

色の構造の研究

2638 安田夢未 2507 可知希望 2611 亀嶋姫依 2626 柘植恵

要旨

化学反応を使って合成できる色の構造を探るために、カップリング反応を使って実験を行った。結果として、カップリング反応では、アゾ基がある化合物は全て暖色であることが分かった。また、時間が経つと生成された色が変わってしまった。そこで、カラムクロマトグラフィーを用いてその原因を調べる。

1. 目的

カップリング反応を使って合成できる色の構造を探る。

2. 仮説

カップリング反応で生成できる色は暖色が多いといわれているが、アゾ基以外の要因によって暖色以外の色素も生成できる。

3. 実験・結果・考察

【実験1】 α ナフトールとアニリンの反応

使用した器具・薬品

器具 試験管、ビーカー、駒込ピペット、ガラス棒、シャーレ、白い木綿布

薬品 アニリン、 α ナフトール、6mol/l 塩酸、2mol/l 水酸化ナトリウム、10%亜硝酸ナトリウム溶液

方法

- ① 50 cm³のビーカーに水を10 cm³とり、これにアニリン1 cm³を加えよくかき混ぜる。
次に6 mol/L 塩酸を2 cm³加えアニリンをとかす。さらに、塩酸3 cm³を追加して200 cm³ビーカーに入れた氷水で十分に冷却する。
- ② ①で生じた塩酸酸性のアニリン塩酸塩溶液を冷却したまま、10%亜硝酸ナトリウム溶液15 cm³を少しずつ加える。
- ③ 別の50 cm³のビーカーに α ナフトールを0.2gとり、2 mol/l 水酸化ナトリウム20 cm³を加え

て溶解する。

- ④ ③の溶液を浸したガーゼに②の溶液をスポットし、色の変化を観察する。
- ⑤ ガーゼを水洗いし、乾燥させる。残った溶液も混ぜ合わせた。
 α ナフトールの代わりに β ナフトール、フェノール、スルファニル酸などを用いてカップリングさせることも試みた。



図1 カップリング反応の実験の様子

結果

カップリングに用いた試薬と、反応によって生成した色素の色のついては下表のようになった。

試薬	色
アニリンと α ナフトール	あずき色
アニリンと β ナフトール	橙赤色
アニリンとフェノール	橙赤色
スルファニル酸と β ナフトール	橙赤色

表1 薬品の組合せによる色の違い

また、染色したガーゼは色の変化がなかったが、実験⑤で混ぜ合わせた溶液は長時間放置すると色が変わっていくのが観察された。

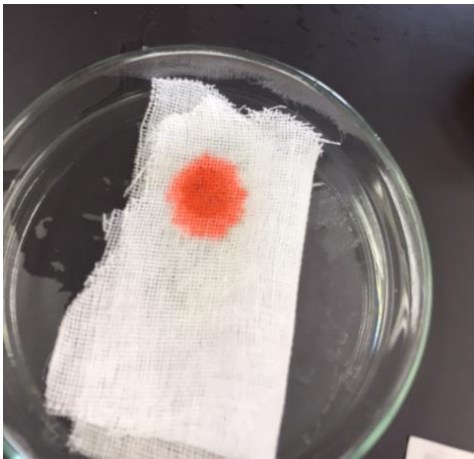
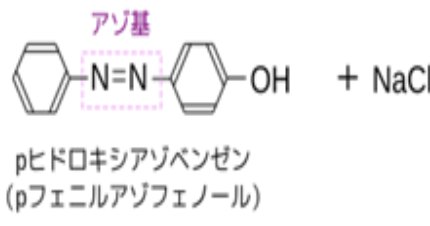
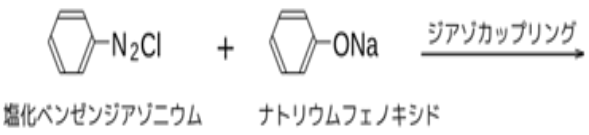
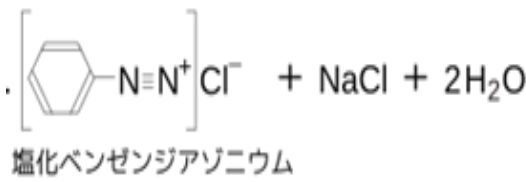
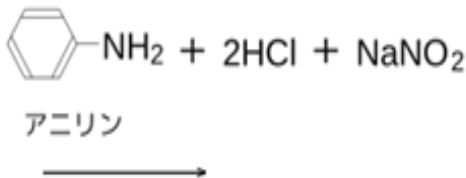


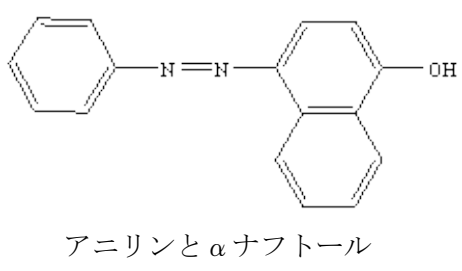
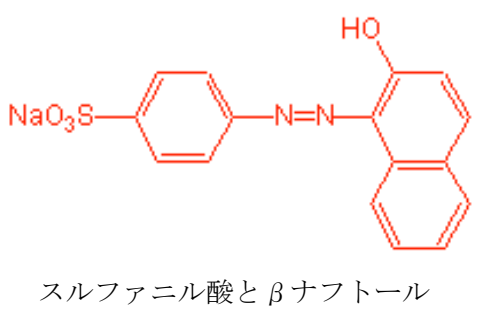
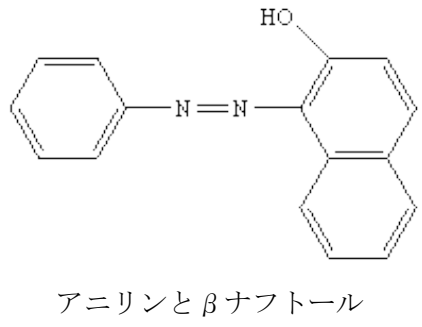
図2 β ナフトールの実験結果

考察

アニリンとフェノールを原料としたカップリング反応は以下の通り。



同様に、ほかの試薬を用いて得た色素の構造式は以下のように考えられる。



色の違いはそれぞれあっても、共通してアゾ基を有していれば暖色系の化合物が生成することがわかった。また、時間の経過とともに色が変わってしまったのは何らかの反応によって、④アゾ基が他の構造に変化した。⑤色素に別の置換基が結合したことが考えられる。時間の経過による色の変化について以下の実験を行うことにした。

【実験2】クロマトグラフィー

使用した器具・薬品

器具 脱脂綿、カラム管、スタンド、三角フラスコ、試験管

薬品 ワコーゲルc 200、展開溶媒(酢酸エチル：ヘキサン=1：2)

方法

β ナフトールとアニリンのカップリングで生成したが、変色した色素を薄層クロマトグラフィーを用いて、成分を分離した。(酢酸エチル：ヘキサン=1：2)すると、図3のように数種類の物質が混ざっていることが分かったので、カラムクロマトグラフィーを用いて、分離することを試みた。



図3 TLCの結果

- ① カラム管の奥に綿をつめる。
- ② ワコーゲルを三角フラスコに入れる。
- ③ ②の中に展開溶媒(酢酸エチル：ヘキサン=1：2)を入れる。
- ④ ①の中に展開溶媒を少し入れ、③を振りながら入れる。
- ⑤ カラム管のレバーを開け、出てきた透明な

液体を集める。

- ⑥ ⑤の操作の間展開溶媒を入れ続け、ワコーゲルと溶液が同じ位置になったら、レバーを閉める。
- ⑦ ⑥にカップリング反応や藍染めの実験で作った有色溶液を入れ、吸着させる。
- ⑧ レバーを開け、カラム管から出てきた溶液を試験管に集める。
- ⑨ ⑧で集めた溶液をローバリーエバポレーターで減圧蒸留して溶媒を取り除く。

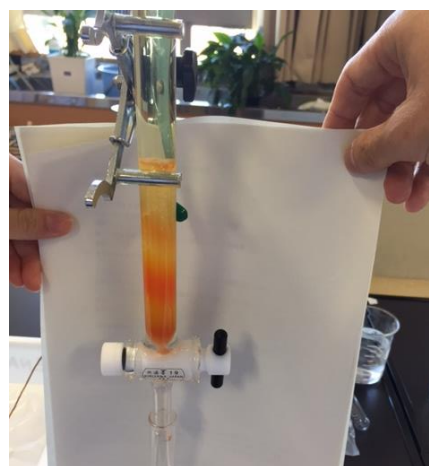


図4 カラムクロマトグラフィーの様子

結果

約10ml ずつ展開溶媒を集めたところ、2本目と4本目に多く色素が集まった(図5)。これを減圧蒸留することで、色素の結晶を得た(図6)。変色した化合物の中から黄色系統の色素が抽出できた。この実験で抽出する前に確認できていた橙赤色よりも薄い黄色～黄色の色素のほうが多く抽出できた。

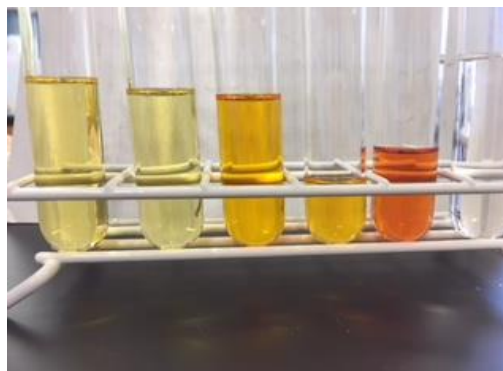


図5 カラムクロマトグラフィーの結果



図6 抽出した色の成分

考察

クロマトグラフィーによって、変色した色素を分離できたが、変色前の橙赤色の中にもこの黄色の物質が含まれていたかもしれない。よって、カップリング反応直後の溶液に対してもクロマトグラフィーを行う必要がある。

4. 結論

今回実験で合成した色素はすべて、アゾ基を有していたため暖色をしていた。色素は水溶液中で保存をすると変色しやすく、変色したものの中にアゾ基を有していない物質が存在するかもしれない。

5. 今後の展望

変色した色素の構造について調べる必要がある。今後は分離したそれぞれの色素について、アゾ基の有無等に注目しながら、構造を解明していきたい。

6. 参考文献

・化学の実験 浜島書店