

## 1 目的

定性反応を行い、未知試料を特定し、各々理解する。

## 2 原理

カルボニル化合物のうち、アルデヒド類およびケトン類は 2,4-ジニトロフェニルヒドラジンやセミカルバジドと脱水反応を起こして、それぞれ 2,4-ジニトロフェニルヒドラゾンやセミカルバゾンを与え、その融点から元のカルボニル化合物の構造を推定できる。各々の反応は次のようになっている。

また、ヨードホルム反応とアルデヒドの還元性を利用した Tollens 試薬との反応により、化合物が持っているカルボニル基の性質を明らかにし、未知の化合物の構造を調べることができる。

さらに、NMR(核磁気共鳴)の測定により、未知化合物の構造決定を行うことができる。

## 3 実験操作

### 3.1 2,4-ジニトロフェニルヒドラゾン

試料 2 滴に 2 ml の調整された試薬溶液を加えて、試験管を振り混ぜた。直ちに出てきた結晶を、散らばらないように吸引濾過し、濾紙を取り除いたうえでシャーレ上で自然乾燥させた。その後、融点測定を行った。

### 3.2 セミカルバゾンの生成

5 滴の未知試料に、調整されたセミカルバジド塩酸塩水溶液 5 ml を加え、ピリジンを 2 滴加えた。湯浴で加熱し、放冷して結晶を析出させた。これを吸引濾過後、濾紙を外したうえでシャーレ上で自然乾燥させた。そして融点測定した。

### 3.3 ヨードホルムテスト

この実験操作は、未知試料とアセトフェノンと両方用いて比較しながら行った。

大きめの試験管に、試料物質 4 滴にジオキサンを 5 ml 加えて完全に溶液とした。10% NaOH 溶液 1 ml、 $I_2$ -KI 溶液を加え、極めてよく振盪した。 $I_2$ -KI 溶液は様子を見ながら、少し  $I_2$  の色がつくまで加えた。次に、10%NaOH 溶液を数滴加えて、過剰な  $I_2$  を除いた。その後、水を試験管一杯に入れ、混ぜた後 15 分静置した。ここで結晶の析出具合や溶液の匂いを確認した。

### 3.4 Tollens Reagent

この実験操作は、未知試料とグルコースを用いて比較しながら行った。

未知試料を入れた試験管を 1 本、グルコース用の空の試験管を 1 本それぞれに、TA の方に Tollens 試薬を入れていただいた。

試料物質を 1 滴試験管にとって、Tollens 試薬を数滴加え、試料物質が良く反応するようによく振盪し、銀鏡ができるかどうかを観察した。

### 3.5 NMR スペクトルの測定

$^1H$ (Proton)の NMR を測定し、未知試料の構造を帰属した。

## 4 実験結果