

新規アルキル化試薬 Pb_3XF_5 ($\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}$) のカートリッジ化

企 業 / 森田化学工業 (株)

研究者 / 市原潤子 (大阪大学産業科学研究所助手)

分子と分子を結合させる反応の一つであるフリーデルクラフツ反応は、非常に重要な反応であるが、吸湿性が強くまた塩酸が発生しやすい AlCl_3 、 TiCl_4 、 FeCl_3 などの強いルイス酸が使用されてきた。これらの試薬は取り扱いにくい上に、後処理にも問題があった。当該新規アルキル化試薬 Pb_3XF_5 ($\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}$)は、吸湿性がなく、水にも有機物にも溶けにくい利点がある上に、従前の試薬では合成できなかった(できても著しく収率が低かった)反応が収率良く行うことができた。このため新規合成反応を提供し、新規化合物をも生み出すことが期待できる。特に、アリル化は従前の方法では巧く行かなかった分野であり、得られた新規アリル化合物は重合や共重合に供することより、新たな高分子材料を供給する可能性を秘めている。この度、反応によりこの鉛化合物(Pb_3ClF_5)から生成した不活性な PbClF を無機フッ化物水溶液(例えばフッ化アンモニウム水溶液)で処理することにより、活性な Pb_3ClF_5 へ戻す手段を見いだした。この技術をベースに濾過機能を有する、反応器に鉛化合物を閉じこめ、鉛化合物を系外に漏洩することなしに、反応と再生を繰り返すことができる合成システムを完成させた。写真は、5 L 反応器を中心に必要なすべての機器類をコンパクトな可搬式架台に組み込んだものを示す。装置の主要部分は、高い耐食性を有する Hastelloy C-22、テフロン樹脂などを使用した。この装置を用いて 1-1.5 モルスケールの種々の反応と鉛化合物の再生を 10 回以上繰り返した結果、高収率で目的物を得ることができた。この間、鉛化合物の劣化は全く見られなかったと共に系外への鉛化合物の漏洩がほとんどないことを確認した。



アルキル化
試薬合成装置