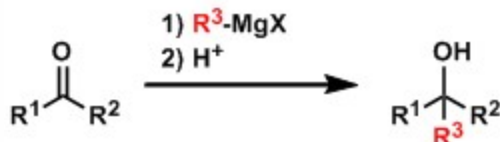


有機金属
試薬

学生実習に最適！

Grignard反応 関連試薬

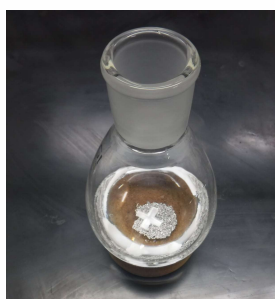
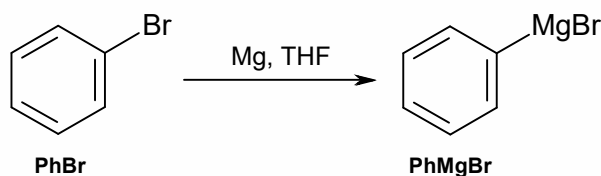


Grignard反応はカルボニル化合物にアルキル基を導入し、対応するアルコールに変換できるポピュラーな反応です。この反応は、ハロゲン化アルキルがマグネシウム(Mg)と反応してGrignard試薬を発生することで進行します。

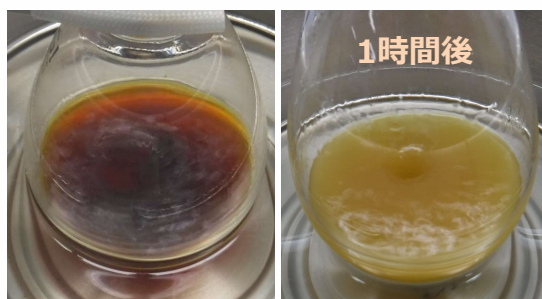
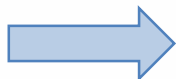
本パンフレットでは、基本的なGrignard反応の実験手順と関連試薬をご紹介します。

実験手順

■ 金属マグネシウムからのGrignard試薬の調製



よう素添加

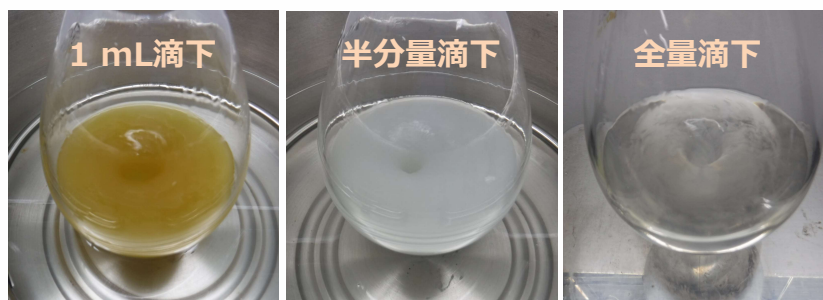


①よく乾燥させたナス型フラスコに削り状マグネシウム(0.62 g)と攪拌子をいれ、脱水THF(120 mL)をロートを使って加えます。

②よう素(0.11 g)を加え、還流管を取り付けてから50℃に調整した水浴にフラスコを浸し、30分以上(赤色が消えて黄色になるまで)攪拌します。



②へ
加える

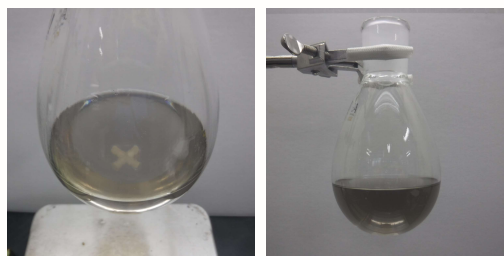
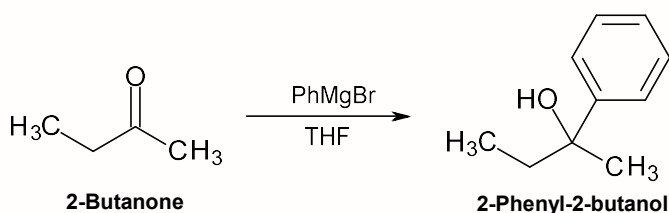


③バイアルにブロモベンゼン(PhBr, 4.0 g)と脱水THF(10 mL)を加え、蓋をしっかりと閉めて振り混ぜます。

④③(1 mL)をピペットで②に加え、ナス型フラスコを50℃の水浴で温めながら10分以上攪拌します。③の溶液の残りを全量滴下ロートに移し替え、水浴からナス型フラスコを外し、発熱に注意しながら5分以上かけて滴下ロートでゆっくりと加えます。

⑤内温が下がりにすぎないように注意しながら1時間以上攪拌すると、Grignard試薬が調整完了します。色が徐々に灰色～黒色になり、マグネシウムが減っているのが確認できます。

■調製したGrignard試薬との反応



⑥滴下ロートに2-ブタノン(2.3 mL)を加え⑤に混合します。発熱に注意しながらゆっくり加え、10分以上攪拌します。反応が終了すると、溶液が灰色になります。

【後処理】

- ⑦ピペットで6 mol/L塩酸(1.7 mL)を発熱に注意しながらゆっくり加え、10分以上攪拌します。
- ⑧飽和食塩水(50 mL)を加え、5分攪拌します。
- ⑨ロートを使って分液ロートに移し替え、よく振り混ぜ、10分静置した後、水層(下層)をビーカーに抜き取ります。
- ⑩飽和食塩水(50 mL)をロートを使って加え、よく振り混ぜ、10分静置します。
- ⑪水層(下層)をビーカーに抜き取り、有機層(上層)を三角フラスコに移し替えます。
- ⑫有機層の入った三角フラスコへ無水硫酸マグネシウム(3 g)入れてよく混ぜます。
※硫酸マグネシウムが全量固まった場合は、再度3 gを入れてよく混ぜます。
- ⑬硫酸マグネシウムをろ過し、酢酸エチル(10 mL)で三角フラスコ等を洗い流します。
- ⑭エバポレーターで溶媒を完全に濃縮して重量を測ります。
- ⑮¹H NMR、TLC、HPLC等で目的物の生成を確認します。

製品一覧

Grignard反応の溶媒にはエーテルやTHFなど、マグネシウムイオンに配位するものを用います。また、Grignard試薬は水と直ちに反応して、炭化水素に置き換わってしまうため、溶媒は水分を含まないことも重要です。

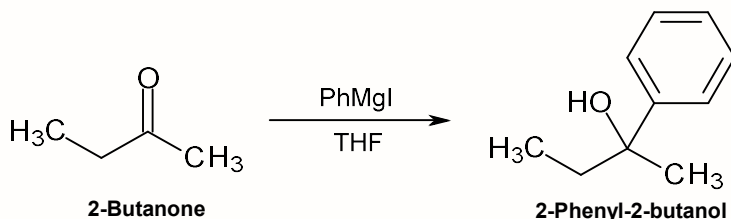
コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
137-06041	マグネシウム, 削り状	グリニャール 反応用	100 g	3,400
139-06045			500 g	7,800
206-18531	テトラヒドロフラン(脱酸素)(安定剤不含) 【溶存酸素: 1 ppm以下 水分含量: 0.001%以下】 危	有機合成用	100 mL	2,800
208-18535			500 mL	5,200
207-18701	テトラヒドロフラン(脱酸素)(安定剤含有) 【溶存酸素: 1 ppm以下 水分含量: 0.001%以下】 危	有機合成用	100 mL	3,500
209-18705			500 mL	5,300
201-17763	テトラヒドロフラン(超脱水)(安定剤不含) 【水分含量: 0.001%以下】 危	有機合成用	100 mL	2,300
207-17765			500 mL	4,500
209-17764			3 L	16,200
205-17901	テトラヒドロフラン(超脱水)(安定剤含有) 【水分含量: 0.001%以下】 危	有機合成用	100 mL	2,300
207-17905			500 mL	4,500
209-17904			3 L	16,200
049-31643	ジエチルエーテル(超脱水) 【水分含量: 0.001%以下】 危	有機合成用	100 mL	2,700
045-31645			500 mL	6,450
092-05422	よう素 劇 -III 毒	試薬特級	25 g	1,850
026-02542	ブロモベンゼン 危	和光特級	25 g	1,800
130-02496	2-ブタノン 劇 -III 危	試薬特級	500 mL	1,200
084-05425	6mol/L塩酸 劇 -III	容量分析用	500 mL	1,500
057-00353	酢酸エチル 劇 -III 危	試薬特級	100 mL	1,100
051-00356			500 mL	1,200
191-01665	塩化ナトリウム	試薬特級	500 g	930

※他の容量、規格もご用意しております。

※ その他、Grignard試薬と反応させる2-ブタノン以外の試薬やTLCセット、NMR用試薬、HPLC測定用試薬を各種取り揃えております。詳しくは当社HPをご確認ください。

<https://labchem-wako.fujifilm.com/jp/index.html>

■調製済みGrignard試薬での反応



当社では、調製済みのGrignard試薬もご用意しております。

調製済みGrignard試薬を用いた反応では、アルゴン雰囲気下、ハロゲン化した基質の溶液に-40℃で調整済みGrignard試薬のTHF溶液を5分かけて反応温度が上がらないようにゆっくり滴下します。反応溶液を同じ温度でさらに30分かきまぜた後、ホルミル化した反応化合物を加えます。反応混合物を徐々に室温に昇温したのち、食塩水を加え、後処理を行います。

調製済みGrignard試薬

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
130-18361	メチルマグネシウムクロリド・テトラヒドロフラン溶液 (約1mol/L) [MeMgCl] ㊞	有機合成用	50 mL	7,300
136-18363			250 mL	24,000
134-17921	メチルマグネシウムヨード・ジエチルエーテル溶液 (約1mol/L) [MeMgI] ㊞	有機合成用	50 mL	9,700
130-17923			250 mL	20,900
059-08711	エチルマグネシウムクロリド・テトラヒドロフラン溶液 (約1mol/L) [EtMgCl] ㊞	有機合成用	100 mL	8,300
051-08715			500 mL	29,000
056-08721	エチルマグネシウムブロミド・テトラヒドロフラン溶液 (約1mol/L) [EtMgBr] ㊞	有機合成用	100 mL	7,500
058-08725			500 mL	19,000
090-07081	イソプロピルマグネシウムクロリド・テトラヒドロフラン溶液(約1mol/L) [<i>i</i> -PrMgCl] ㊞	有機合成用	100 mL	8,300
092-07085			500 mL	30,900
095-06811	イソプロピルマグネシウムブロミド・テトラヒドロフラン溶液(約1mol/L) [<i>i</i> -PrMgBr] ㊞	有機合成用	100 mL	9,500
097-06815			500 mL	23,000
022-18311	ブチルマグネシウムクロリド・テトラヒドロフラン溶液 (約1mol/L) [<i>n</i> -BuMgCl] ㊞	有機合成用	100 mL	6,800
024-18315			500 mL	16,000
021-18261	<i>t</i> -ブチルマグネシウムクロリド・テトラヒドロフラン溶液 (約1mol/L) [<i>t</i> -BuMgCl] ㊞	有機合成用	100 mL	8,300
023-18265			500 mL	24,300
163-27301	フェニルマグネシウムヨード・ジエチルエーテル溶液 (約1mol/L) [PhMgI] ㊞	有機合成用	50 mL	8,400
169-27303			250 mL	26,500

※ 他のアルキル鎖の調製済みGrignard試薬もご用意しております。

※ エステル・ニトリル・複素環のグリニャール試薬を温和な条件で調製することができるターボGrignard試薬もご用意しております。詳しくは当社HPをご確認ください。

当社HPトップ>合成・材料>有機合成反応>炭素-炭素結合形成>Grignard(グリニャール)反応

<https://labchem-wako.fujifilm.com/jp/category/00146.html>

関連製品

グリニャール試薬とケトン/イミンの反応時に塩化亜鉛を加えることで副反応が抑えられ、効率的に反応を進めることができます。

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
263-02091	塩化亜鉛・2-メチルテトラヒドロフラン溶液(約2mol/L) ㊞	有機合成用	100mL	10,300
265-02095			500mL	29,900
268-02161	塩化亜鉛・テトラヒドロフラン溶液(約1mol/L) ㊞	有機合成用	100mL	10,000

