

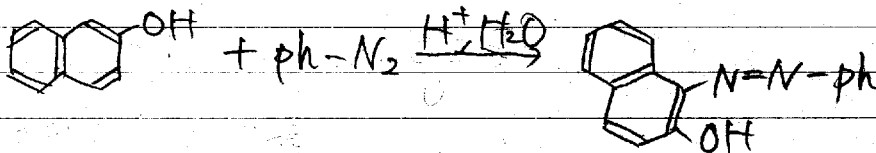
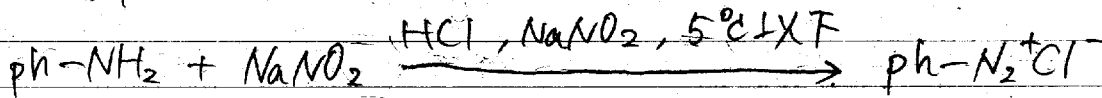
<A-1 1-(バンゼンアゾ)-2-ナフトールの合成>

1. 化学反応式

1.1 分子量と使用物質量 (参考文献②)

- 2-ナフトール $M_1 = 144.17 \text{ g/mol}$
 $n_1 = 0.67 / 144.17 = 4.647 \times 10^{-3} \text{ mol}$
- アニリン $M_2 = 93.13 \text{ g/mol}$
 $n_2 = 0.42 \times 1.03 / 93.13 = 4.645 \times 10^{-3} \text{ mol}$
- 亜硝酸ナトリウム $M_3 = 69.00 \text{ g/mol}$
 $n_3 = 0.38 / 69.00 = 5.507 \times 10^{-3} \text{ mol}$
- 1-(バンゼンアゾ)-2-ナフトール $M_4 = 248.28$

1.2 化学反応式 (参考文献①)



1.3 理論生成量

1モルのアニリンから1モルの1-(バンゼンアゾ)-2-ナフトールが生成し、2-ナフトールの方が過剰に存在するため、目的物はアニリンの等量生成し、

$$4.645 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 248.28 \text{ g/mol} = 1.153 \text{ g}$$

2. 緒言 (参考文献③)

ジアゾニウム塩がフェノール類や芳香族アミンと反応して、アゾ化合物を生じる。アゾ化合物は一般に黄～赤色の染料や色素を生ずる。工業用染料の約60%を占めるアゾ染料として広く用いられている。

本実験では、1-(バンゼンアゾ)-2-ナフトールの合成を行うが、これは赤褐色の結晶で商品名オイルオレンジ、オレンジIIとして広く用いられている。ジアゾニウム塩生成の反応時には低温で行うのが、この反応はほぼ選択的に進行するのかわかっている。

3. 実験方法と実験結果

- ① 亜硝酸ナトリウム 0.38g を水 2.0 mL に溶かした溶液を少しずつ、5°C以下に保ち、水 20 mL、濃塩酸 1.0 mL と

γ -11 = 0.42 mL を加えて溶解させた溶液に加えたとき、薄桃色だった溶液が独特のにおいのある薄褐色溶液となった。

② 10% NaOH 溶液に 2-ナフトール 0.67 g を加えて溶解させたのち、水約 5 g を加え、外から氷水で冷し 5°C 以下に保った。

③ ②の溶液に①の溶液を極めて少しづつガラス棒でかき混ぜながら添加した。

すると、赤橙色沈殿が生成し、溶液は血赤色であった。

④ これを寒剤中で時々かき混ぜながら 30 分間放置した。

この 30 分間の变化に、特に大きく目立ったものはなかった。

⑤ ④の沈殿物をブフナー漏斗を用いて吸引過濾して取り出した。

すると、このような赤橙色結晶を得た。これを水洗したのち水で洗った。

この沈殿物を粗製結晶と呼ぶことにした。

⑥ 粗製結晶をエタノールを用いて再結晶させた。まず、少量エタノールを加えた粗製結晶溶液を沸とう湯中で加熱し、高温状態において結晶が溶けるまでさらにエタノールを加えた。また、エタノールを加える際以外にはアルミホイルで覆った。

まず、90 mL 加えた時、粗結晶の大部分は溶け出したが、一部の沈殿は土塊と混ざって溶け残っていたので、ガラス棒でこれを潰し、さらにエタノールを加えて合計 54.1 mL 加えたとき溶液は血赤色溶液となった。

⑦ これを室温まで冷法し、その後氷水で冷した。

すると、少し熱いくらいに温度が下がった時、羽毛のような結晶が生成した。

⑧ この結晶をブフナー漏斗により吸引過濾した。この結晶を氷水で冷してエタノール 2.45 mL により洗浄した。

この結晶を薬包紙にとり、目以上乾燥させた。すると、羽毛のような針状の赤橙色結晶が 0.9143 g 生成した。

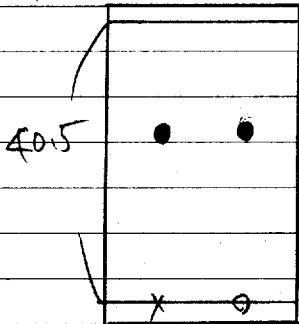
この結晶を精製結晶と呼ぶことにした。

⑨ 粗製及び精製結晶を薄層クロマトグラフィーで分析し、また融点も測定した。薄層クロマトグラフィーの結果は図 1 及び表 1、融点測定の結果も表 1 にまとめて示した。

⑩ 収率を計算した。

$$\frac{0.9143}{1.153} \times 100 = 79.3\%$$

よって収率は 79.3% である。



X: 粗製結晶: 赤褐色
O: 精製結晶: 赤褐色

表1 各試料の Rf 値、融点の結果
(a = 40.5 mm)

試料	b [mm]	Rf	融点 [°C]
粗製結晶	22.2	0.548	130.0 ~ 131.6
精製結晶	22.5	0.556	132.0 ~ 132.9

融点の文献値 131 °C (実験書)

プレート: シリカゲルプレート

展開溶媒: シクロヘキサン

図1 薄層カマグラフィー

4. 考察

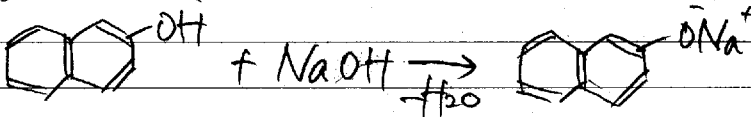
4.1 ① シアリウム塩の調製 (参考文献③)

シアリウム塩の調製を低温で行う理由については 5.1 を参照。
低温条件下でアニリンを希塩酸に加えて、NaNO₂ 水溶液を加えると、
シアリル化が起る。つまり、この系では塩化ベンゼンシアリウム
が 1, 2 化学反応式の上式のように進行したと考えられる。

4.2 ② NaOH 水溶液を加える理由 (参考文献③)

NaOH 水溶液は、カップリング反応を効率よく行うために加え
られている。つまり、カップリング反応は求電子置換反応であるため、
あまり強い求電子剤でないベンゼンシアリウムイオンは、カップリング
成分に電子供与性基の置換基をもつ化合物ではなく、実際には
起らない。

さらに、2-ナフトールの状態では、NaOH 水溶液を加える
ことで 2-ナフトールをアニオン化し、ベンゼン環の電子密度を高め
ることが出来る。



2 例により、NaOH 水溶液は加えるべきと言える。

4.3 ③ 溶液の変化

5.2 参照。

4.4 ④ 再結晶の効率化

粗製結晶は、今回かなりの量が生成したので、相応のエタール量
が必要となる。再結晶の際、加熱を行いながら完全に溶解
させるので、エタールは気化しやすい。このために蒸流冷却を行う
などの方法がとられるが、今回は簡易的に容器にアルミホイルで

したとした。これによりある程度のエタールは完全に装置内に留まり
これが出来ると考えられるが、あまり確率的ではない。それは、ポリメチル
の隙間からエタールが気化する場が考えられるからである。今回、収
率は80%近くまでいくことができたが、この再結晶においてエ
タールの良い環流冷却による再結晶を行い、さらにエタールを加え
る時間と短縮出来たらさらなる収率アップが期待出来たであ
らう。

4.5 ① 薄層クロマトグラフ及び融点

4.5.1 薄層クロマトグラフ

表1のように精製結晶の方が粗製結晶よりもRf値は大きくな
った。これは粗結晶が土のような質感だったことから多量に水分が
含まれていたと考えられる。このためによる固定相の吸着の低下が
起こった(参考文献④)。おと、ほぼ同一物質であるとわかる。

4.5.2 融点

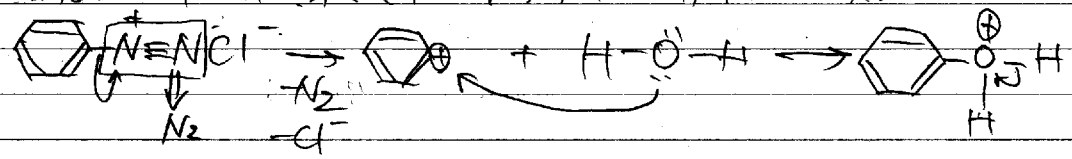
粗結晶はほぼ文献値の値であるが、これを起え、また
精製結晶のそれよりも幅が広いようになった。精製結晶に至
るとは、溶けはじめの温度が文献値を超えていた。

まず、精製結晶と粗製結晶の融点幅であるが、後者の
方が幅(分布)が広いことから前者よりも不純物が多く含まれて
いた。

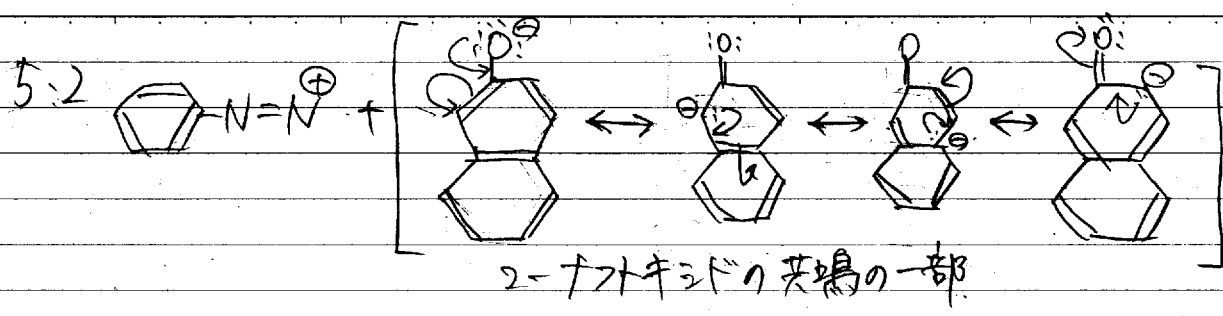
次に、文献値を超えていた点であるが、これは融点測定用
ホットプレート内にかウスの破片が入っていた点と、試料が
汚れていた点から、温度計の示す温度があまり正確ではな
いと考えられる。

5 問題の解答

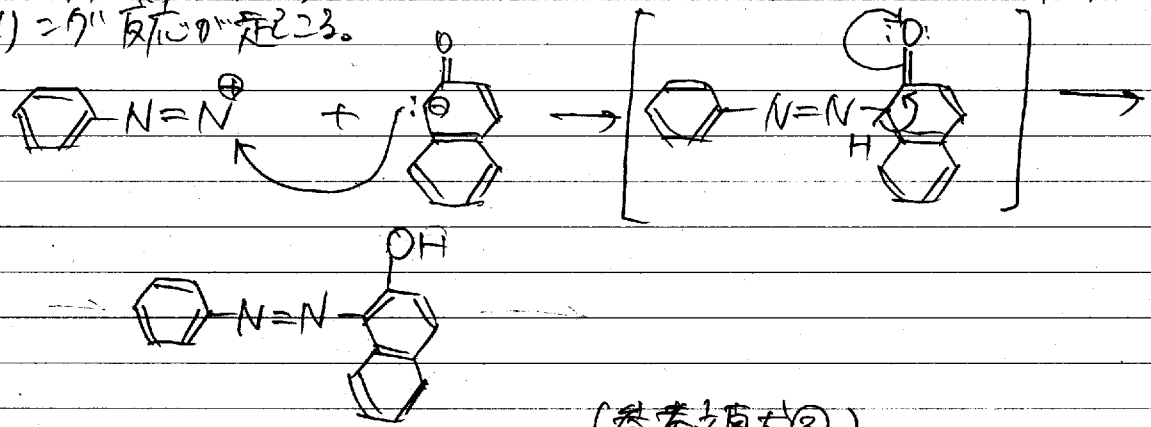
5.1、ジ"アリ"ニウム塩を調製するときに低温で行う理由は、N⁺と
ジ"アリ"ニウムイオンは、かなり不安定で、温度が上がると次式
に加水分解が起こり、窒素を脱離してアールに変化してしま
うからである。このために水溶液中でジ"アリ"ニウムイオンは
ほとんど存在しない。



H₂Oが反応する理由は、この系に最も多く存在するからであ
る(参考文献③)。



この共鳴の五から2番目の構造時に、ジアゾニウムイオンとカップリングが反応が起こる。



この際、他の位置でのカップリングが考えられるのであるが、これは5.3を参照。

6.3. 2-ナフトールでは、電子供与性のOH基が結合している側の環の電子密度のさが下り、また、OH基に反対側にあたる4aの位置にはH原子が結合しておらず、反応は起こらない。よって、2つの0位のうち、1位の方が3倍も反応しやすいので、カップリングは1位で起こる。

これは、1位に置換したときの中間体には、6個のπ電子を持つ完全なベンゼン環が1つ存在しており、知鳥安定化が得られるのに対し、3位に置換したときの中間体には4個のπ電子を持つ不完全なベンゼン環が形成されるためである。

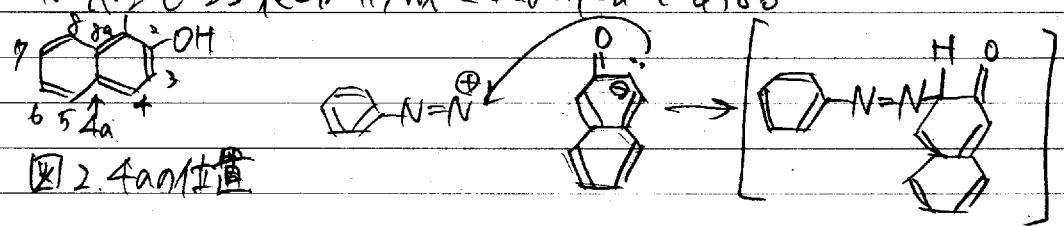


図3. 3位反応中間体: 5.2の1位におけるカップリングよりは電子側には行った芳香族環は少ない。

さらに、水素原子の足りない4a位のカルボリ=9"2"12。

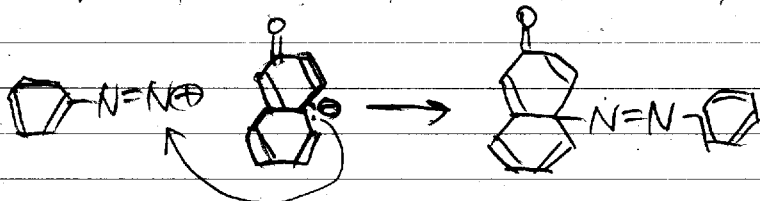


図4. 4a (p位)での反応

生成物は芳香族環を2つの基で打たないもの生成する。このため、
4位に比べて非常に不安定である。

以上より、1位が最も安定であるために、1位置換物が
選択的に合成される。(参考文献③)

6. 参考文献

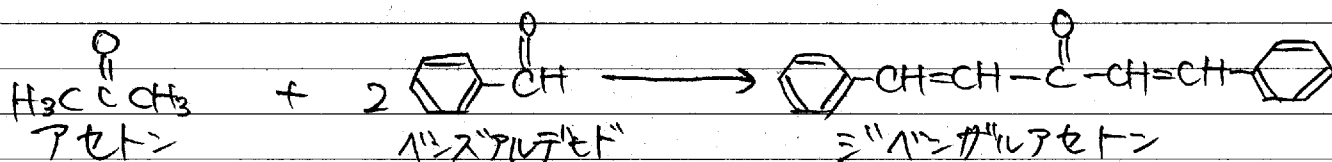
- ① ポリハルトリアー現代有機化学(F) 2007.9.20 第5版: 化学同人.
- ② 化学大辞典 2001.6.1 第一版 東京化学同人
- ③ 化学工IIの新研究 2005.9.30 第一版. 1部 吉備
- ④ 絶. 実験化学のびこり 第3号 2007.2.20 化学同人.

< A-2 シンバシガルアセトンの合成 >

1. 化学反応式

表1 使用する物質の分子量・物質質量・体積

試料	分子量 M [g/mol]	物質質量 n [mol]	体積 [ml]
アセトン	58.08	0.0125	0.92
ベンズアルデヒド	106.1	0.025	2.55
シンバシガルアセトン	234.3	0.0125	—



2. 緒言

カルボニル化合物は、カルボニル炭素が求電子的で、隣接する炭素が非求電子的にありうるという二つの機能を発揮できる。本実験では、エラトイニを生成させ、さらにそのカルボニル炭素への攻撃という、炭素-炭素結合形成反応に最もよく利用される手法であるアルドール縮合を行う。

アルドール縮合は異なる分子間で行った場合、複雑な生成物を与えることがある。高濃度で行う今回の実験は、 α, β -不飽和カルボニル化合物を生成するため、それによる幾何異性体の生成を予想できる。

今回は、シンバシガルアセトンをアルドール縮合により合成し、副反応や炭素-炭素二重結合形成による立体化学について考える。

3. 実験方法及び実験結果

- ① ベンズアルデヒド 2.55 mL と、アセトン 0.92 mL を加え、よく攪拌する。
- ② 別の容器に、10% NaOH 水溶液 25 mL と、エタノール 20 mL を加え攪拌する。
- ③ ①を少量ずつ②の溶液へ加え、①の容器に残った溶液をエタノール 2.0 mL を用いて洗い流し加えよく振り混ぜる。
- ④ 水浴中で 10°C に保ち、30分間放置する。
 - ・3分 溶液が白黄色になった。
 - ・5分 溶液の黄色が強くなった。水浴は 10°C から 15°C とした。
 - ・8分 粒々の沈殿が生成しはじまった。
 - ・12分 先の沈殿が増えた。
 - ・17分 温度が 15°C から 17°C とした。沈殿はさらに増え、下に沈殿がたまった。

・30分 沈殿の量は変化してはいなかった。

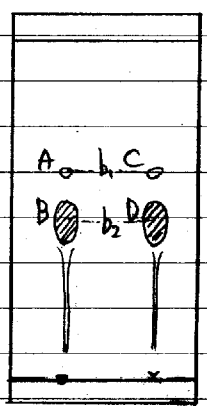
- ⑤ 生いた沈殿をフタ漏斗を用いて吸引過濾した。ろ液は白黄色、沈殿は黄白色の粉のような結晶で「バンスアール」特有の甘い臭いがした。
- ⑥ 水 50 mL を用い、吸引を止めた状態で漏斗上の結晶を洗淨し、再び吸引過濾した。すると、ろ液は白黄色のより濃い黄色となった。
- ⑦ 操作⑥を繰り返した。すると、結晶は細かくなり、「バンスアール」特有の独特の甘い臭いが消えていた。この黄白色結晶を粗製結晶と呼ぶことにした。
- ⑧ 沸騰浴に粗製結晶を入れた容器を浸し、少量ずつエタノールを加えた。3 mL 加えたとき、卵黄のような色と透明な白身のような色の物質となり、さらに加え合計 70 mL 加えたとき、黄褐色となり溶けかけた。
- ⑨ 室温まで冷ますと、板状黄色結晶(所々淡黄色結晶)が生成し、その上には針状の淡黄色結晶が少し板出しているのがわかった。これを求めると、酸化は特に無かった。
- ⑩ フタ漏斗を用いて吸引過濾を行うと、数滴の黄色ろ液が出た。
- ⑪ 完全に乾燥させた後結晶を秤くと、黄色系の独特の色をしいた。この融点を測り薄層クロマトグラフを行った。結果を表1及び2、図1に示す。収量は 2.522g (60% 収率は 86.3% である)。

表1 各試料の Rf 値、融点の結果 (a = 40.0 mm)

試料	b ₁ [mm]	b ₂ [mm]	R _{f1}	R _{f2}	融点 [°C]
粗製結晶	22.0	17.0	0.550	0.45	100.2 ~ 105.0
精製結晶	22.0	17.0	0.550	0.45	103.1 ~ 106.1

(文献値 112°C)

表2 スポットの観察



スポット	色 (可視時)	色 (紫外線照射時)
A	無色	薄灰色
B	薄黄色	濃灰色
C	無色	薄灰色
D	濃黄色	濃灰色

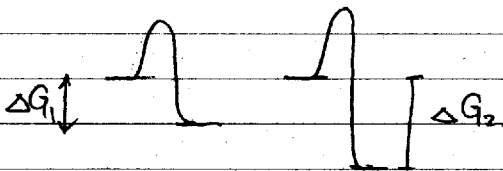
- 粗製結晶
- x 精製結晶

④ 薄層クロマトグラフの結果
 ・固定相: 芳香族環状抽出炭光シリカゲル
 ・移動相: シクロヘキサン

4. 考察

4.1 ③、④ アルトール縮合

この系内では、アルトール縮合が走っている。しかし、低温のため、アルトール縮合の最終段階である脱水反応までは進行しないように考えられる。一般に、アルトール縮合は多少程度発熱的な反応ではある。このため、低温（5℃以下）でβ-シバニカルアセトニル化合物となつてそこで反応は止まる(参考文献①)が、この系では脱水反応まで進行していることがあった。それは、氷水浴の温度の上昇である。これは、一般的なアルトール縮合による生成物よりも、シバニカルアセトンが安定であり、反応前後のギブスエネルギー変化が著しく大きいことを示唆している(図2)。これにより、500~600ml入っていた氷水浴を7℃とも上昇させた。



シバニカルアセトンは、なぜこれほどまでに安定なのかというところは、構造の側面から説明できる。

一般的なアルトール縮合

シバニカルアセトンのアルトール縮合

シバニカルアセトンは、分子内に共役二重結合を分子全体にもち、その二重結合は非局在化により安定化している(図3)。

図2 ギブスエネルギー変化

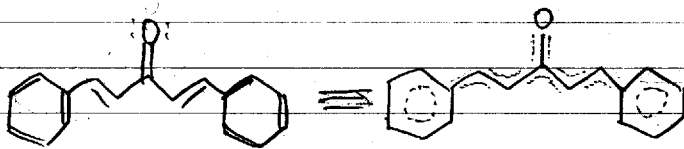


図3 二重結合は非局在化している

このため、シバニカルアセトンは、一般的な生成物のギブスエネルギーよりも高いエネルギーを放出し、氷水温度を

上昇させ、熱力学的に安定であると考察できる。

4.2 ⑤、⑥、⑦ 粗製結晶

吸引ろ過を行なった際には、沈殿物中にまだ少なからずβ-シバニカルアセトンの残っているように感じたが、水洗によりこれが溶解した。他に不純物として考えられるのはアセトン、NaOH、エタノールであるが、アセトンは吸引時に気化、エタノール(は水により)洗浄されるため、種の臭いが消えたと観察できたと考えられる。

4.3 ⑨、⑩ 精製結晶

板状結晶の黄色部はトランス、トランス体、シバニカルアセトンの淡黄色部はβ-シバニカルアセトンの淡黄色針状結晶はトランス、シス体の同物質、黄色の油に包封されているのは、黄色液体のシス、シス体の同物質である(参考文献③)。

4.4 ⑪ 融点、薄層クロマトグラフィー及び回収率

4.4.1 精製結晶と薄層クロマトグラフから4種複数の化合物の存在

薄層クロマトグラフのスポットの数、様子が再結晶の前後が変化しているのは、再結晶では分離出来な成分の存在が明らかになった。さらに、可能性としては、B, Dのスポットが縦長とびていることから、2つ以上の成分が分離率が低く検出されたと考えられる。

今回用いた薄層クロマトグラフの固定相は、芳香族環検出シリカゲルであるから、薄灰色している成分A, Cは濃灰色している成分B, Dより芳香族環が少いものが、1つはあっている。又は、「極めて濃度が低い」と考えられる。

さらに、以下では、今回のアルドール縮合により生成すると考えられる物質について考える。

まず、2. 系で述べたように、変差アルドール縮合は複数の生成物を与えることがある。5. 問題の解答を述べるとき、反応機構の段階1に進める物質は、今日ではアセトンのみである(5.1)。

段階2において複数の生成物を与えるパターンが考えられる。それは、段階2では、エノラートのカルボニル基の攻撃が起こり、カルボニル基を持つ物質は、アセトン及び「バズアルデヒド」が存在するからである。その生成物は (a) アセトン-アセトン (b) アセトン-バズアルデヒドがあり、(b) は、アセトンのもう一方の末端が反応して (c) バズアルデヒド-アセトン-バズアルデヒド の化合物がさらに出来る場合がある(今回の目的物である)。また、この後の文章で述べるが、(b)(c) については、立体化学を考慮すると、さらに生成物は増加する。

ここで、今回の実験は低温で行ったため、(a) アセトン-アセトンの化合物は、生成物質との平衡が不利なので反応はあまり進行しない(参考文献①)し、β-ヒドロキシカルボニル化合物の状態に停止する(図4)。ここに④の水温を低く保つ理由があり、アセトン-アセトン反応を抑え、アセトン量を減少させないことが出来る。

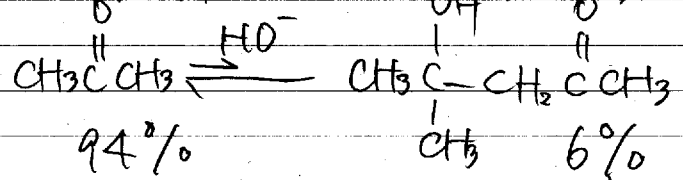


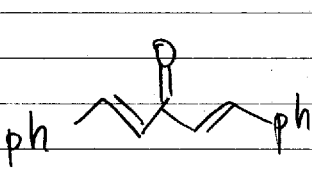
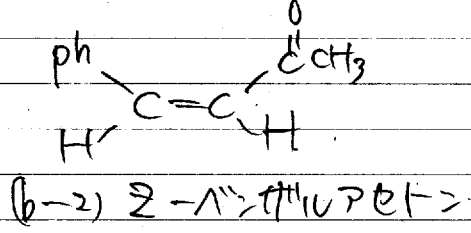
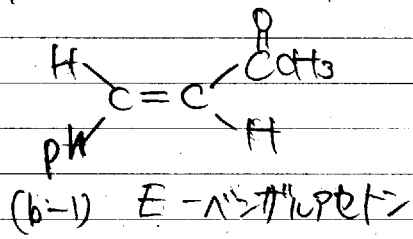
図4 アセトンからのアルドールの生成

γ-ブチロンのアルドール反応の駆動力が弱いのは、アルデヒドよりも高い立体障害と、γ-ブチロンのC=O結合がアルデヒドのそれよりも強い(約3 kcal mol⁻¹)ためである(参考文献①)。

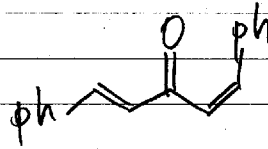
よって、(a) はアルデヒドとの反応である (b) や (c) には比べて熱力学

的に理論論的に不利なため、ほぼ生成しない。

また、4.3 ① ② 精製結晶は通常通り、液体であるシスシステジ
ンベンザルアセトを除去、(C)のシスベンザルアセトン結晶は2つある。し
がら、精製結晶中には以下の化合物が存在すると考えられる。



(c-1) E,E-シスベンザルアセトン



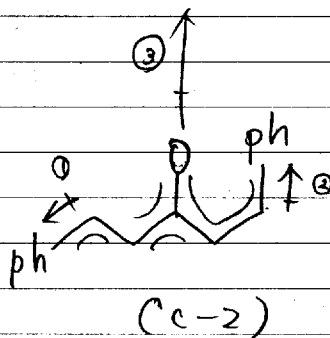
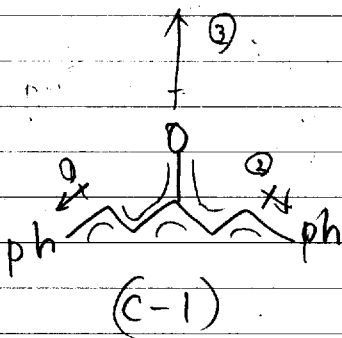
(c-2) E,Z-シスベンザルアセトン

4.5. 精製結晶に存在する可能性のある化合物

この構造を見ると、(b-1)はトランス体であるため(b-2)より立体障害が
かなり少なく、(b-1)の存在の方が多いとわかる。同様に、(c-1)の方が
(c-2)より存在するはずである。これは、3 ⑨ の結晶の観察からも分か
る。

次に、なぜ、B, Dのピークに幅があったかであるが、4.4.1の一段
落目で述べた通り、他の成分が混在していると考えられる。それは、(c-1)(c-2)
である。これは、次のように確かめられる。

4.1のように、シスベンザルアセトンは、非局在化する二重結合をもつ。
つまり、そのπ軌道は、フェニル基が(c-1)や(c-2)のように結合した
場合、分子の双極子モーメントが微小ながら変化する(4.6)。



- ①, ②: 非極化による誘起双極子
- ③: O原子による電気陰性度由来の永久双極子モーメント

4.6 (c-1), (c-2) の双極子モーメント

図6より、(C-1)より(C-2)分子の方が極性が高いと言えるため、B, D スポットの微小上部は(C-1) B, D スポットの微小下部には(C-2)が検出されているはずである。これは、表2のスポットの色が真黄色であることや、(C-1)(C-2)は芳香族環を持つため紫外線照射時の濃灰色も理論に合う結果である。

スポット A, C については、微量かつ、紫外線照射時の薄灰色からも(C-1)(C-2)の濃度が低く、芳香族環が少ない(b-1)(b-2)であると分かる。

少し長くなったので、まとめると、図7 のようになる。

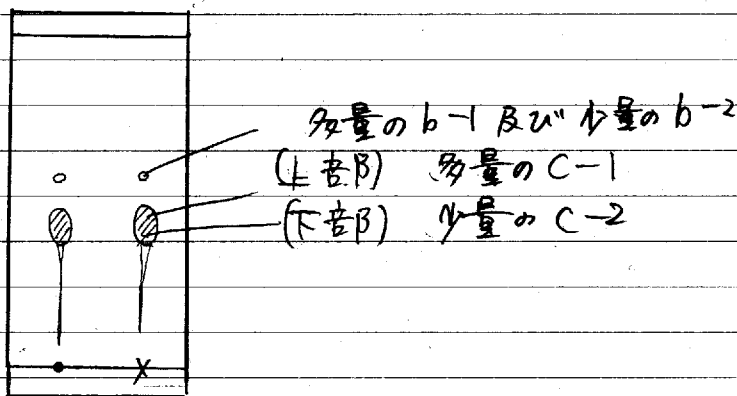


図7 精製結晶の薄層クロマトグラフィーのまとめ

4.4.2 粗製結晶と薄層クロマトグラフィー

粗製結晶が精製結晶のスポットとほぼ同じであったのは、4.4.1の一段落目や4.4.1の結果より、再結晶では分離が図1のためである。Rf値が同じなので、他の不純物は変わらなると分かる。

4.4.3 融点

4.4.1の結果より、精製結晶とは違い、b-1, b-2, C-1, C-2の化合物が存在するために融点降下が起きている。

粗製結晶も、かなり近い値だが、幅が広いため、他の不純物が結晶に少量残っていると分かる。

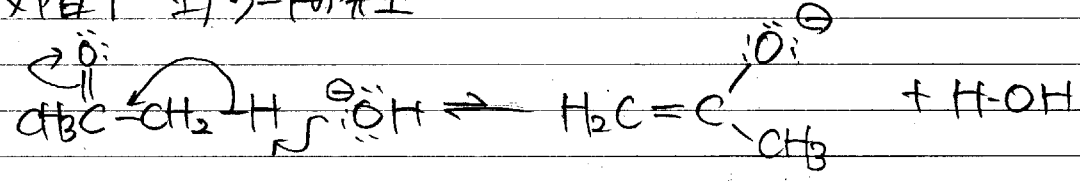
4.4.3 収率

収率は良かったのだが、副生成物が少量生じた結果となった。これは収率化を目標としては、5.4(1)を行う場合に似ているが、過剰のハンスアルテッドと塩基中へ全量を加えたので、アセトンを少量ずつ加える方法が最も良い。これは、ハンスアルテッドはエーテル化できないので、先に加えておき、アセトンをエーテル化させ、大量に存在するハンスアルテッドと反応を完了させる。このようにして手順を踏めば、目的物を選択的に合成出来る。

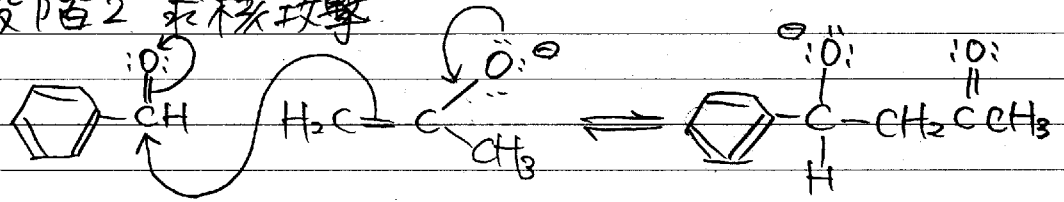
5. 問題の解答

5.1. この種類の反応は交叉アルドール縮合という。

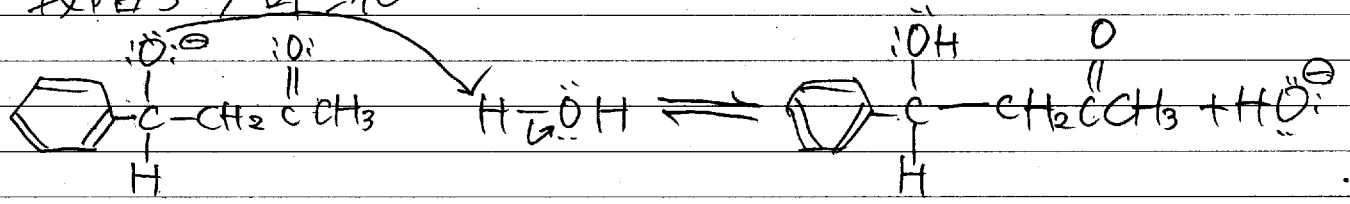
段階1 エノラートの発生



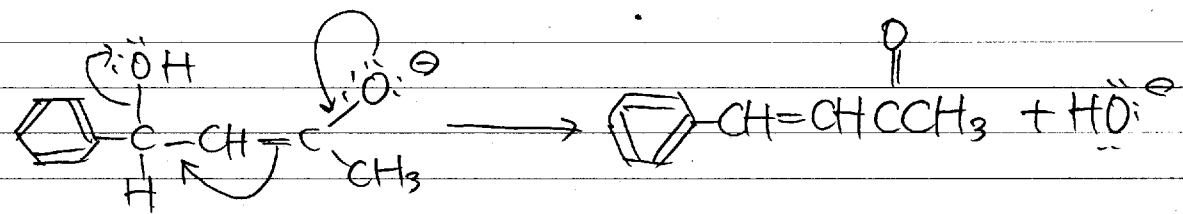
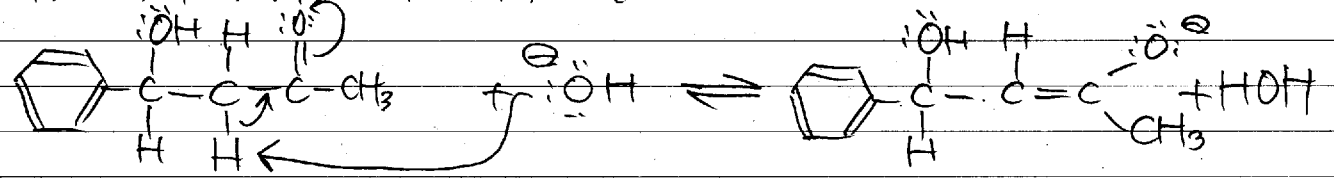
段階2 求核攻撃



段階3 7°OH生成

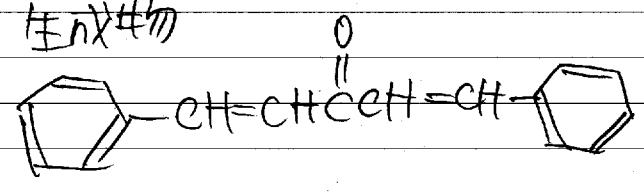


段階4 アルドール脱水反応 (生成物の熱力学安定性により進行)



段階5 残ったの水素がさらに1分子アルデヒドと反応する (段階1~4を繰り返す)

生成物



(参考文献①)

5.2. シンガリアセトンの重合体の立体化学は、そのとき E, E 体のときが最も安定であると考えられる。これは、図 5 C-1, C-2 の他に、C-3 (図 8) を見ると、C-1 < C-2 < C-3 の順に立体障害が大きいとわかる。

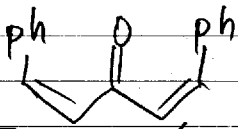


図 8 Z, Z 体 (C-3)

よって E, E > E, Z > Z, Z の順に安定であるため、E, E 体であると考えられる。

- 5.3. (i) 1.2-ジアルテトドアセトンの量の 1/2 倍
 (ii) 1.2-ジアルテトドアセトンの量の 0~1 倍 があったとき。

段階 1 1.2-ジアルテトドアセトンが重合し、さらにシンガリアセトンが生成する。

段階 2 (i) 1.2-ジアルテトドアセトンがなくなり、微量の 1.2-ジアルテトドアセトン 2 分子が反応し 4-クロロペンタ-1,3-ジエン (2-10-9) = (3 液体のため) 結晶化はしないが生成する。

(ii) アセトンがなくなり、1.2-ジアルテトドアセトンはほぼ完全に反応し、反応は終了する。

よって (i) のとき シンガリアセトン、1.2-ジアルテトドアセトン、4-クロロペンタ-1,3-ジエン (2-10-9)

(ii) のとき シンガリアセトン、1.2-ジアルテトドアセトン

6.4. (i) 4.4.3 収率を上げたいが、1.2-ジアルテトドアセトンはエーテル化してしまい、先に加えても変化は起きない。この系にアセトンを加えていくと、アセトンは少量ではエーテル化し、この系に多量にある 1.2-ジアルテトドアセトンは反応し、シンガリアセトンを生成する。アセトンを加える量が少なくなると、目的物の生成率は悪くなる。

(ii) アセトンを高濃度で加えると、少量の 1.2-ジアルテトドアセトンが反応し、4-クロロペンタ-1,3-ジエン (2-10-9) を生成する。この系に 1.2-ジアルテトドアセトンを加えていくと、1.2-ジアルテトドアセトンは反応は止まるが、さらに加えていくと系内に 1.2-ジアルテトドアセトンが増加したことで、シンガリアセトンを生成する。そのため (2-10-9) はアセトンが反応して減少するにつれて増加し、減少していく。

5.5

5.5.1 TLCの原理 (参考文献③)

固定相の層が主として紙管現象により溶媒が移動し、溶媒の移動に伴いプレート上の試料が移動する。この時、試料の固定相への吸着の強さと移動相の溶媒への溶解性の違いにより、試料の移動距離が異なる。この違いを利用して(2)により、化合物の分離分析が行える。

5.5.2 試料の純度とR_f値の関係 (参考文献③④)

展開溶媒の先端と原点との距離に対する試料の移動距離をR_f値と呼ぶ。これは試料に対して一定の値になる。

予想化合物とほぼ同様の挙動(R_f値)を示す化合物が試料に含まれている場合は、予想化合物のスポットに重なりスポットのピーク幅が広がったり、ピークがずれたりすることもある。したがって、試料の純度が低下すると、R_f値に影響を与え、精密な分離が行えない。

6. 参考文献

- ① 有機化学辞典—現代有機化学(F) 2007.9.20 第4版 化学同人
- ② 化合物の辞典 1997.11.20 第1版 朝倉書店 橋本直樹
- ③ 若手研究者のための有機化学の測定テクニック 2006.3.1 第1版 講談社 野瀬卓平
- ④ 機器分析化学 2004.12.10 朝倉書店 津田孝彦