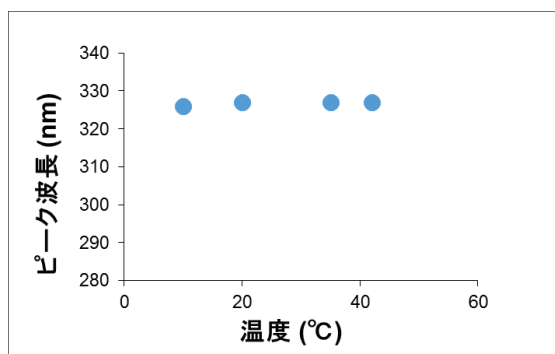
I 目的と方法

温度の変化がベンザルアセトンの残存量に及ぼす影響を調べるため、反応時の温度を変化させ、それぞれの温度条件におけるベンザルアセトンの残存量を調べる。詳しい手順は以下の通りである。

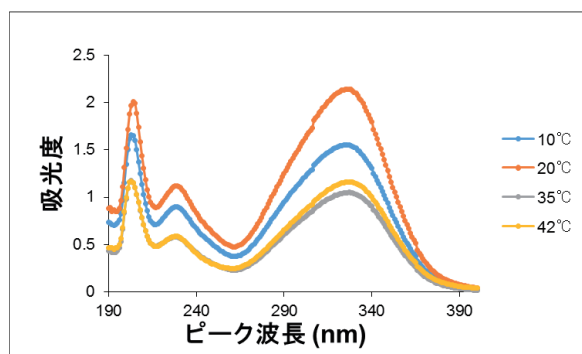
- ①2.5 mol/L の NaOH 水溶液 50 mL とエタノール 40 mL を混合する。
- ②ベンズアルデヒド 5.3 mL とアセトン 1.2 mL を混合する。
- ③水槽の中の温度を 10℃に調節する
- ④①と②の溶液を混合し、少し振り交ぜてから 45 分経つまで待つ
(この操作をできるだけ水槽の中で行う)
- ⑥45 分後、サンプルを取り出し、ブフナー漏斗にかけて生成物を取り出す
- ⑦生成物をメタノールに溶かした溶液のピーク波長を吸光光度計で測定する

II 結果

反応時の温度と生成物のピーク波長の値は次ページのグラフのようになった。生成物のピーク波長はほぼ一体で、かつその値がジベンザルアセトン単体で測定したときの値とほぼ一致した。このことから、ベンザルアセトンは残らず、ジベンザルアセトンのみが生成されたといえる。



温度を変化させたときのピーク波長



温度を変化させたときの吸収スペクトル

Ⅲ考察

温度を変化させてもベンザルアセトンが残ることはなかったが、これは反応時間が 45 分と比較的長く、その間にほとんどのベンザルアセトンがジベンザルアセトンに変化してしまったためであると考えられる。

実験②ー反応時間を変えるー

I 方法

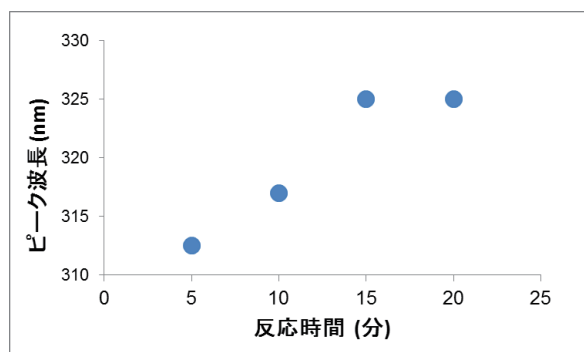
- ①①と②の溶液を水槽に入れ、水槽と同じくらい冷たくなるまで冷やす。
- ②①と②の溶液を混合し、少し振り交ぜてから 5 ～ 20 分経つまで待つ
(この操作をできるだけ水槽の中で行う)
- ③それぞれの時間が経った後、⑤の溶液に 6 mol 硫酸 5.2 mL を入れる。
- ④③の溶液をブフナー漏斗にかけ、生成物を回収する。

生成物をメタノールに溶解させ、紫外可視吸光光度計を用いてこの溶液の吸光スペクトルを測定する

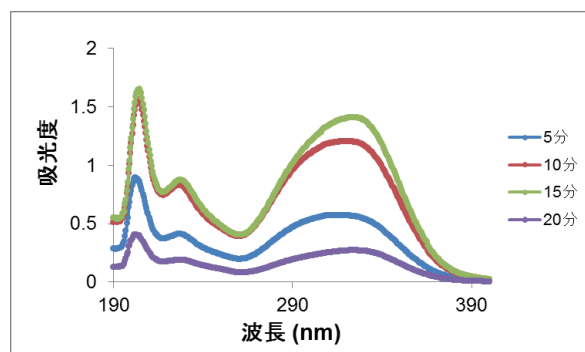
Ⅱ結果

5,10 分とピーク波長は長くなったが、15,20 分のときのピーク波長はほとんど変わらなかった。

反応時間 (分)	5	10	15	20
ピーク波長 (nm)	312.5	317	325	325



反応時間を変化させたときのピーク波長



反応時間を変化させたときの吸収スペクトル

Ⅲ考察

反応時間が一定時間を超えるとピーク波長が 325 nm あたりで一定となり、すべてのベンズアルデヒドが反応してジベンザルアセトンになった。よって、5,10 分のときではベンザルアセトンが残っていると考えられる。

結論

温度によってベンザルアセトンの割合がどのように変わるか調べることはできなかった。

反応時間は 10 ～ 15 分の間でベンザルアセトンが残存しなくなる時間があることが分かったが、反応時間が短ければ短いほどピーク波長が短くなるかどうかは分からなかった。

参考文献

フィーザー / ウィリアムソン 有機化学実験 原書 8 版
磯部 稔ら 共訳 丸善株式会社

反省・感想

本研究では、本実験にさきだって測定法を確立した。当初はベンザルアセトンの割合によって生成物のピーク波長が変化するとは予想しておらず、ベンザルアセトンの存在やその割合を知るためには NMR などの高度で精密な機器が必要になるだろうと考えていた。もちろんそうした機械を使ってより正確にベンザルアセトンの割合を調べるに越したことはないが、そうした特殊な機械をすぐに使うことはできず、また使うにしてもそれなりの手間がかかる。したがって、精度は劣るにせよ身近にある機器を利用してベンザルアセトンの有無やおおよその割合を知ることが出来るということを実証したということは本研究の大きな成果であったと思う。より回数を重ねていけばベンザルアセトンの割合とピーク波長との相関関係がより正確になるであろう。

最後に、本研究の意義について付言しておきたい。本研究の目的は化学反応を途中で止めて中間体を取り出す、ということであった。本研究で利用した反応での中間体はベンザルアセトンであったが、これは有害な液体であり、これを取り出す方法を見つけたこと自体にはさしたる意味はないであろう。その上、わざわざ反応を途中で止めるなどといった煩瑣なことをしないでベンザルアセトンを創り出す方法は当然あるだろう。では、本研究の意義とは何か。それは、中間体を取り出す方法を一つであるにせよ見つけることが出来た、ということであり、また中間体をなんとかして取り出そうという姿勢そのものでもあると思う。ベンザルアセトンは確かに有害であるが、この方法を他の反応に適用することで、我々にとって有益な中間体を取り出すことが出来るかもしれない。化学反応に手を加えて中間体を取り出すということはその反応に新たな可能性を見出すということにほかならない、そう信じてやまない。