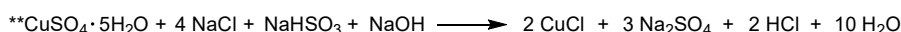
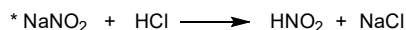
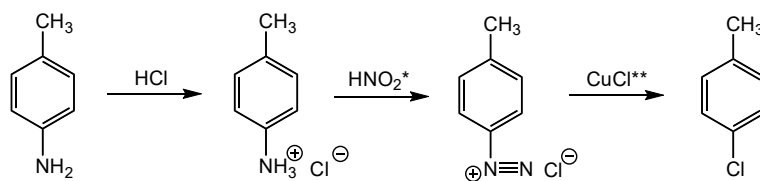


実験テーマ：Sandmeyer 反応による *p*-クロロトルエンの合成



実験操作

【第1週目】

p-トルイジンから *p*-クロロトルエンの合成

必ず実験メガネを着用して実験を行うこと！

※塩化銅(Ⅰ)溶液の調製とジアゾニウム塩の調製は班員で手分けをして同時に行うと良い

※似たような名前の試薬を使用するので試薬名をしっかりと確認すること

①-1 塩化銅(Ⅰ)溶液の調製

300 mL三角フラスコ

- ← 硫酸銅(Ⅱ)5水和物 30 g (_____ mmol)
- ← 熱水 100 mL(一番最初に準備すると良い)
※完全に硫酸銅を溶解する
- ← 塩化ナトリウム 14 g (_____ mmol)
※必要によって加熱する

200 mL三角フラスコ

- ← 亜硫酸水素ナトリウム 7.0 g (_____ mmol)
- ← 水 20 mL
- ← 水酸化ナトリウム 4.5 g (_____ mmol)

攪拌・溶解し、亜硫酸水素ナトリウム水溶液を調製する
300 mLフラスコにゆっくり加えながらよく振る

塩化銅(Ⅰ)の白色沈殿が生成する。冷水浴中にフラスコを斜めに傾けて放冷する。
 ※空気酸化を防ぐため次の反応の直前まで上澄み液を捨てない
 ※ここで反応が定量的に進んだとすると、生成した塩化銅(Ⅰ)は _____ mmol

①-2 ジアゾニウム塩の調製

500 mL丸底フラスコ

- ← *p*-トルイジン 11.0 g (_____ mmol)
- ← 水 15 mL
- ← 濃塩酸 25 mL

氷浴中にフラスコを移す

100 mL三角フラスコ

- ← 亜硝酸ナトリウム 7.0 g (_____ mmol)
- ← 水 20 mL

完全に溶解した後、氷浴中で氷冷する
丸底フラスコに少しずつ加え、温度が5℃を越えるようならばフラスコ内に砕氷を加える

p-メチルベンゼンジアゾニウム塩の透明な水溶液ができる
 ※乾燥させると爆発する可能性があるので注意

② Sandmeyer反応(ハロゲン化)

操作①-2で調製したジアゾニウム塩が入った500 mL丸底フラスコ

← 操作①-1で調製した塩化銅(I)の上澄み液をデカンテーションで捨てる
残った白色固体を200 mLの水で1回洗浄した後、同様に上澄み液を捨てる
白色固体に濃塩酸45 mLを加えて溶かした後500 mL丸底フラスコに加える

時々振り混ぜながら数分間静置すると錯体が析出する
その後、ガスを発生しながら錯体は分解し、油状物質が分離する
ガスの発生が落ち着くまで室温で静置する
※ここで反応が定量的に進んだとすると、生成したp-クロロトルエンは_____mmol

← 水 50 mL

沸騰石を2,3粒入れてから図1のように蒸留装置をセットする
加熱蒸留して、油分の流出が終わるまで蒸留を続ける
蒸留後の残留物は廃棄する

留出液を300 mL分液漏斗に移し、ジエチルエーテル30 mLを加えてから振り、しばらく静置すると、液は2層に分離する
下層を除いた後、分液漏斗に10%水酸化ナトリウム水溶液30 mLを加えて振る
下層を除いた後、分液漏斗に飽和食塩水20 mLを加えて振る
下層を除いた後、分液漏斗内に残った有機溶媒を50 mL三角フラスコに移す
※エーテルは非常に燃えやすい溶媒であるため火気に注意する
※操作が分からない場合は教員か技術員、院生に確認する

← 三角フラスコに硫酸ナトリウム 2-3 gを加え、10分ほど静置する

図2のように脱脂綿を詰めた三角ロートを使って硫酸ナトリウムを除き、50 mL三角フラスコに保存する

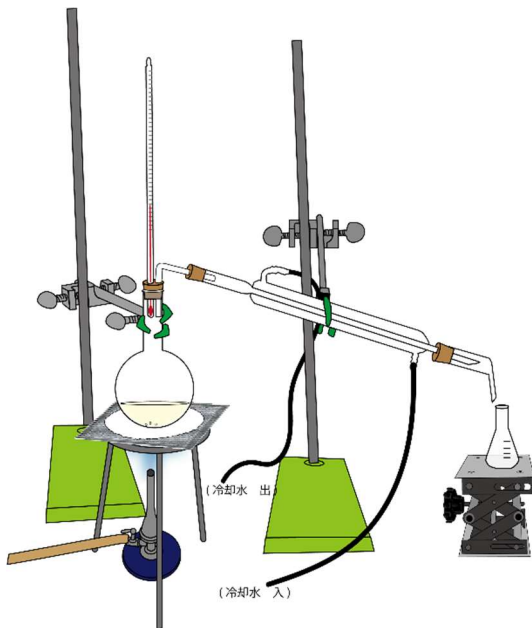


図1 蒸留装置



図2 硫酸ナトリウムの除去

【第 2 週目】

- 1) 図 3 のように装置を組み減圧蒸留を行い、蒸留後、生成物の収量と収率を求める
- 2) 赤外吸収 (IR) スペクトル：生成物の IR スペクトルを測定する

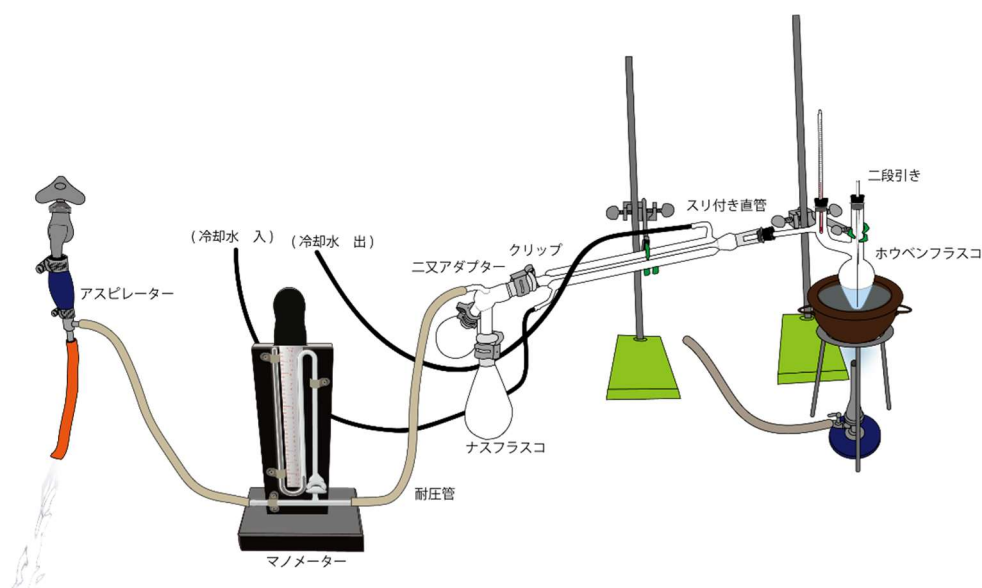


図 3 減圧蒸留装置

●実験レポートを提出する際の注意

- ・ Microsoft Word や PDF、手書きレポートをスキャナー読み取り・カメラ撮影した電子ファイルを提出
- ・ 提出する電子ファイルの「ファイル名」は必ず下記のように書くこと
 実験 3 サンドマイヤー反応 (学生証番号)(氏名)
- ・ 提出した電子ファイルや紙媒体レポートは大切に保管しておくこと

[手書きレポートの注意]

- ・ 鉛筆だと薄くて見えないことがあるので、必ずボールペン、油性ペン、水性ペンを使用すること
- ・ スマートフォンの「Scannable」などのファイル作成アプリを利用して PDF ファイルを作成すると便利です
 撮影するレポート用紙の形を自動で認識して連続でスキャンし、PDF 形式で 1 つにまとめて提出できます
- ・ レポート用紙をデジタルカメラで撮影して提出することも可能です。しかし、レポート用紙 1 枚につき 1 ファイル(JPEG など)作成し、1 つずつバラバラに提出すると煩雑になります
 もし通し番号を付けて JPEG ファイルで送る場合には、zip ファイルなどで圧縮して 1 つのファイルにまとめて提出すること

●実験レポートに最低限書くべき内容

【表紙】

通常表紙に書く内容に加えて「実験概要」を書くこと

【目的】

短文で結構ですが、読み手に伝わる文章作成を心掛けましょう

【原理】

- 1) 使用した試薬について
- 2) Sandmeyer 反応について調べ、その反応の特徴（適用範囲など）を詳細に記述する
- 3) 今回の反応の反応機構を正しく丁寧に書く
- 8) 赤外吸収スペクトルの関連する化合物の結合の特性吸収 (cm^{-1}) を表にまとめる
- 9) 示差走査熱量計の原理:測定物質の吸発熱から何がわかるか

【実験操作】

実験操作を文章で書く(箇条書きやフローチャートは不可)

【結果】

観察、収量・収率（どのように求めたのか計算式も書く）IR スペクトルの結果（「考察」で議論する主要な値をチャートから抜き出し表にまとめる）

【考察】

読み手に伝わる文章作成を心掛けましょう

収量・収率について

IR スペクトル測定の結果から何がわかるか、どう判断できるか文章で丁寧に説明

p-トルイジンのジアゾ化反応において 0~5°Cではなく、30°C以上の温度で行った場合、副生成物として何が多く生成するか。また、その副生成物は実験操作上どの段階で除くことができるか

Sandmeyer 反応中に発生するガスの正体は何か

反応や実験操作の経緯（何故その操作を行ったのかなど）

その他の考察

【参考文献】

今回、インターネットで調べた内容はサイト名と URL を記載すること

書籍は「実験レポート作成要領」に従って書くこと

【添付資料】

IR の測定結果をレポートの最後に添付すること