



有機化学学生実験における一考察 (3) :
次亜塩素酸を用いたシクロヘキサノールの酸化

メタデータ	言語: jpn 出版者: 公開日: 2013-11-19 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 林, 伸光, 伊藤, 詣二, 田中, 義光, 光井, 信二 メールアドレス: 所属:
URL	https://doi.org/10.24729/00007938

有機化学学生実験における一考察(Ⅲ)

次亜塩素酸を用いたシクロヘキサノールの酸化

林 伸光* 伊藤 諒二* 田中 義光* 光井 信二*

A Study of the Experiments of Organic Chemistry for Students (III)
-Oxidation of cyclohexanol with hypochlorous acid-

Nobuaki HAYASHI*, Keiji ITO*, Yoshimitsu TANAKA*, Shinji MITSUI*

ABSTRACT

The oxidation of alcohols to ketones relates two of the most important functional groups and therefore is the significant theme in the organic experiments. In the oxidation experiment, chromic acid have been used since 1940's, but chromic acid oxidation poses a severe waste disposal problem. In the latest paper, we reported that potassium permanganate in an acidic medium was available for the oxidation of cyclohexanol into cyclohexanone instead of using sodium dichromate from the point of view such as saving the expenses and maintenance of environment and safety. We investigate the clean oxidation method using hypochlorous acid described in Journal of Chemical Education. In this paper, we report that the oxidation method with hypochlorous acid is the ideal method because no hazardous waste disposal problem, no toxic metal ions, and substantial safety, available generally to the oxidation of secondary alcohols to ketones in good yields, and can be furthermore applied as the experimental method for students in the oxidation of cyclohexanol into cyclohexanone.

1. 緒言

化学を学ぶには、単に教科書、参考書などで学ぶだけでは不十分で、同時に実験を行うことによって、反応の理論や原理、薬品の物性、有効な実験技術などを総合的に理解することができる。

しかし、従来の実験方法は、試薬・器具の経費が高い、実験時間が長い、場所をとる、学生の実験技術の未熟による災害が大きい、廃液・副生成物が多量にできるなど、多くの問題を含んでいた。

一方、最近では、分析機器の発達が進み、試料・試薬が少量でも、十分に構造決定や純度の確認ができるようになった。

近年、教育機関における学生実験や講義実験の歩むべき方向として、上記の観点に立った新しい試みがなされている。そして、有機合成の、かつての実験を再検討する必要が生じた。そこでわれわれは、有機化学学生実験についての、かつての実験に対し、少量化および近代化について検討を行い、その結果を報告してきた¹⁾

本報では、より理想的な二級アルコールの酸化法とし

て、次亜塩素酸を用いた方法を報告する。

アルコールのケトンへの酸化は、有機化学における最も重要な官能基二つに関係し、有機合成の重要な反応である。この種の酸化反応の例として、多くの教科書や実験書に記載されている、シクロヘキサノールからシクロヘキサノンへの酸化では、ごく最近までそのほとんどが酸性溶媒中での、二クロム酸ナトリウムによる方法を紹介している。クロムの有害性や、過マンガン酸カリウムを用いた酸化法は、既報^{1a)}でも述べた。しかし反応のあと処理法、生成物の収率、純度、廃液処理などには、まだまだ改良すべき点が残された。

最近、Jerry²⁾らは、クリーンな酸化剤として、プール用塩素殺菌剤(次亜塩素酸ナトリウム溶液)を用いたシクロヘキサノールからシクロヘキサノンへの酸化を、学生実験に適用できることを報告した。また、ごく最近、Dana³⁾らは、“Microscale Organic Laboratory”の中で、同様の次亜塩素酸を用いたシクロヘキサノールの酸化を微量法適用例として示している。

もし、次亜塩素酸が二級アルコールの酸化剤として有効に作用するならば、二クロム酸酸化や、過マンガン酸酸化に比べて、有害な重金属イオン廃液が生成しない、安全性が高い、安価である、などの利点がある。そこで、われわれは、(1)この酸化法⁴⁾を参考にしながら、

二級アルコールの酸化における普遍性について検討, (2) シクロヘキサノールからシクロヘキサノンへの酸化を学生実験に適用しよう, 反応時間や反応のあと処理についての検討, (3) 学生実験への適用, (4) 少量法を学生に適用する際の問題点および方法の検討, などを行った。

2 次亜塩素酸ナトリウム溶液を用いた二級アルコールの酸化についての検討

2.1 試薬

次亜塩素酸ナトリウム溶液は, 要薬品社製 (有効塩素 12%, 食品添加物) を再滴定の後, 有効塩素 10.5% ~ 12.0% のものを用いた。酢酸, ジエチルエーテルは薬理化学工業社製の一級試薬を, 亜硫酸水素ナトリウム, 水酸化ナトリウム, 無水硫酸マグネシウム, シクロヘキサノール, 2-メチルシクロヘキサノールは, 和光純薬社製の一級試薬, 1-フェニルエタノールは同社特級試薬を, *dl*-イソピノカンフェオールは, アルドリッチ社製 98% のものをそのまま用いた。3-フェニル-2-ブタノールは, 2-フェニルプロピオンアルデヒド (アルドリッチ社, 80%) から, グリニャール反応で合成した。

2.2 機器

生成物の構造決定や純度の確認は, ガスクロマトグラフ分析 (GLC), 赤外吸収スペクトル分析 (IR), 核磁気共鳴スペクトル分析 ($^1\text{H-NMR}$), 屈折率の測定により行った。機種・型式は下記に示す。

GLC: 島津製作所 GC-4CPF 型ガスクロマトグラフを使用した (カラム; ガラスカラム $4\text{mm} \times 1\text{m}$, 充填剤; Silicone SE30, 10% Chromosorb 60~80メッシュ)。検出器; FID, 試料注入温度 300°C , カラム温度 $80 \sim 250^\circ\text{C}$ (昇温), キャリヤガス; 窒素, 流量 $40\text{ml}/\text{min}$ 。IR: 島津製作所 IR-27G 型分光光度計を使用した。

$^1\text{H-NMR}$: 日立 R24 型スペクトルメーターを使用した。
(内部標準物質; テトラメチルシラン)

屈折計: アタゴ社製を用いた。

2.3 実験

次亜塩素酸ナトリウム溶液による酸化を, 文献記載²⁾の方法により, 種々の二級アルコールについて行った。

○実験-1 シクロヘキサノールの酸化

500ml の四ツ口フラスコに, かきまぜ機, 滴下ロート, 温度計, ガス吸引管の付した還流冷却器を, Fig-1 のように取りつけた。

フラスコに 15.2g (0.15mol) のシクロヘキサノール, 8ml (0.15mol) の酢酸を入れた, つぎに滴下ロートへ

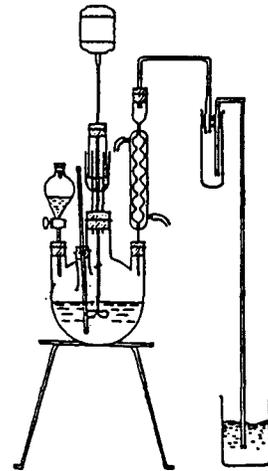


Fig-1

230ml (0.41mol) の次亜塩素酸ナトリウム溶液 (有効塩素約 12%) を入れた。かきまぜを開始, 滴下ロートから 25ml の次亜塩素酸ナトリウム溶液をすばやく滴下した, 温度約 45°C となった。その後, 内部温度が $40 \sim 50^\circ\text{C}$ となるように残りの次亜塩素酸ナトリウム溶液を滴下した。もし温度が 50°C を超えるならば外部から氷水で冷却, 全量を加え終るのに約 30 分を要した。

滴下終了後, 混合物をそのまま 30 分間かきまぜた。反応混合物を冷却後, ヨードデンプン紙をセンサーとして用いて, 過剰の次亜塩素酸がなくなるまで, 飽和亜硫酸水素ナトリウム水溶液を加えた。次に数滴のフェノールフタレイン指示薬を加え, 溶液が中性になるまで 6M 水酸化ナトリウム水溶液を加えた。分液ロートを用いて 50ml のエーテルで 3 回抽出, エーテル層を合わせ, 無水硫酸マグネシウムにより乾燥後, 溶媒を留去し, 14.5g (yield 98.6%) の粗製シクロヘキサノンを得た。このシクロヘキサノンについて GLC 分析を行った結果, 純度約 96% であることがわかった。b. p. 155°C , n_D^{20} 1.4507, IR (neat) ν (cm^{-1}): 2898, 2824, 1712, 1219. NMR (CCl_4): δ ; 1.87 (6H, m), 2.25 (4H, m)。

○実験-2 2-メチルシクロヘキサノールの酸化

2-メチルシクロヘキサノール 100g (0.88mol), 酢酸 47ml (0.88mol), 次亜塩素酸ナトリウム溶液 1427ml (2.53mol) を用い, 実験-1 に述べた方法で反応およびあと処理を行った結果, 96.3g (yield 97.7%) の粗製 2-メチルシクロヘキサノンを得た, GLC 分析の結果, 純度約 94% であった。b. p. $162 \sim 163^\circ\text{C}$, n_D^{20} 1.4478, IR (neat) ν (cm^{-1}): 2870, 2825, 1715, 1445, 1205. NMR (CCl_4): δ ; 1.05 (3H, d), 1.20~2.50 (9H, m)

○実験-3 3-フェニル-2-ブタノールの酸化

3-フェニル-2-ブタノール 60.0g (0.40mol), 酢酸 22ml (0.40 mol), 次亜塩素酸ナトリウム溶液 621ml (1.10 mol) を用いて, 実験-1 と同様の方法で反応およびあと処理を行った結果, 55.0 g (yield 94.2%) の粗製 3-フェニル-2-ブタノールを得た。GLC 分析の結果, 純度約 86% であった。b.p. 96~97°C/14 mmHg, n_D^{20} 1.5088, IR (neat) ν (cm⁻¹): 2980, 1710, 1495, 1456, 1352. NMR (CCl₄): δ ; 0.83 (3H,d), 1.39 (3H,s), 3.17 (1H,q), 6.61 (5H,s)。

○実験-4 1-フェニルエタノールの酸化

1-フェニルエタノール 18.3 g (0.15 mol), 酢酸 8ml (0.15 mol), 次亜塩素酸ナトリウム溶液 230ml (0.41 mol) を用いて, 実験-1 と同様の方法で反応およびあと処理をした結果, 13.4 g (yield 74.5%) の粗製 アセトフェノンを得た, GLC 分析の結果, 純度約 95% であった。b.p. 202°C, n_D^{20} 1.5325, IR (neat) ν (cm⁻¹): 1686, 1369, 1269, 766, 761. NMR (CDCl₃): δ ; 2.61 (3H,s), 7.20~8.08 (5H,m)

○実験-5 dl-イソピノカンフェオールの酸化

dl-イソピノカンフェオール 100 g (0.65 mol), 酢酸 35ml (0.65 mol), 次亜塩素酸ナトリウム溶液 997ml (1.76 mol) を用いて, 実験-1 と同様の方法で反応およびあと処理をした結果 73.0 g (yield 73.9%) の粗製 ピノカンフェオンが得られた。GLC 分析の結果, 純度約 45% であったため蒸留を行い, 24.8 g (yield 25.1%) のピノカンフェオン (純度約 98%) を得た。b.p. 211~213°C, n_D^{20} 1.4727, IR (neat) ν (cm⁻¹): 2925, 1710, 1470, 1365, 1041. NMR (CDCl₃): δ ; 0.90~1.20 (9H,m), 1.50~2.50 (7H,m)

2.4 結果および考察

以上の結果を Table 1 に示す。

Table 1 に示すように, 次亜塩素酸ナトリウム溶液を用い, シクロヘキサノールを開環または塩素化することなく, 収率よくシクロヘキサノンに酸化することができた。

また, 脂肪族二級アルコールでも, フェニル基を α 位に持つ二級アルコールでも, それぞれ相当するケトンに収率よく酸化できることがわかった。また, dl-イソピノカンフェオールのような立体的に複雑なアルコールでも, 低収率であったが, その骨格をこわすことなく相当するケトンに酸化できた。

この酸化反応の副生成物は, 水, 塩化物イオン, ナトリウムイオン, その他の無機塩であり, 全く無害なものばかりである。従って従来から用いられてきた有害な二

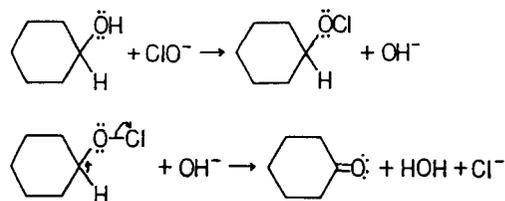
Table 1 The oxidation of alcohols with hypochlorous acid

Alcohol (mol)	Ketone (Yield % crude)
Cyclohexanol (0.15)	(98.6)
1-Methyl cyclohexanol (0.88)	(97.7)
3-Phenyl-2-butanol (0.40)	(94.2)
1-Phenyl ethanol (0.15)	(74.5)
dl-Isopinocampheol (0.65)	(73.9)

クロム酸ナトリウムや過マンガン酸カリウムなどの重金属を含む酸化剤を用いることなく, より安価で安全でクリーンな酸化剤として, プール用塩素殺菌剤である次亜塩素酸ナトリウム溶液が有効であることがわかった。

この反応における酸化剤は, クロロニウムイオン Cl^+ で, 反応後はクロライドイオン Cl^- に還元される。

シクロヘキサノールは還元剤として作用し, 酸化物としてシクロヘキサノンが得られる。そのメカニズムは次のように考えられているが, くわしいメカニズムについては, まだよく知られていない。



3 シクロヘキサノールの酸化を学生実験へ適用するための検討

3.1 実験 - 反応時間の検討 -

2.3 項の実験-1 に示した方法に従ってシクロヘキサノールを次亜塩素酸で酸化した, その際の反応時間を検討するため, 酸化剤の滴下終了後, すぐ, 10分後, 20分後, 30分後, 60分後にそれぞれの生成物を GLC によって追跡した。酸化剤の滴下終了後, それぞれ所定の時間に反応混合物をサンプリングし, ヨードデンブレン紙をセンサーとして, 飽和亜硫酸水素ナトリウム水溶液を加え, 次にフェノールフタレイン指示薬を加えて, 6 M 水酸化ナトリウムにて中和した。その後ジエチルエーテルで抽

出し、有機層を分離、無水硫酸マグネシウムにより乾燥後GLCにより分析、あらかじめ標品によりシクロヘキサノールとシクロヘキサノンの相対感度を求めておき、その補正ののち、シクロヘキサノールとシクロヘキサノンのモル比を求めた。結果をTable 2に示した。

Table 2 The conversion as a function of reaction time

Time (min)	Cyclohexanol:	Cyclohexanone
0	32%	68%
10	2%	98%
20	trace	>98%
30	trace	>98%
60	trace	>98%

3.2 実験 — あと処理法の検討 —

2.3項、実験一1のあと処理法では、揮発性溶媒ジエチルエーテルを多量に用いて抽出操作を行った。しかし学生実験では、多くの学生が同時に実験を行うため、エーテル蒸気が実験室に立に込める危険性が大きく（大気中400ppm以上、ACGIH委員会、USA）、また引火する恐れも大である。実験を行う環境面からも、あと処理法について検討する必要が生じた。

○予備実験一1 2.3項、実験一1の条件で反応を行い、中和後、500ml丸底フラスコに内容物を移した、水50mlを内容物に加え、Fig-2に示した装置で簡易水蒸気蒸留を行った。はじめの留分約80mlを三角フラスコに集め、次に別の三角フラスコに第2の留分約80mlを集めた、その各々の三角フラスコに約10gの食塩を加え、溶解ののち分液により、はじめの留分から14.5ml (yield 93.7%)の粗製シクロヘキサノンを得た、GLC分析の結果、純度98%以上であることがわかった。また第2の留分からはシクロヘキサノンは分離できなかった。

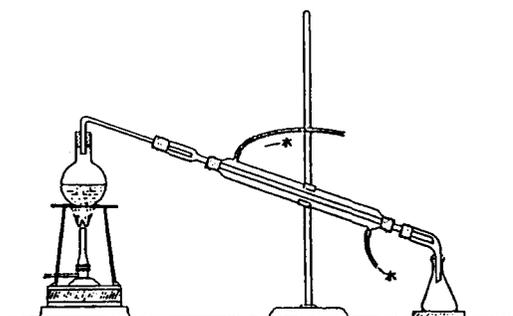


Fig-2

○予備実験一2 予備実験一1の2分の1量で行った。7.3ml (yield 94.4%)の粗製シクロヘキサノンを得た。

3.3 考察

3.1項の反応時間の検討では、次亜塩素酸ナトリウム溶液を滴下終了後10分で、シクロヘキサノールのほぼ全量がシクロヘキサノンに酸化されており、酸化剤滴下終了後のかきまぜは、30分間で十分であることがわかった。

また、同様の検討を1-フェニルエタノールについても行ったが、酸化剤の滴下終了後20分で、ほぼ完全に酸化されていた。

3.2項のあと処理の検討では、有害な揮発性溶媒を用いなくても、簡易水蒸気蒸留を行うことにより、高収率高純度でシクロヘキサノンが得られた。そして水蒸気蒸留の留分は、約80mlでよいことがわかった。

予備実験一2では、予備実験一1の2分の1量でも、学生実験に適用しうる十分な量のシクロヘキサノンが得られた。

4. 学生実験への適用

4.1 準備

○器具 300ml四ツ口フラスコ、機械的かきまぜ機、還流冷却器、ガス吸接管 (Fig-1に示した)、温度計(100℃)、滴下ロート、500ml丸底フラスコ、曲管、リービッヒコンデンサー、アダプター、ビーカー(200ml)、ゴム管(冷却水用)、三角フラスコ30ml、50ml×2、三脚、水浴、バーナー、石綿付金あみ、など。

○試薬 シクロヘキサノール、水酢酸、次亜塩素酸ナトリウム溶液、飽和亜硫酸水素ナトリウム水溶液、6M水酸化ナトリウム水溶液、食塩、フェノールフタレイン指示薬、ヨードデンブンプ紙、無水硫酸マグネシウムなど。

4.2 反応生成物の確認

学生実験における生成物の同定や純度の確認として、GLC分析、IR分析、屈折率の測定、ケトン誘導体(2,4-ジニトロフェニルヒドラゾン)を合成し、その融点測定による確認を課した。

4.3 テキスト

Cyclohexanone

In a 300 ml four-necked round-bottomed flask fitted with a good mechanical stirrer, a dropping funnel, a reflux condenser, and a thermometer, are placed 4 ml of glacial acetic acid and 8 ml of cyclohexanol. Take the 100 ml dropping funnel to the hood to put in 100 ml of the bleach solution, and return it to your four-necked flask. Add about 13 ml of the bleach solution to the reaction mixture and stir the mixture. Furthermore, addition of the total

115 ml of bleach should take about 30 min. The maximum temperature should not exceed 45°C; 40-50°C is fine. After addition is complete, the mixture is stirred for 30 min. If excess oxidant remains, the blue color of the triiodide-starch complex will appear. If you get a blue color, add saturated NaHSO_3 solution to the reaction mixture and stir. Add 0.5 ml phenolphthalein indicator solution to the reaction mixture. Then over a 3-min period add 6M- NaOH (about 10-20 ml) through a short-stemmed funnel until the solution is neutral. Distill the reaction mixture using a short-path column; cyclohexanone and water will codistill. Approximately 30-40 ml of distillate will have to be collected to recover all of the product. Add 5 g solid sodium chloride to the distillate in order to decrease the solubility of cyclohexanone in the aqueous layer. Stir the mixture until almost all of the salt dissolves. Separate the organic layers and dry the crude product with anhydrous magnesium sulfate. Measure the refractive index, IR spectrum and GLC of the raw material.

4.4 実施結果と考察

過去に行った“シクロヘキサノンの合成”と今回の実施結果を下記に示した。

○昭和58年度、二クロム酸ナトリウムを用いて行った時の学生実験平均収率 48.0%

○昭和59年度、過マンガン酸カリウムを用いて行った時の学生実験平均収率 44.7%

◎ケトン誘導体(2,4-ジニトロフェニルヒドラゾン) 文献値 160.0°C

粗製結晶融点のクラス平均 148.3°C

精製結晶融点のクラス平均 153.5°C

○昭和61年度、次亜塩素酸ナトリウム溶液を用いて行った時の学生実験平均収率 56.9%

◎ケトン誘導体(2,4-ジニトロフェニルヒドラゾン)

粗製結晶融点のクラス平均 156.8°C

精製結晶融点のクラス平均 157.8°C

昭和61年度、学生実験の実施結果では、クラスの平均収率が56.9%と、クロムやマンガン塩を用いた時よりも向上した。また有害で揮発性の高い有機溶媒を用いなくても、比較的高収率でシクロヘキサノンを合成している。また多くの学生は、GLC分析により、純度98%以上の製品を合成している。さらにケトン誘導体を合成させ、その融点測定を行わせたと、粗製および精製結晶融点のクラス平均が、マンガン塩を用いた時よりも文献値に近かった。この事からも、次亜塩素酸を用いた方が、より純度の高い生成物が得られることが明らかとなった。

5. 少量法の検討

5.1 目的

学生実験では、比較的高収率、高純度でシクロヘキサノンを合成できた。ここでは少量法で学生に課せられるよう“Microscale Organic Laboratory”を参考にしながら検討した。

“Microscale Organic Laboratory”では、シクロヘキサノール100mg、酢酸250 μl 、次亜塩素酸ナトリウム溶液(～12.5%)2mlを用いて反応を行っている。この実験を追試したところ、シクロヘキサノン9.0mgを得た。この結果、誘導体合成や機器分析を行えるのに十分な量は合成できなかった。そこで、3.2項予備実験-1や、この文献をもとに、原料薬品のシクロヘキサノールを、10ml, 5ml, 3ml, 2ml, 1mlと少量化し、学生実験にも適用しうよう、装置や操作なども含めて検討した。

5.2 実験

○実験-6 300ml四ツ口フラスコを用い、シクロヘキサノール10ml(94mmol)、酢酸5ml(88mmol)、次亜塩素酸ナトリウム溶液144ml(260mmol)で、予備実験-1と同様の反応、およびあと処理を行った。7.25ml(yield 74.8%)の粗製シクロヘキサノンを得た。

○実験-7 200ml丸底フラスコ、磁気かきまぜ機、温度計、滴下ロートをFig-3のように組み立て、丸底フラスコに、シクロヘキサノール5ml(47mmol)、酢酸2.5ml(44mmol)を入れた。かきまぜを開始、温度40～50°Cとなるように、次亜塩素酸ナトリウム溶液72ml(130mmol)を滴下した。30分かきまぜた後、過剰の次亜塩素酸がなくなるまで、亜硫酸水素ナトリウム溶液を加え、6M水酸化ナトリウム溶液で中和の後、温度計、滴下ロートを取り、直接曲管を取り付け、Fig-2のような装置で、

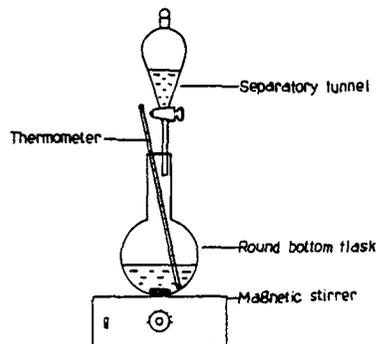


Fig-3

簡易水蒸気蒸留を行った。塩析を行い、3.80ml (yield 78.4%)の粗製シクロヘキサノンを得た。

○実験一8 Fig-3の丸底フラスコを100mlの三角フラスコに変え、シクロヘキサノール3ml (28mmol), 酢酸1.5ml (26mmol), 次亜塩素酸ナトリウム溶液43ml (77mmol)を用いて、同様の反応、およびあと処理を行った。2.25ml (yield 77.9%)の粗製シクロヘキサノンを得た。

○実験一9 Fig-3の丸底フラスコを、50ml三角フラスコに変え、シクロヘキサノール2ml (19mmol), 酢酸1ml (18mmol), 次亜塩素酸ナトリウム溶液30ml (53mmol)を用いて、同様の反応、およびあと処理を行った。1.51ml (yield 76.8%)の粗製シクロヘキサノンを得た。

○実験一10 Fig-3の丸底フラスコを、30mlのサンプルビンに変え、滴下ロートを装置から除き、シクロヘキサノール1ml (9.4mmol), 酢酸0.5ml (8.8mmol)を入れた、次亜塩素酸ナトリウム溶液15ml (27mmol)を、Fig-4のような点滴管を用いて加えた、同様の反応、およ

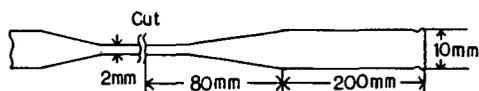


Fig-4

びあと処理を行って塩析の後、Fig-5に示すように、点滴管を用いた方法で分液を行った、0.69ml (yield 71.2%)の粗製シクロヘキサノンを得た。

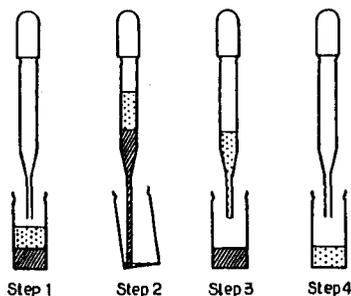


Fig-5

- Step 1. 静置
Step 2. 全量を吸い上げる
Step 3. 水層を分離
Step 4. 有機層を分離

5.3 結果と考察

以上の結果からわかるように、少量法の検討では、良好な結果が得られた。結果をTable 3に示した。

この検討により、ケトン誘導体、スペクトル分析、屈折率の測定などを課す学生実験として適用するためには、Danaらの微量法より、われわれが従来検討してきた少量法によるのが、より適当であると思われる。また少量化により、塩素ガスの発生も少なく、Fig-3のような開放系でも、不快な塩素ガスのにおいは、生理的に検出しなかった。

Table 3 Preparation of Cyclohexanone with semimicro synthetic methods

Cyclohexanol ml (mmol)	CH ₃ COOH ml (mmol)	NaOCl ml (mmol)	Cyclohexanone ml (Yield%)
16 (150)	8 (150)	230 (410)	14.50 (93.5)
10 (94)	5 (88)	144 (260)	7.25 (74.8)
5 (47)	2.5 (44)	72 (130)	3.80 (78.4)
3 (28)	1.5 (26)	43 (77)	2.25 (77.9)
2 (19)	1 (18)	30 (53)	1.51 (76.8)
1 (9.4)	0.5 (8.8)	15 (27)	0.69 (71.2)

6. まとめ

安価で、安全で、クリーンな酸化剤、次亜塩素酸を用いた酸化反応は、種々の二級アルコールに対して、収率よく反応し、相当するケトンが得られ、その純度も高かった。またシクロヘキサノールの酸化を学生実験に適用できるよう検討し、学生に課した結果、比較的高収率、高純度で合成している。さらに環境保全の問題や反応過程の計画、安全性、経費の節減、分析機器の利用など、今後、化学者として歩むべき方向を、より生きたものとして体験させることができ、教育上大きな効果があったものと思われる。反応装置の簡略化や操作などの検討では、少量化を行っても高収率でシクロヘキサノンが得られることがわかった。即ち、少量法として学生に適用できることがわかった。

参考文献

- 林 伸光, 伊藤詣二, 田中義光, 光井信二: 有機化学学生実験における一考察, およびⅢ, 大阪府立高等研究紀要, a) Vol 19, P 73~79 (1985). b) Vol 20, P 27~32 (1986).
- Jerry, R.M., David, M.N., Cathrine, F.L., Carol, V.Z., and Brian, G.F., J. Chem. Educ., 62, 519 (1985).
- Dana, W.M., Ronald, M.P., and Samuel, S.B., "Microscale Organic Laboratory", John Wiley & Sons, Inc (1986).
- Stevens, R.V., Chapman, K.I., and Weller, H.N., J. Org. Chem., 45, 2030 (1980).