

## 合成実験問題集 第4回

### <問1>

再結晶においては、不純物は溶解するが目的物が溶ける量はできる限り少なく抑えられるように、溶媒の選択と溶媒量・温度の設定が重要である。これら熱力学状態を左右する要素の他にも、ゆっくりと結晶化させるといった手順・経路にも気をつける必要があるが、これは何故か簡潔に述べよ。

### <問2>

再結晶においては、加温して冷ますと結晶の粒径が大きくなることが知られている。この理由を「臨界核半径」という語を用いて説明せよ。

### <問3>

カラムクロマトグラフィーにおいて分離能を最大化するために気をつけるべき点を列挙せよ。

### <問4>

a) TLC を用いて2つの化合物 A・B を分析したところ、R<sub>f</sub> 値はジクロロメタン・ヘキサン比が 1:3 のとき、0.55・0.50、1:5 のとき 0.28・0.25 であった。200 mL の溶媒を含んだシリカゲルからなるカラムを使用し、希薄な A・B の混合溶液 10 mL をロードしてクロマト

グラフィーによる分離を行ったとき、ロード分も含めて何 mL 流したところで A・B が流出開始するかジクロロメタン・ヘキサン比が 1:3 のとき、1:5 のときの両者について答えよ。ただし、カラム内での幅広化は考慮しないものとする。

b) 化合物 A・B の溶解度が不十分でジクロロメタン・ヘキサンの 1:3 混合溶液 50 mL になんとか溶解できたとする。A の流出後から B が流出開始までに 25 mL の間隔があるように分離を行うには、シリカゲルを a) の何倍積みばよいか答えよ。

c) 化合物バンドの幅広化は、前方向に 2% 分、後ろ方向に 6% 分で近似できるものとする。また、カラムクロマトグラフィーの際の流出速度はシリカゲルの高さに反比例し、a) の半分を下回ると流出速度が一定になるとする。

希薄な A・B の混合溶液 5.0 mL をロードしてジクロロメタン・ヘキサン比 1:5 で分離した場合に、A の流出後から B が流出開始までに 50 mL の間隔があるようにしつつ、できるだけ短時間で分離を行うにはシリカゲルを a) の何倍積みばよいか答えよ。また、混合溶液をロードしてから B の流出が終わるまでにかかる時間は、a) でジクロロメタン・ヘキサン比が 1:3 の場合（幅広化も考慮する）に比べて何倍になるか答えよ。