

令和 5 年度 化学生命工学実験 3

キラル相間移動触媒を利用したフェニルアラニンの
不斉合成

(±)-シトロネラルの誘導体化

学籍番号：082110424

氏名：中村優作

実施日：2023/11/1, 11/2, 11/6

1 目的

2 操作

2.1 不斉相間移動触媒反応

1g と 2b

2.1.1 コアユニット A とサブユニット B の選択

2.1.2 キラル PTCs の合成

試験管に、ハロゲン化アルキルアルキル B(0.49g) と、キナルアルカイド B(0.2mmol) を入れた。2mL のアセトンを加え、50°C で 1 時間攪拌した。その後室温まで冷却し、8mL のヘキサンで冷却した。数分間攪拌し、沈殿物を濾過した。得られた沈殿物をヘキサンで洗浄し回収したところ、0.002g の固体が得られた。

2.1.3 相間移動条件下での不斉もののアルキル化反応

バイアルに、N-(Diphenylmethylene)glycine tert-butyl ester を (0.29g)、1,4-dibromobenzene を 0.24g, 臭化アンモニウム 0.23g を加えた。6.0mL のトルエンに溶かした。トルエン中 1.1M 臭化ベンジル溶液 1.1mmol と、50% 水性 KOH 2.0mL を加えたところ、黄色の溶液になった。室温で 20 時間攪拌したところ、白色の溶液に戻った。4mL の水を加えて反応をクエンチした。ピペットで水層を取り除き、有機層をシリカゲルカラムに通して生成物を回収した。

2.1.4 アルキル化生成物の完全脱保護によるフェニルアラニン塩酸酸の調整

バイアルに、6M HCl 4mL 加え、一日攪拌した。4mL の H₂O で希釈し、5 分間静置した。水層を 100mL の丸底フラスコに移し、50°C で加熱しながら真空中で濃縮したところ

2.2 (±)-シトロネラルの誘導体化

2.2.1 (±)-シトロネラルのエネ反応

3 結果

4 考察

5 設問/課題

6 参考文献

参考文献