

Organic
Square

目次

特別講座

カルコゲン元素架橋二核ルテニウム錯体を触媒とする有機合成反応	1~3
京都大学大学院工学研究科	
助手 西林仁昭	
名誉教授 植村 榮	
東京理科大学基礎工学部	
教授 干鯛眞信	

グリーンケミストリー(新製品)

met-DIRUX	4
TaDiAS	5
Avecia社 固定化パラジウム触媒	6
Pd/C(en)	7
DMT-MM	8
アミン合成試薬	9
Dess-Martin 試薬	9

製品情報

Wittig試薬	10~13
----------	-------

取り扱いメーカー情報

Mimotopes社 液相合成対応Scavenger	
ランタン	14
FTI社 フルオラス試薬	15

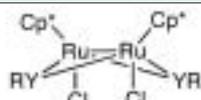
その他

反応文献紹介	16
フラッシュチューブ	17
脱水溶媒	18~19
化学物質安全管理支援システム	20

カルコゲン元素架橋二核ルテニウム錯体を触媒とする有機合成反応

京都大学大学院工学研究科 助手 西林仁昭・名誉教授 植村 榮 東京理科大学基礎工学部 教授 干鯛眞信

遷移金属多核錯体は、近傍に位置する複数の金属中心が協同的あるいは連続的に基質を活性化して反応させる可能性を有するため、従来の単核錯体と比較して高度な触媒活性が期待される。筆者らはカルコゲン元素架橋多核遷移金属錯体に着目し、その合成とそれらを用いる新規触媒反応の開発を目指して研究を進めている。本稿では、筆者らの研究グループが



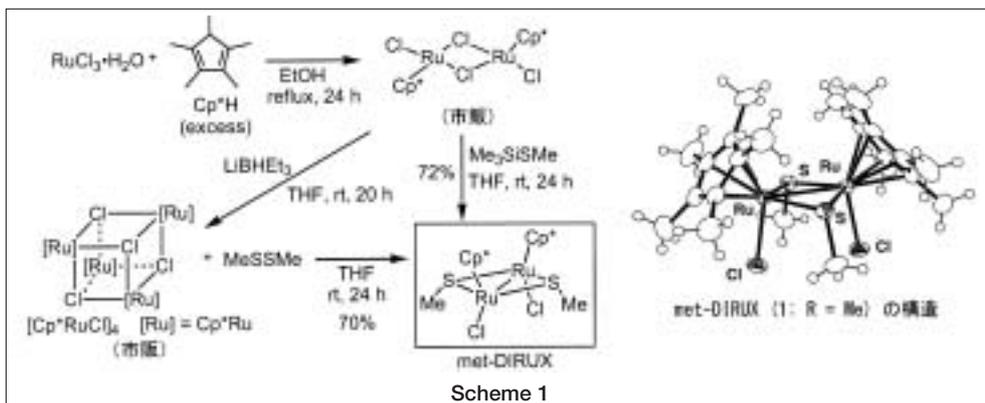
Y (chalcogen) = S (1), Se (2), Te (3)
R = alkyl, aryl
Cp* = η^5 -C₅Me₅

図1 カルコゲン架橋二核ルテニウム錯体

開発に成功したカルコゲン元素架橋二核ルテニウム錯体(図1)を用いた時のみ特異的に進行する新しい有機合成反応について紹介したい。

1.カルコゲン元素架橋二核ルテニウム錯体の合成

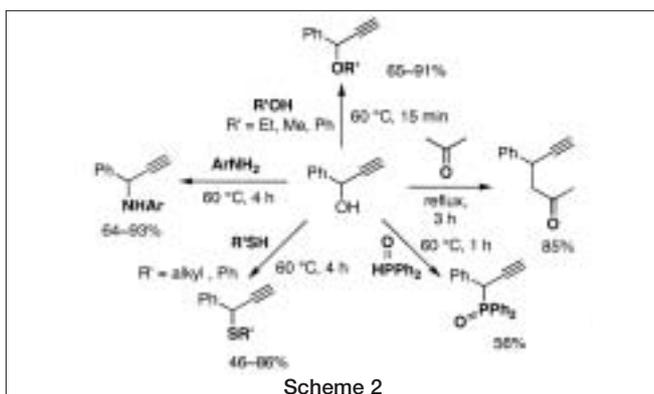
種々のアルキル基やアリアル基を有するカルコゲン元素架橋二核ルテニウム錯体の合成が可能であるが、代表的な例としてメチル基をもつ硫黄架橋二核ルテニウム錯体(*met* hanethiolate-bridged *diruthenium* complex; *met*-DIRUXと略す)の合成法をスキーム1に示す。市販されている塩素架橋二核ルテニウム錯体とメタンチオール等価体とを室温で反応させる方法と、同じく市販されている塩素架橋四核ルテニウム錯体をジメチル



ジスルフィドと室温で反応させる方法とがあるが、どちらの方法でもmet-DIRUXを容易にグラム規模で大量合成することが可能である[1]。単離したmet-DIRUXは安定で空気下でも長期間の保存が可能である。

2. 触媒的なプロパルギル位置換反応

触媒量(1~5 mol%)のmet-DIRUX及びホウフッ化アンモニウム存在下、プロパルギル型アルコールと種々の求核剤とを反応させると、対応するプロパルギル位置換生成物が高収率で得られる(スキーム2)。古典的なプロパルギル位置換反応

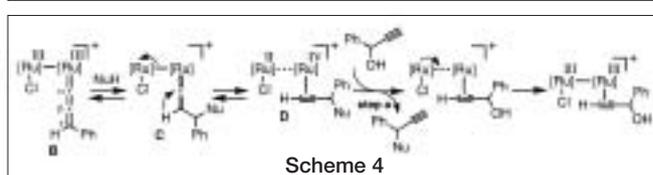
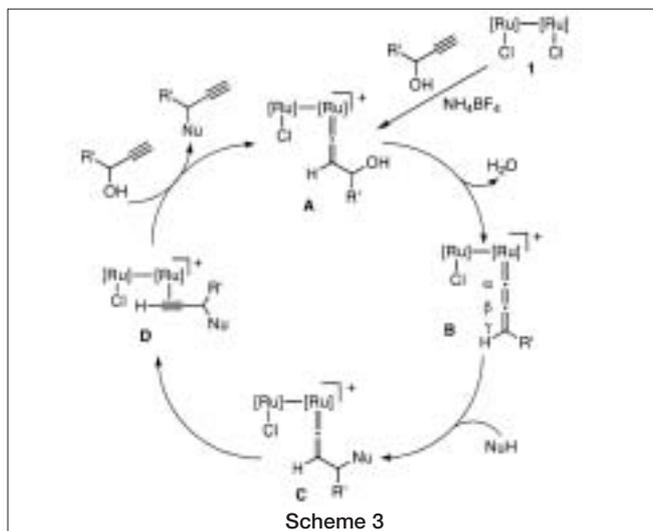


で異性体としてしばしば副成するアレン誘導体は全く生成しない。アルコール、アミン及びアミド、チオール、ホスフィンオキシドに加え、アセトンなどのモノケトン類も求核剤として利用が可能である一般性の高い触媒反応である[2,3]。興味深いことに、二つのルテニウム金属を架橋しているカルコゲン元素の種類が触媒活性に非常に大きな影響を与える。すなわち、カルコゲン元素が硫黄及びセレンである錯体を用いた時には良好に触媒反応が進行するのに対し、テルルを有する錯体を用いたときには触媒反応が全く進行しない[4]。一方、種々の単核ルテニウム錯体及びルテニウム-ルテニウム結合を持たない二核ルテニウム錯体を用いた時には、本触媒反応は全く進行しない。

現在考えているこの反応の触媒サイクルをスキーム3に示す。ルテニウム錯体とプロパルギル型アルコールとの反応により、ビニリデン錯体Aを経てアレンリデン錯体Bが得られ、次に、求核剤がアレンリデンの γ -炭素を攻撃するとともに、求核剤由来のプロトンが β -炭素に導入される。ここで得られたビニリデン錯体Cからアルキン錯体Dが生成し、D上でプロパルギル型アルコールとの配位子交換が進行し、プロパルギル位置換生成物が得られるとともに、ビニリデン錯体Aが再生される。先に述べたように、硫黄及びセレン架橋二核ルテニウム錯体とは対照的に、テ

ルル架橋二核ルテニウム錯体を用いた時には、この触媒反応が進行しない。その理由の一つとして、この最後の段階の配位子交換(D \rightarrow A)が進行しないことが挙げられる[2,4]。実際、対応する含テルルアレンリデン錯体(B)は合成できるものの、この錯体は過剰量の求核剤と反応させても、プロパルギル位置換生成物が生成しないことを実験的に確かめている。カルコ

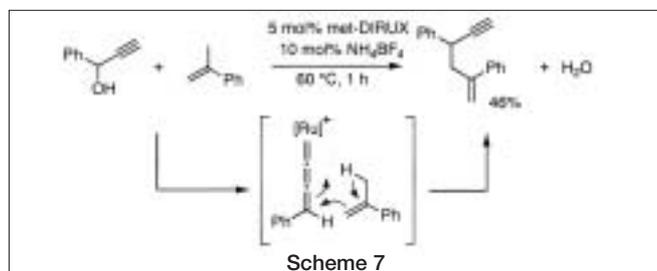
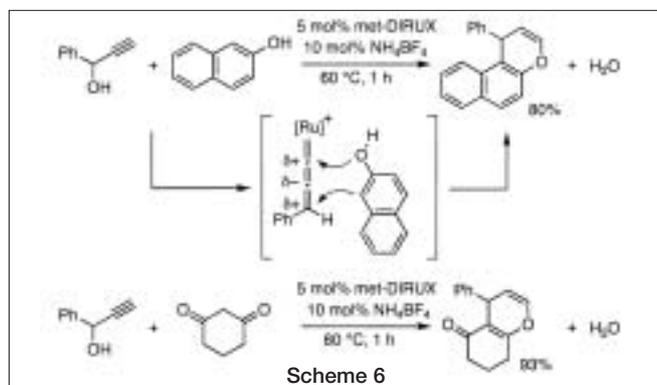
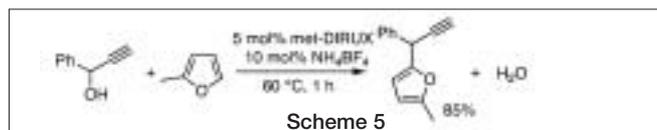
ゲン架橋二核ルテニウム錯体のX線構造解析の結果から、テルル架橋錯体の二つのルテニウム原子間距離は長くなっていることが明らかになっており(図2)、これらの結果から、スキーム4に示すように二つのルテニウム間での電子移動が配位子交換反応(step a)を促進させる鍵となっているものと考えている[4]。



3. アレンリデン錯体を鍵中間体とする新規合成反応

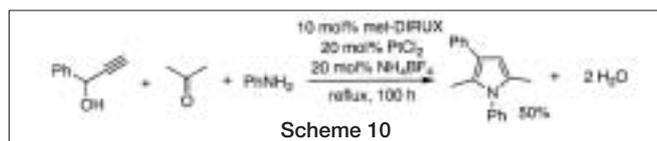
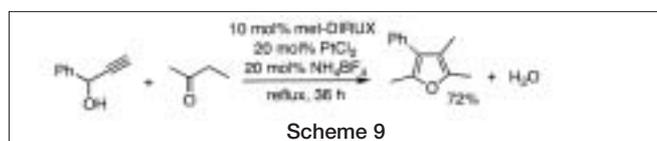
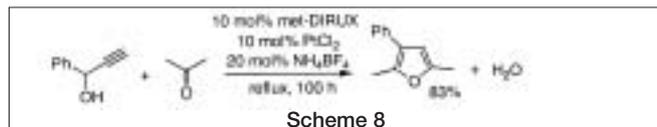
上述したように、このプロパルギル位置換反応は、プロパルギル型アルコールとルテニウム錯体とから誘導されるアレンリデン錯体Bを鍵中間体として進行していると考えられる。新規合成反応の開発を目的として、このアレンリデン錯体に対して、スキーム2に示した求核剤以外の反応剤として電子豊富な芳香族化合物、2-ナフトール、1,3-環状ジケトン類及びアルケンなどを作用させたところ、それぞれ対応する生成物を得ることができた。この化学量論反応の結果を踏まえて、電子豊富な芳香族化合物のプロパルギル化反応(スキーム5)[5]、プロパルギル型アルコールと2-ナフトールや1,3-環状ジケトン類との環化付

加反応による複素環合成(スキーム6) [6,7]、プロパルギル型アルコールとアルケン類との炭素-炭素結合生成反応によるエンイン化合物合成(スキーム7) [8]の開発に成功している。



4.連続反応による多置換フラン及びピロールの合成

このプロパルギル位置換反応の適用範囲をさらに拡大するために、触媒的な置換反応で得られた生成物が系中でさらに二次的に変化する反応の開発を検討した。例えば、触媒量の met-DIRUX 及び塩化白金の存在下、プロパルギル型アルコールをアセトン中で反応させると、対応する三置換フランが良好な収率でかつ高選択的に得られる(スキーム8)。本反応は、プロパルギル型アルコールのプロパルギル位アルキル化反応によって生成したケトアセチレンが、塩化白金の作用により環化縮合したものである。アセトンの代わりに、エチルメチルケトンなどの非対称ケトン類を用いると、対応する四置換フランが高選択的に生成する(スキーム9)。一方、同条件下でプロパルギル型アルコールとアニリンをアセトン中で反応させると、三成分カップリング反応により、対応する三置換ピロールが得られる(スキーム10)。多置換



フラン及びピロールの高選択的な合成反応は比較的困難であることから、本反応は有機合成化学の見地から興味深い[9]。

5.おわりに

硫黄架橋二核ルテニウム錯体(met-DIRUX)は、上述したように末端アセチレンを有するプロパルギル型アルコールの変換反応に対して多様な触媒活性を示す。さらに、met-DIRUXを化学量論量の銀トリフラートで処理することにより得られるカチオン性met-DIRUX(図3)は、芳香族化合物とアリル型アルコール及び内部アセチレンを有するプロパルギル型アルコールとの反応による芳香族化合物のアリル化及びプロパルギル化反応などに対しても触媒活性を示す(スキーム11,12) [10-12]。一見すると特殊な構造のようであるが、合成が容易で空気中でも安定なmet-DIRUXは、様々な有機合成反応において今後広く用いられることが期待される。上述した種々の触媒反応の不斉化が今後の検討課題であるが、達成される日もそう遠くはないであろう[13]。

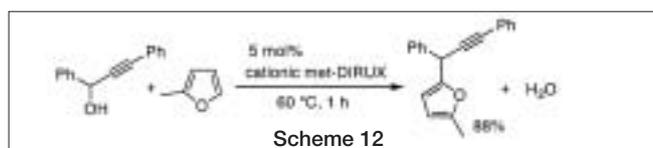
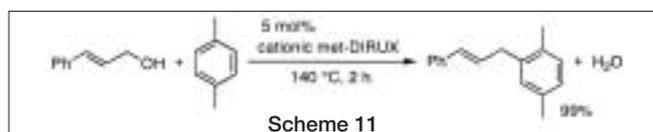
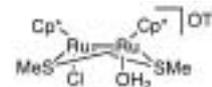


図3 カチオン性 met-DIRUX



参考文献

- Y. Nishibayashi, H. Imajima, G. Onodera, Y. Inada, M. Hidai, S. Uemura : *Organometallics* in press.
- a) Y. Nishibayashi, I. Wakiji, M. Hidai : *J. Am. Chem. Soc.*, **122**, 11019 (2000).
b) Y. Nishibayashi, M. D. Milton, Y. Inada, M. Yoshikawa, I. Wakiji, M. Hidai, S. Uemura : submitted.
- Y. Nishibayashi, I. Wakiji, Y. Ishii, S. Uemura, M. Hidai : *J. Am. Chem. Soc.*, **123**, 3393 (2001).
- Y. Nishibayashi, H. Imajima, G. Onodera, M. Hidai, S. Uemura : *Organometallics*, **23**, 26 (2004).
- Y. Nishibayashi, M. Yoshikawa, Y. Inada, M. Hidai, S. Uemura : *J. Am. Chem. Soc.*, **124**, 11846 (2002).
- Y. Nishibayashi, Y. Inada, M. Hidai, S. Uemura : *J. Am. Chem. Soc.*, **124**, 7900 (2002).
- Y. Nishibayashi, M. Yoshikawa, Y. Inada, M. Hidai, S. Uemura : *J. Org. Chem.*, **69**, 3408 (2004).
- Y. Nishibayashi, Y. Inada, M. Hidai, S. Uemura : *J. Am. Chem. Soc.*, **125**, 6060 (2003).
- Y. Nishibayashi, M. Yoshikawa, Y. Inada, M. D. Milton, M. Hidai, S. Uemura : *Angew. Chem. Int. Ed.*, **42**, 2681 (2003).
- a) Y. Nishibayashi, M. Yamanashi, Y. Takagi, M. Hidai : *Chem. Commun.*, 859 (1997).
b) G. Onodera, H. Imajima, M. Yamanashi, Y. Nishibayashi, M. Hidai, S. Uemura : submitted.
- Y. Nishibayashi, Y. Inada, M. Yoshikawa, M. Hidai, S. Uemura : *Angew. Chem. Int. Ed.*, **42**, 1495 (2003).
- Y. Inada, Y. Nishibayashi, M. Hidai, S. Uemura : *J. Am. Chem. Soc.*, **124**, 15172 (2002).
- Y. Nishibayashi, G. Onodera, Y. Inada, M. Hidai, S. Uemura : *Organometallics*, **22**, 873 (2003).

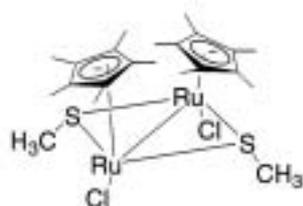
硫黄架橋二核ルテニウム錯体 met-DIRUX

met-DIRUXはRuCl₃に pentamethylcyclopentadiene およびmethanethiolが配位した硫黄架橋二核ルテニウム錯体です。プロパルギル型アルコールなどとルテニウム-アレニリデン錯体を形成し様々な基質と触媒的に反応することができます。たとえば、同一分子内の両末端アルキンによる環化反応¹⁾やプロパルギル型アルコール化合物のプロパルギル位置換反応²⁾³⁾、

フェノール化合物との環化付加反応⁴⁾、芳香族化合物のプロパルギル化反応⁵⁾、アルケンとのアレニリデン-エン反応⁶⁾などが可能です。

また、不斉合成への応用も可能であり、空気中でも安定な触媒です。

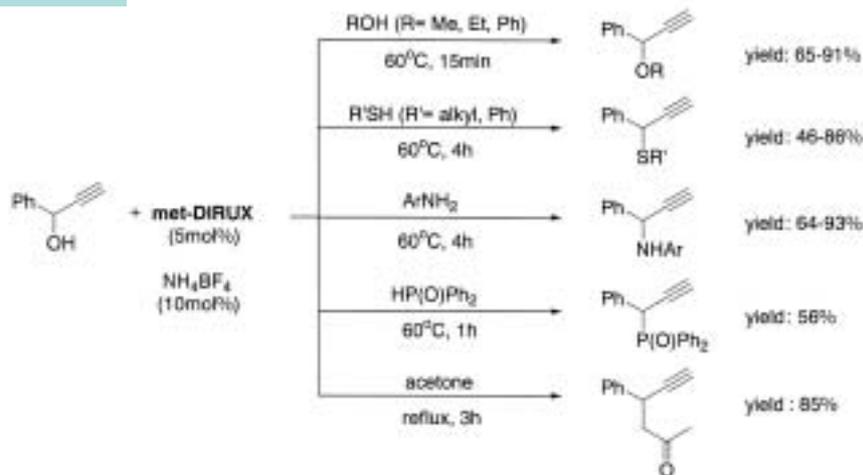
< 構造式 >



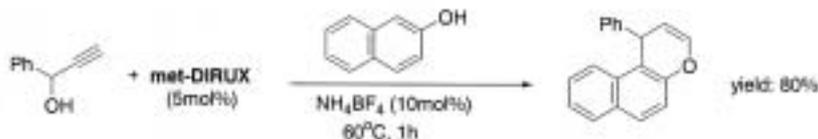
met-DIRUX : [Cp*₂RuCl(μ₂-SMe)₂RuCp*Cl]
(Methanethiolate-Bridged Diruthenium Complex)

< 反応例 >

プロパルギル位置換反応²⁾³⁾



フェノール化合物との環化付加反応⁴⁾



コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
130-14581	met-DIRUX	有機合成用	200mg	13,000

参考文献

- 1) Y. Nishibayashi, M. Yamanashi, I. Wakiji, M. Hidai : *Angew. Chem. Int. Ed.*, **39**, 2909 (2000).
- 2) Y. Nishibayashi, M. Yamanashi, I. Wakiji, M. Hidai : *J. Am. Chem. Soc.*, **122**, 11019 (2000).
- 3) Y. Nishibayashi, I. Wakiji, Y. Ishii, S. Uemura, M. Hidai : *J. Am. Chem. Soc.*, **123**, 3393 (2001).
- 4) Y. Nishibayashi, Y. Inada, M. Hidai, S. Uemura : *J. Am. Chem. Soc.*, **124**, 7900 (2002).
- 5) Y. Nishibayashi, M. Yoshikawa, Y. Inada, M. Hidai, S. Uemura : *J. Am. Chem. Soc.*, **124**, 11846 (2002).
- 6) Y. Nishibayashi, Y. Inada, M. Hidai, S. Uemura : *J. Am. Chem. Soc.*, **125**, 6060 (2003).

TaDiAS (Tartrate-derived Diammonium Salt)

東京大学大学院薬学系研究科の柴崎研究室において分子内に二つの4級アンモニウム塩を配置した不斉相間移動触媒であるTaDiAS (Tartrate-derived Diammonium Salt) が開発されました。

TaDiASは2つの4級アンモニウム塩が協同的に作用し不斉空間内でアニオンを位置固定化することによって高い不斉収率を得ることができると考えられています。

α -アミノ酸誘導体の不斉アルキル化反応においてヨウ化物塩である**1a**、**1b**が、高い触媒活性、高エナンチオ選択性を発現します。

また、 α -アミノ酸誘導体のマイケル反応でもテトラフルオロホウ素塩である**2a**、**2b**により高い触媒活性、高エナンチオ選択性を発現します。^{1) 2)}

< 構造式 >



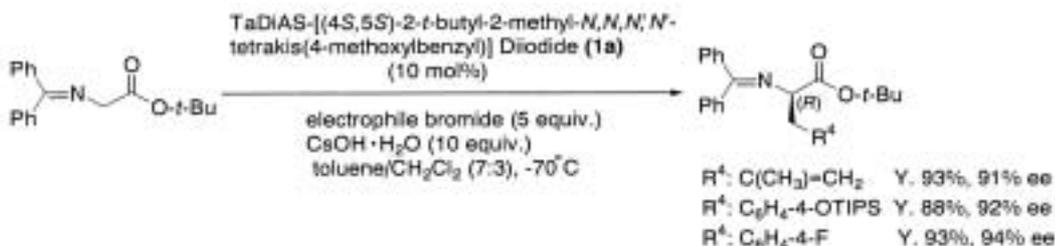
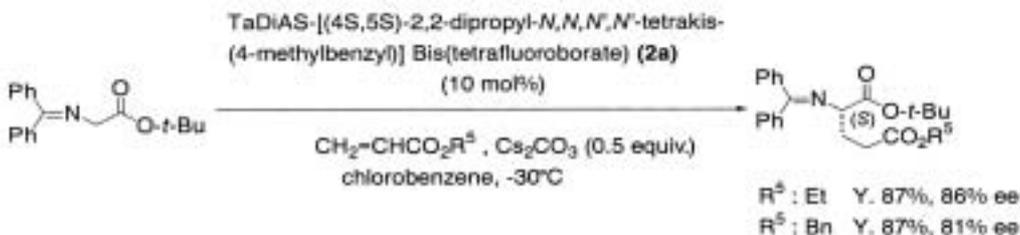
1a) R¹: *t*-Bu, R²: Me, R³: OMe, X: I
TaDiAS-[(4*S*,5*S*)-2-*t*-butyl-2-methyl-*N,N,N',N'*-tetrakis(4-methoxybenzyl)] Diiodide

2a) R¹: Pr, R²: Pr, R³: Me, X: BF₄
TaDiAS-[(4*S*,5*S*)-2,2-dipropyl-*N,N,N',N'*-tetrakis(4-methylbenzyl)] Bis(tetrafluoroborate)

1b) R¹: *t*-Bu, R²: Me, R³: OMe, X: I
TaDiAS-[(4*R*,5*R*)-2-*t*-butyl-2-methyl-*N,N,N',N'*-tetrakis(4-methoxybenzyl)] Diiodide

2b) R¹: Pr, R²: Pr, R³: Me, X: BF₄
TaDiAS-[(4*R*,5*R*)-2,2-dipropyl-*N,N,N',N'*-tetrakis(4-methylbenzyl)] Bis(tetrafluoroborate)

< 反応例 >

 α -アミノ酸誘導体の不斉アルキル化反応 α -アミノ酸誘導体への不斉マイケル反応

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
208-16151	TaDiAS-[(4 <i>S</i> ,5 <i>S</i>)-2- <i>t</i> -butyl-2-methyl- <i>N,N,N',N'</i> -tetrakis(4-methoxybenzyl)]Diiodide	—	100mg	8,500
201-16141	TaDiAS-[(4 <i>R</i> ,5 <i>R</i>)-2- <i>t</i> -butyl-2-methyl- <i>N,N,N',N'</i> -tetrakis(4-methoxybenzyl)]Diiodide	—	100mg	8,500
202-16171	TaDiAS-[(4 <i>S</i> ,5 <i>S</i>)-2,2-dipropyl- <i>N,N,N',N'</i> -tetrakis(4-methoxybenzyl)]Bis(tetrafluoroborate)	—	100mg	8,500
205-16161	TaDiAS-[(4 <i>R</i> ,5 <i>R</i>)-2,2-dipropyl- <i>N,N,N',N'</i> -tetrakis(4-methoxybenzyl)]Bis(tetrafluoroborate)	—	100mg	8,500

参考文献

- 1) T. Shibuguchi, Y. Fukuta, Y. Akachi, A. Sekine, T. Ohshima, M. Shibasaki : *Tetrahedron Lett.*, **43**, 9539 (2002).
2) T. Ohshima, V. Gnanadesikan, T. Shibuguchi, Y. Fukuta, T. Nemoto, M. Shibasaki : *J. Am. Chem. Soc.*, **125**, 11206 (2003).

固定化パラジウム触媒

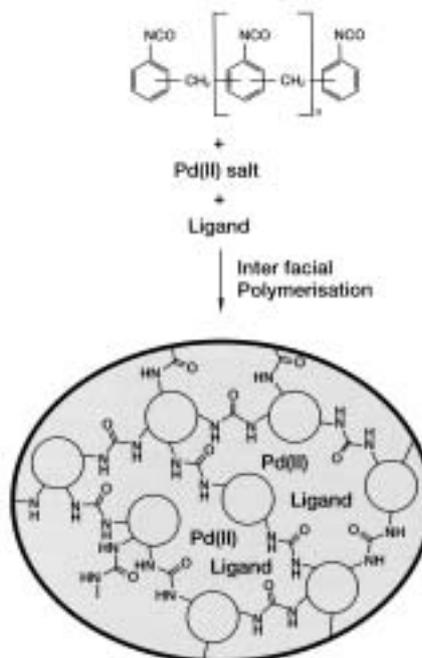
Pd EnCat™

Pd EnCat™は、マイクロカプセル化技術を用いてパラジウム塩ならびに活性リガンドを、高密度架橋した尿素樹脂の中に封じ込めた固定化触媒です。

Pd EnCat™は製造現場における製品中のパラジウム残留問題を一挙に解決する新しい触媒として注目されています。

特長

- ❑ 最終品の残留金属と残留リガンドを極限まで低減
(残留Pd:5ppm未満、残留リガンド:20ppm未満)
- ❑ 廃液の汚染を最小限に抑制
- ❑ 優れた機械強度と化学安定性を実現
- ❑ 追加リガンドが不要
- ❑ フィルターで簡単回収
- ❑ そのまま再使用しても効果を損なわず経済性もアップ
- ❑ 水素移動還元反応での高い選択性
- ❑ C-Cボンドフォーメーションでの優れた反応性



< 反応例 >

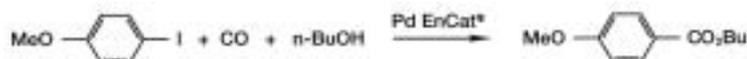
Suzuki Reaction



Heck Reaction



Carbonylation



Transfer Hydrogenation



コードNo.	品名	Pd含量	反応性	封入リガンド	容量	希望納入価格(円)
161-21481	Pd EnCat™ 30	3.9-4.6% 0.37-0.44mmol/g	>90%	-	1g	10,000
167-21483					5g	35,000
169-21482					25g	照会
165-21521	Pd EnCat™ 40	3.9-4.6% 0.37-0.44mmol/g	>75%	-	1g	10,000
161-21523					5g	35,000
163-21522					25g	照会
168-21491	Pd EnCat™ TPP30	3.9-4.6% 0.37-0.44mmol/g	>95%		1g	11,000
164-21493					5g	38,500
166-21492					25g	照会
161-21501	Pd EnCat™ TOTP30	3.9-4.6% 0.37-0.44mmol/g	>95%		1g	11,000
167-21503					5g	38,500
169-21502					25g	照会

Pd EnCat™はAvecia社の登録商標です。

固定化触媒を用いた受託合成も行なっておりますのでお問合せください。

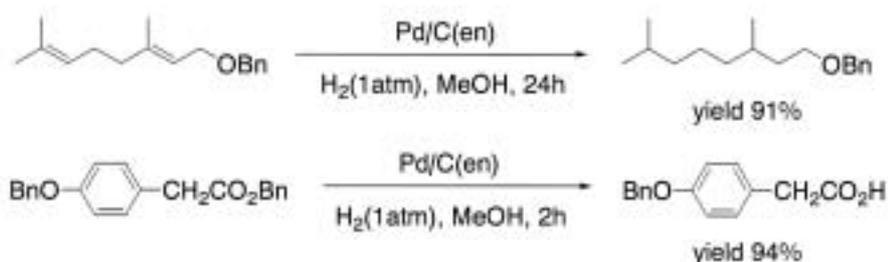
パラジウム炭素-エチレンジアミン複合体 3.5~6.5% Pd/C (en)

Pd/C(en)はPd/CのPdとエチレンジアミンが約1:1の割合で複合化した不均一触媒です¹⁾。中性条件下、様々な官能基を選択的に接触還元することが可能です。反応後は濾過するだけで簡単に除去することができます。また、通常のPd/Cに見られるような発火性を示さず、保存安定性を有する優れた還元触媒であり、工業的レベルでの展開が期待されます。

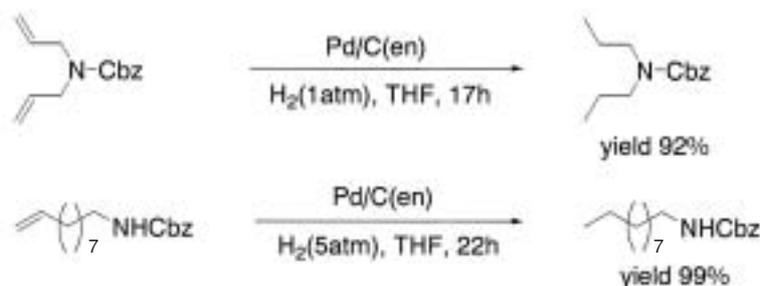
Pd/C(en)を用いた接触還元では、保護基であるベンジルエーテル²⁾、脂肪族アミンのCbz (benzyloxycarbonyl) 基^{2),3)}、*O*-TBDMS (*t*-butyldimethylsilyl) 基⁴⁾、エポキシド⁵⁾ およびベンジルアルコール⁶⁾の還元を抑制しながら、オレフィン、アジド、ニトロ、ベンジルエステル、芳香族ハロゲンなどの官能基を容易に還元することが可能です¹⁾。

< 反応例 >

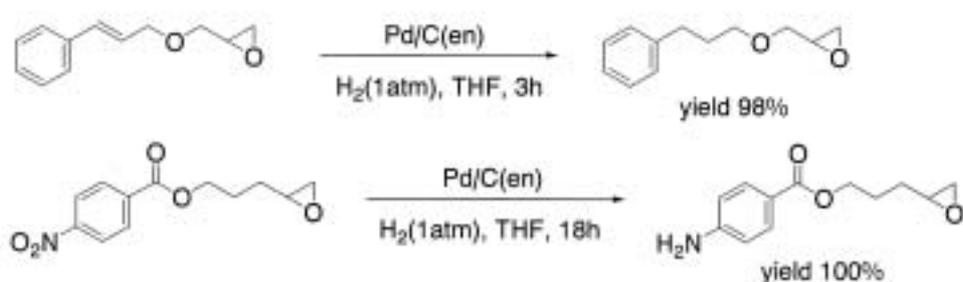
ベンジルーエーテル基存在下での選択的還元反応²⁾



Cbz基存在下での選択的還元反応^{2),3)}



エポキシド化合物の選択的還元反応⁶⁾



コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
163-21441	Palladium-Activated Carbon Ethylenediamine Complex (Pd 3.5~6.5%)	有機合成用	1g	4,000
169-21443			5g	13,500

参考文献

- 1) 佐治木弘尚, 廣田耕作 : 有機合成化学協会誌, **59**, 109 (2001).
- 2) H. Sajiki, K. Hattori, K. Hirota : *J. Org. Chem.*, **63**, 7990 (1998).
- 3) K. Hattori, H. Sajiki, K. Hirota : *Tetrahedron*, **56**, 8433 (2000).
- 4) K. Hattori, H. Sajiki, K. Hirota : *Tetrahedron Lett.*, **41**, 5711 (2000).
- 5) H. Sajiki, K. Hattori, K. Hirota : *Chem. Eur. J.*, **6**, 2200 (2000).
- 6) H. Sajiki, K. Hattori, K. Hirota : *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1*, 4043 (1998).

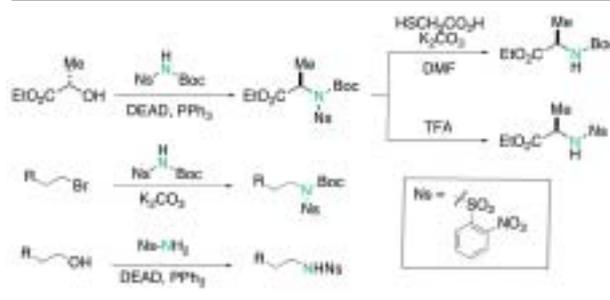
¹⁵N標識アミン合成試薬

ニトロベンゼンスルホンアミド誘導体は、相当するアルキルハライドやアルコールに簡便に窒素原子を導入することができるため、1級や2級アミンの合成に有用な求核試薬です。¹⁾

これら結晶性の高いアンモニア等価体のスルホンアミド誘導体は、生理活性天然物の全合成や医薬品開発研究に多用されています。^{2),3)}

この度、アミン合成試薬として重窒素化した*o*-ニトロベンゼンスルホンアミド及びその誘導体の販売を開始いたしました。¹⁵N標識アミン合成試薬を用いて¹⁵N標識化合物を容易に合成することが可能となりました。¹⁵N標識化合物は、薬物代謝研究等幅広い研究用途への応用が期待されています。

< 反応例 >



¹⁵N標識アミン合成試薬

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
149-07881	<i>o</i> -Nitrobenzene (¹⁵ N) sulfonamide	有機合成用	1g	15,000
145-07883			5g	55,000
029-15141	<i>N</i> -BOC- <i>o</i> -nitrobenzene (¹⁵ N) sulfonamide	有機合成用	1g	20,000
265-01831	<i>N</i> -Z- <i>o</i> -nitrobenzene (¹⁵ N) sulfonamide	有機合成用	1g	20,000
012-20221	<i>N</i> -ALLOC- <i>o</i> -nitrobenzene (¹⁵ N) sulfonamide	有機合成用	1g	照会

¹⁴Nアミン合成試薬

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
142-07871	<i>o</i> -Nitrobenzenesulfonamide	有機合成用	5g	6,000
140-07872			25g	18,000
022-15131	<i>N</i> -BOC- <i>o</i> -nitrobenzenesulfonamide	有機合成用	5g	12,000
020-15132			25g	45,000
268-01821	<i>N</i> -Z- <i>o</i> -nitrobenzenesulfonamide	有機合成用	5g	12,000
266-01822			25g	45,000
015-20211	<i>N</i> -ALLOC- <i>o</i> -nitrobenzenesulfonamide	有機合成用	5g	照会
013-20212			25g	照会

参考文献

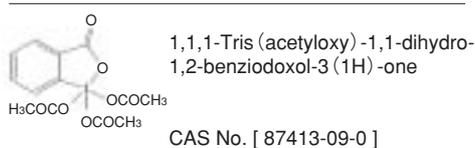
- 1) T. Fukuyama, M. Cheung, T. Kan : *Synlett*, 1301 (1999).
 2) 菅敏幸、福山透 : 有機合成化学協会誌, **59**, 779 (2001).
 3) T. Kan, T. Fukuyama : *Chem Comm.*, 353 (2004).

Dess-Martin試薬

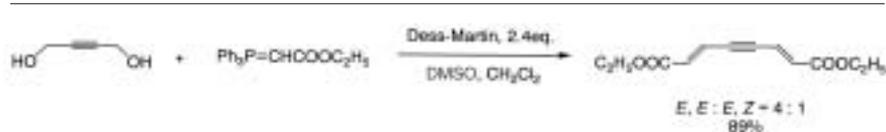
デス-マーチン試薬は第1級アルコールまたは第2級アルコールを酸化させ、アルデヒドやケトンに変換します。穏やかな条件下で

酸化することができ、酸や塩基に不安定なアルコールも収率よくアルデヒド及びケトンに変換します。¹⁾

< 構造式 >



< 反応例 >²⁾



コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
323-47661	Dess-Martin Reagent	有機合成用	1g	7,200
329-47663			5g	28,000

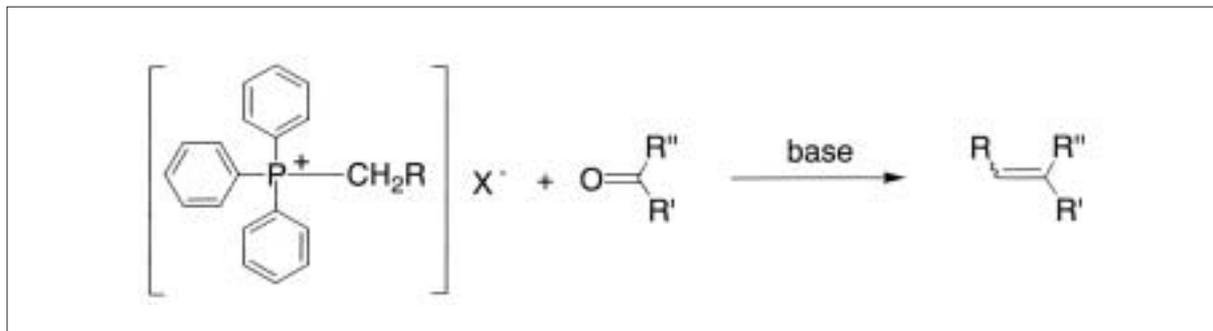
参考文献

- 1) D. B. Dess, J. C. Martin : *J. Org. Chem.*, **48**, 4155 (1983).
 2) A. G. M. Barret, D. Hamprecht, M. Ohkubo : *J. Org. Chem.*, **62**, 9736 (1997).

Wittig試薬

Wittig Reaction^{1~5)}

Wittig試薬(トリフェニルホスホニウム塩)から容易に調製されるホスホニウムイリドとカルボニル化合物とのカップリング反応、いわゆるWittig反応はオレフィンの構築、炭素鎖の延長に有用な反応です。



その特長として、

- 一段階でオレフィンを導入できる。
- Grignard試薬や有機リチウム試薬など他のカルボニルへの求核試薬に比べ安全かつ調製が簡便で、使用時に適当な塩基を加えるだけでいつでもフレッシュな反応活性種(イリド)を得ることができる。
- 他の求核試薬では容易に反応してしまう-COOH、-COOR、-CN基の存在下でもカルボニル基と選択的に反応し、それらの官能基を含むアルキル基を導入できる。
- 穏やかな塩基性条件下、低温で反応するため、不安定なオレフィン類も合成できる。

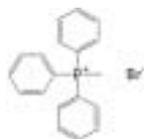
などの点があげられ、現在ではこれらの特長を活かしさまざまな分野で利用されています。

参考文献

- 1) W. S. Jr. Wadsworth : *Org. React.*, **25**, 73 (1977).
- 2) B. E. Maryanoff, A. B. Reitz : *Chem. Rev.*, **89**, 863 (1989).
- 3) S. E. Kelly : *Comprehensive Organic Synthesis*; B. M. Trost, I. Fleming : Pergamon Press, Oxford, Vol. **1**, 730 (1991).
- 4) O. I. Kolodiazhyzny : *Phosphorus Ylides*; Wiley-VCH : Weinheim, (1999).
- 5) Becker, B. Konrad : *Synthesis*, **3**, 238 (1980).

Triphenylphosphonium Salts

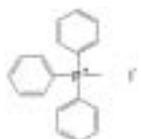
Methyltriphenylphosphonium Bromide



[1779-49-3]

138-11961	50g	4,000
134-11963	250g	9,500

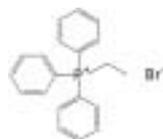
Methyltriphenylphosphonium Iodide



[2065-66-9]

136-14382	25g	3,700
138-14381	100g	10,000

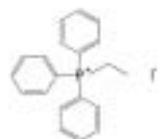
Ethyltriphenylphosphonium Bromide



[1530-32-1]

059-06332	25g	2,500
053-06335	500g	20,000

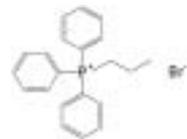
Ethyltriphenylphosphonium Iodide



[4736-60-1]

328-42812	25g	3,200
322-42815	500g	26,000

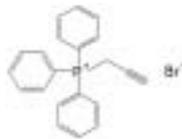
Propyltriphenylphosphonium Bromide



[6228-47-3]

160-21152	25g	4,000
162-21151	100g	12,000

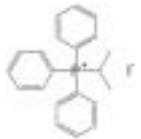
2-Propyltriphenylphosphonium Bromide



[2091-46-5]

164-18781	5g	5,000
162-18782	25g	18,000

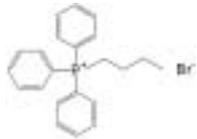
Isopropyltriphenylphosphonium Iodide



[24470-78-8]

092-04202	25g	12,300
-----------	-----	--------

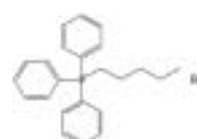
Butyltriphenylphosphonium Bromide



[1779-51-7]

324-33982	25g	4,000
322-33983	100g	12,000

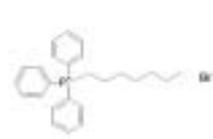
Pentyltriphenylphosphonium Bromide



[21406-61-1]

328-65992	25g	6,500
326-65993	100g	19,500

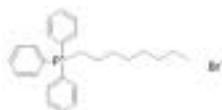
Heptyltriphenylphosphonium Bromide



[13423-48-8]

321-68422	25g	4,200
329-68423	250g	25,000

Octyltriphenylphosphonium Bromide



[42036-78-2]

328-68432	25g	8,500
326-68433	100g	28,000

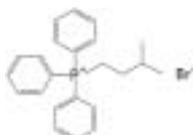
Nonyltriphenylphosphonium Bromide



[60902-45-6]

327-68441	5g	4,100
325-68442	25g	15,000

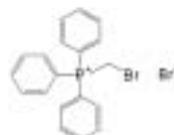
Isopentyltriphenylphosphonium Bromide



[28322-40-9]

094-05041	5g	3,200
092-05042	25g	9,200

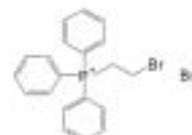
(Bromomethyl)triphenylphosphonium Bromide



[1034-49-7]

020-14951	5g	4,500
028-14952	25g	13,000

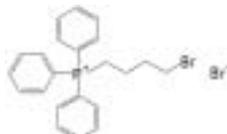
(2-Bromoethyl)triphenylphosphonium Bromide



[7301-93-1]

027-14961	5g	5,500
025-14962	25g	16,000

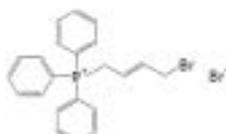
(4-Bromobutyl)triphenylphosphonium Bromide



[7333-63-3]

022-14972	25g	6,500
024-14971	100g	18,000

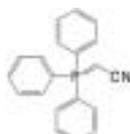
(4-Bromo-2-butenyl)triphenylphosphonium Bromide



[53142-03-3]

025-15001	5g	5,000
023-15002	25g	15,000

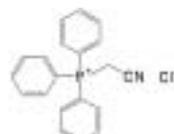
(Triphenylphosphoranylidene)-acetonitrile



[16640-68-9]

324-58181	5g	10,000
322-58182	25g	35,000

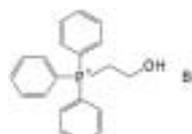
(Cyanomethyl)triphenylphosphonium Chloride



[4336-70-3]

321-42162	25g	7,800
329-42163	100g	26,000

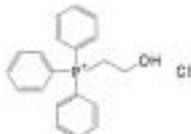
2-Hydroxyethyltriphenylphosphonium Bromide



[7237-34-5]

089-07332	25g	7,000
-----------	-----	-------

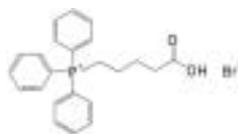
(2-Hydroxyethyl)-triphenylphosphonium Chloride



[23250-03-5]

322-42131	5g	4,500
320-42132	25g	14,500

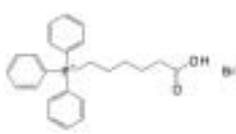
(4-Carboxybutyl)-triphenylphosphonium Bromide



[17814-85-6]

324-42152	25g	5,500
322-42153	100g	18,000

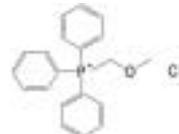
(5-Carboxypentyl)-triphenylphosphonium Bromide



[50889-29-7]

323-63541	5g	4,500
321-63542	25g	15,000

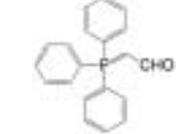
Methoxymethyltriphenylphosphonium Chloride



[4009-98-7]

134-12622	25g	2,500
136-12621	100g	8,000

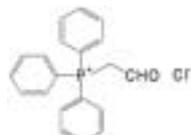
Formylmethylenetriphenylphosphorane



[2136-75-6]

065-03731	10g	10,000
-----------	-----	--------

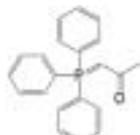
Formylmethyltriphenylphosphonium Chloride



[62942-43-2]

067-03752	25g	8,000
-----------	-----	-------

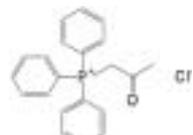
1-(Triphenylphosphoranylidene)-2-propanone



[1439-36-7]

323-53352	25g	9,500
321-53353	100g	29,000

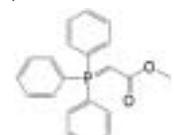
Acetyltriphenylphosphonium Chloride



[1235-21-8]

320-52022	25g	6,000
328-52023	100g	18,000

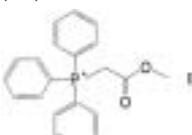
(Carbomethoxymethylene)triphenylphosphorane



[2605-67-6]

033-17122	25g	12,000
035-17121	100g	36,000

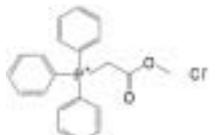
(Carbomethoxymethyl)triphenylphosphonium Bromide



[1779-58-4]

322-42212	25g	4,600
320-42213	250g	28,500

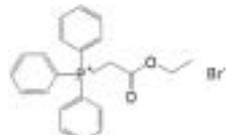
(Carbomethoxymethyl)triphenylphosphonium Chloride



[2181-97-7]

329-42222	25g	5,000
327-42223	250g	30,000

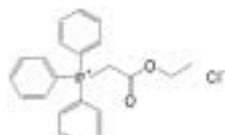
Carboethoxymethyltriphenylphosphonium Bromide



[1530-45-6]

031-17042	25g	5,000
-----------	-----	-------

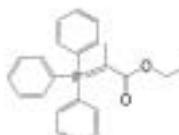
(Ethoxycarbonylmethyl)triphenylphosphonium Chloride



[17577-28-5]

325-42121	5g	4,000
323-42122	25g	11,000

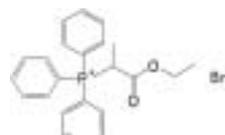
(1-Carboethoxyethylidene)triphenylphosphorane



[5717-37-3]

039-17021	5g	6,000
037-17022	25g	20,000

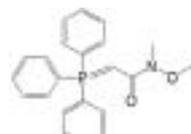
[1-(Ethoxycarbonyl)ethyl]triphenylphosphonium Bromide



[30018-16-7]

328-42172	25g	5,500
326-42173	100g	18,000

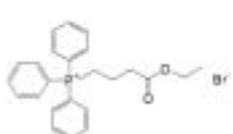
N-Methoxy-N-methyl-2-(triphenylphosphoranylidene)acetamide



[129986-67-0]

328-42231	1g	4,000
324-42233	10g	24,000

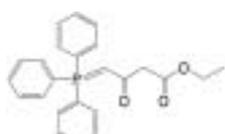
3-(Ethoxycarbonyl)propyltriphenylphosphonium Bromide



[50479-11-3]

327-42181	5g	5,400
325-42182	25g	17,500

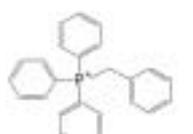
Ethyl 3-Oxo-4-(triphenylphosphoranylidene)butyrate



[13148-05-5]

325-42241	5g	7,500
323-42242	25g	26,000

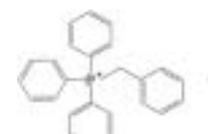
Benzyltriphenylphosphonium Bromide



[1449-46-3]

023-13101	10g	4,000
-----------	-----	-------

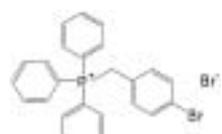
Benzyltriphenylphosphonium Chloride



[1100-88-5]

025-13622	25g	2,500
029-13625	500g	20,000

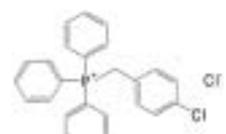
(4-Bromobenzyl)triphenylphosphonium Bromide



[51044-13-4]

024-13371	5g	12,000
-----------	----	--------

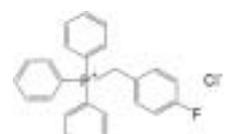
(p-Chlorobenzyl)triphenylphosphonium Chloride



[1530-39-8]

328-51641	5g	4,500
326-51642	25g	14,000

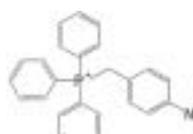
(4-Fluorobenzyl)triphenylphosphonium Chloride



[3462-95-1]

329-57891	5g	5,000
327-57892	25g	15,000

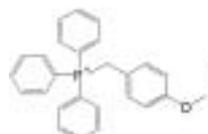
(p-Nitrobenzyl)triphenylphosphonium Bromide



[2767-70-6]

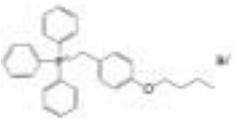
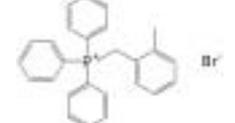
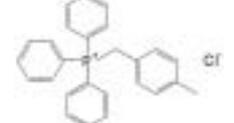
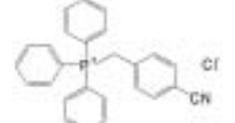
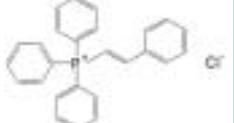
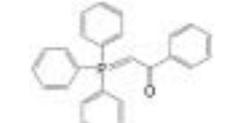
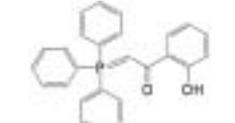
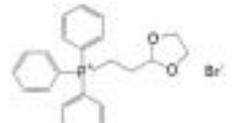
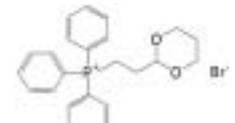
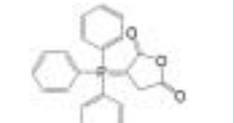
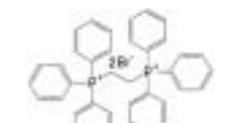
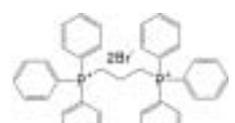
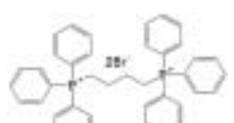
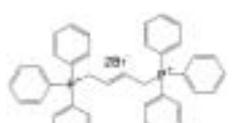
325-63001	5g	4,000
323-63002	25g	12,000

4-Methoxybenzyltriphenylphosphonium Chloride



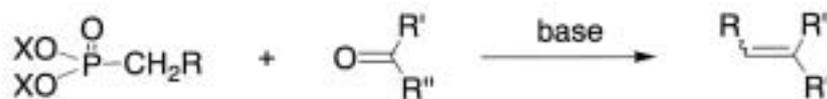
[3462-97-3]

327-42201	1g	4,000
323-42203	10g	24,000

<p>(4-Butoxybenzyl)triphenylphosphonium Bromide</p>  <p>[146346-92-1]</p> <p>026-08382 25g 8,800</p>	<p>(o-Methylbenzyl)triphenylphosphonium Bromide</p>  <p>[1530-36-5]</p> <p>325-51651 5g 4,500 323-51652 25g 13,000</p>	<p>(p-Methylbenzyl)triphenylphosphonium Chloride</p>  <p>[1530-37-6]</p> <p>322-51661 5g 4,500 320-51662 25g 13,000</p>	<p>(4-Cyanobenzyl)-triphenylphosphonium Chloride</p>  <p>[20430-33-5]</p> <p>327-48781 5g 6,000 325-48782 25g 24,000</p>	<p>Cinnamyltriphenylphosphonium Chloride</p>  <p>[1530-35-4]</p> <p>030-18972 25g 3,500 034-18975 500g 15,000</p>
<p>(Benzoylmethylene)triphenylphosphorane</p>  <p>[859-65-4]</p> <p>026-13331 5g 5,000 024-13332 25g 15,000</p>	<p>1-(o-Hydroxyphenyl)-2-(triphenylphosphoranylidene)ethane</p>  <p>[81995-11-1]</p> <p>324-42191 1g 6,000 320-42193 5g 24,000</p>	<p>[2-(1,3-Dioxolan-2-yl)ethyl]-triphenylphosphonium Bromide</p>  <p>[86608-70-0]</p> <p>045-26032 25g 3,000 049-26035 500g 25,000</p>	<p>2-(1,3-Dioxan-2-yl)ethyl-triphenylphosphonium Bromide</p>  <p>[69891-92-5]</p> <p>043-28652 25g 3,500 047-28655 500g 25,000</p>	<p>2-(Triphenylphosphoranylidene)-succinic Anhydride</p>  <p>[906-65-0]</p> <p>329-42141 5g 5,500 327-42142 25g 18,000</p>
<p>Ethylenebis(triphenylphosphonium) Dibromide</p>  <p>[1519-45-5]</p> <p>055-07191 5g 4,000 053-07192 25g 12,000</p>	<p>Trimethylenebis-(triphenylphosphonium) Dibromide</p>  <p>[7333-67-7]</p> <p>200-16111 5g 5,500 208-16112 25g 17,000</p>	<p>Tetramethylenebis-(triphenylphosphonium) Dibromide</p>  <p>[15546-42-6]</p> <p>203-16101 5g 5,500 201-16102 25g 16,000</p>	<p>2-Butylenebis-(triphenylphosphonium) Dibromide</p>  <p>[18189-24-7]</p> <p>028-14991 5g 5,500 026-14992 25g 16,000</p>	

Horner-Emmons Reaction^{1~5)}

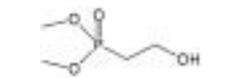
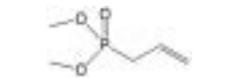
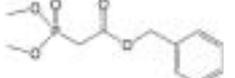
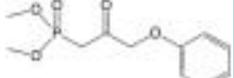
Wittig試薬の α 位に電子吸引基が存在するとイリドの負電荷は共鳴安定化して安定イリドとなり反応性が極端に低下します。その場合、「ホスホン酸エステル」を用いると反応がスムーズに進行し、特に不飽和エステルの合成に有効です。また、反応の条件によってオレフィンの位置選択性の制御も可能です。



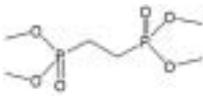
参考文献

- 1) J. Boutagy, R. Thomas : *Chem. Rev.*, **74**, 87 (1974).
- 2) D. H. Wadsworth, O. E. Schupp, E. J. Seus, J. A. Ford : *J. Org. Chem.*, **30**, 680 (1965).
- 3) K. Thompson, C. H. Heathcock : *J. Org. Chem.*, **55**, 3386 (1990).
- 4) K. Ando : *J. Org. Chem.*, **62**, 1934 (1997).
- 5) 小林徹也, 江田卓哉, 田村修, 石橋弘行 ; 有機合成化学北陸セミナー講演要旨集, 63 (2001).

Phosphonic Acid Esters

<p>Dimethyl (2-Hydroxyethyl)phosphonate</p>  <p>[54731-72-5]</p> <p>320-62191 5g 8,500 328-62192 25g 30,000</p>	<p>Dimethyl Allylphosphonate</p>  <p>[757-54-0]</p> <p>326-62171 1g 5,000 322-62173 5g 20,000</p>	<p>Dimethyl (2-Oxoheptyl)phosphonate</p>  <p>[36969-89-8]</p> <p>323-62201 1g 5,000 329-62203 5g 16,000</p>	<p>Benzyl Dimethyl Phosphonoacetate</p>  <p>[57443-18-2]</p> <p>323-62181 1g 4,500 329-62183 5g 15,000</p>	<p>Dimethyl (3-Phenoxyacetyl)-phosphonate</p>  <p>[40665-68-7]</p> <p>320-62211 500mg 16,000</p>
--	--	--	--	---

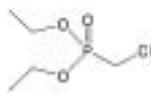
Tetraethyl Ethylenediphosphonate



[5927-50-4]

329-62281 1g 11,000

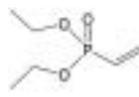
Diethyl (Chloromethyl)phosphonate



[3167-63-3]

329-62041 1g 10,000
325-62043 5g 35,000

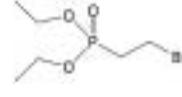
Diethyl Vinylphosphonate



[682-30-4]

329-62161 1g 4,000
325-62163 10g 22,000

Diethyl (2-Bromoethyl)phosphonate



[5324-30-1]

328-62011 5g 6,500
326-62012 25g 21,500

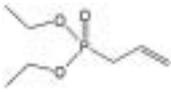
Diethyl Propylphosphonate



[18812-51-6]

322-62151 1g 3,400
328-62153 5g 8,500

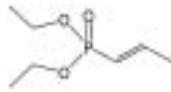
Diethyl Allylphosphonate



[1067-87-4]

327-61981 1g 4,500
323-61983 5g 12,000

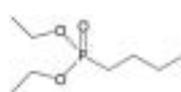
Diethyl (1-Propenyl)phosphonate



[5954-65-4]

325-62141 5g 7,000
323-62142 25g 25,000

Diethyl Butylphosphonate



[2404-75-3]

322-62031 5g 7,900
320-62032 25g 29,000

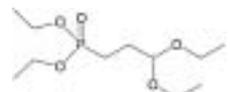
Diethyl Decylphosphonate



[16165-68-7]

326-62051 1g 4,500
322-62053 5g 12,000

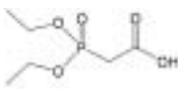
Diethyl (3,3-Diethoxypropyl)-phosphonate



[15110-17-5]

323-62061 1g 4,500
329-62063 5g 13,000

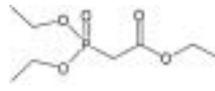
(Diethoxyphosphinoyl)acetic Acid



[3095-95-2]

321-62121 5g 3,600
329-62122 25g 9,800

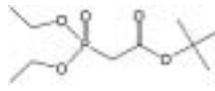
Ethyl Diethylphosphonoacetate



[867-13-0]

051-04192 25ml 1,200
055-04195 500ml 7,800

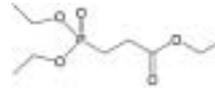
t-Butyl Diethyl Phosphonoacetate



[27784-76-5]

325-62021 1g 5,500
321-62023 5g 18,000

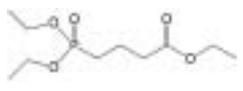
Triethyl 3-Phosphonopropionate



[3699-67-0]

328-62072 25g 7,800
326-62073 100g 25,000

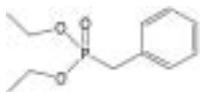
Triethyl 4-Phosphonobutyrate



[2327-69-7]

327-62081 5g 6,500
325-62082 25g 22,000

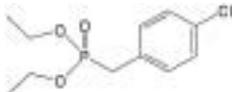
Diethyl Benzylphosphonate



[1080-32-6]

329-62002 25g 7,000
327-62003 100g 24,000

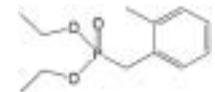
Diethyl 4-Chlorobenzylphosphonate



[39225-17-7]

049-26312 25ml 15,000

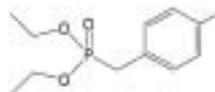
Diethyl (o-Methylbenzyl)phosphonate



[62778-16-9]

324-62091 1g 4,500
320-62093 5g 15,000

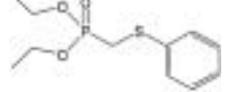
Diethyl (p-Methylbenzyl)phosphonate



[3762-25-2]

327-62101 5g 6,000
325-62102 25g 20,000

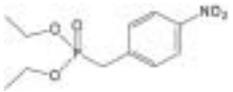
Diethyl (Phenylthiomethyl)-phosphonate



[38066-16-9]

042-26282 25ml 17,000

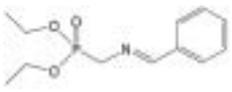
Diethyl (p-Nitrobenzyl)phosphonate



[2609-49-6]

324-62111 5g 7,500
322-62112 25g 30,000

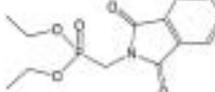
Diethyl [(Benzylideneamino)methyl]-phosphonate



[50917-73-2]

324-61991 1g 11,000

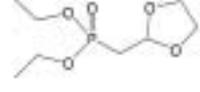
Diethyl (Phthalimidomethyl)-phosphonate



[33512-26-4]

328-62131 5g 9,400
326-62132 25g 33,000

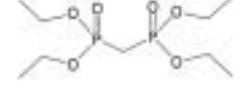
Diethyl (1,3-Dioxolan-2-ylmethyl)-phosphonate



[17053-09-7]

048-28761 5g 7,000
046-28762 25g 23,000

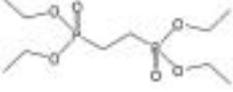
Tetraethyl Methylene(diphosphonate)



[1660-94-2]

325-62261 5g 8,500
323-62262 25g 30,000

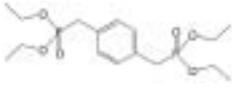
Tetraethyl Ethylenediphosphonate



[995-32-4]

328-62251 1g 3,700
324-62253 5g 12,000

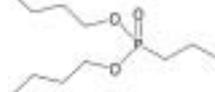
Tetraethyl p-Xylenediphosphonate



[4546-04-7]

322-62271 5g 4,300
320-62272 25g 12,000

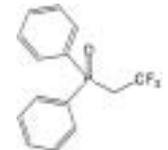
Dibutyl Propylphosphonate



[4628-12-0]

320-61971 1g 7,000
326-61973 5g 24,000

Diphenyl(2,2,2-trifluoroethyl)-phosphine Oxide



[57328-25-3]

043-28571 1g 4,500
049-28573 5g 12,000

SynPhase™ Scavenger Lanterns

ランタンは固相合成用の担体として広く利用されています。ミモトプス社では、反応溶液中から不要な試薬や生成物をスカベンジしていただくために、ローディング量の大きいスカベン

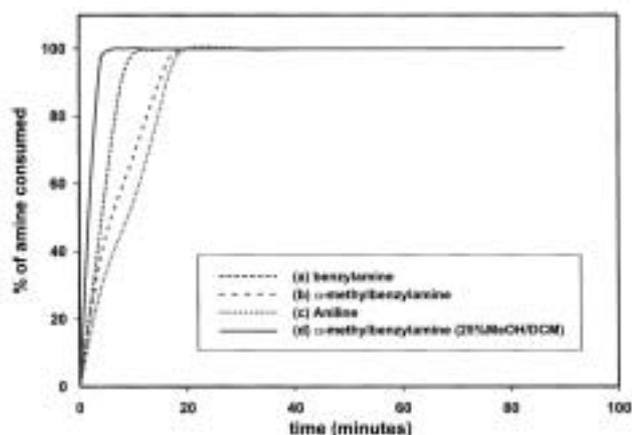
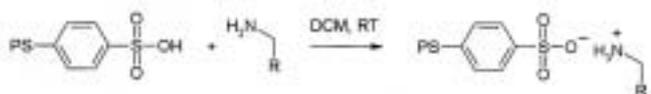
ジャーランタンを開発しました。このランタンは液相法での使用に向いております。

特長

- ❑ ビーズ樹脂と比べてBF分離が簡便
- ❑ ローディング量は80-150 μ mol/Lantern
- ❑ ハンドリングが便利
- ❑ スカベンジング時間が短い
- ❑ 表面反応なので効率的

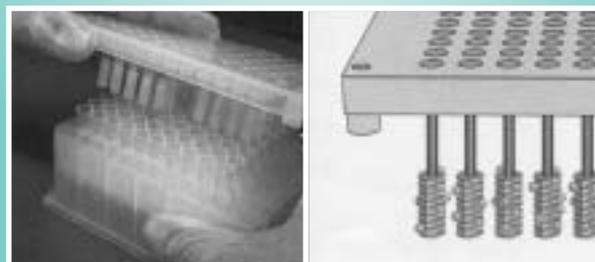
< 使用例 >

各種アミンとのスカベンジング速度



Handling convenience is a powerful advantage of the SynPhase technology.

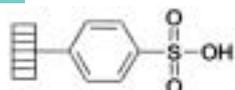
Simply drop the SynPhase Lanterns into your reaction vessel or mount them on detachable stems to enable handling in multiples of 96.



メーカーコード	品名	容量	希望納入価格(円)
MI-A1079	SynPhase - PS - D-Series Scavenger Lantern Sample Kit - 6種類のリンカーのセット (AMM, BLD, SUL, TMI, MPU, ONP)	各20本	58,000
MI-L1017	SynPhase - PS - D-series Lantern, Aminomethylated 100 micromole	100本	58,000
MI-L1019	SynPhase - PS - D-series Lantern, Benzaldehyde 80 micromole	100本	58,000
MI-L1025	SynPhase - PS - D-series Lantern, Sulfonic Acid 150 micromole	100本	58,000
MI-L1026	SynPhase - PS - D-series Lantern, TMI Isocyanate 100 micromole	100本	58,000
MI-L1056	SynPhase - PS - D-series Lantern, Morpholino Scavenger 90 micromole	100本	58,000
MI-L1057	SynPhase - PS - D-series Lantern, Nitro-Phenol Scavenger 80 micromole	100本	58,000

Sulfonic Acid

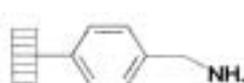
150 μ mol/Lantern



Scavenges primary, secondary and tertiary amines by quaternary salt formation.

Aminomethyl

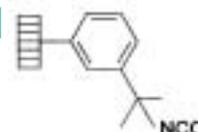
100 μ mol/Lantern



Scavenges acid chlorides, sulfonyl chlorides, isocyanates and other electrophiles.

TMI-Isocyanate

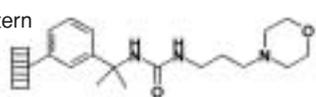
100 μ mol/Lantern



Scavenges primary, and secondary amines but does not scavenge anilinic type aromatic amines.

N-Methyl Morpholine

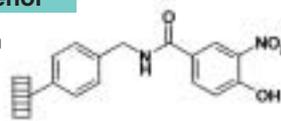
90 μ mol/Lantern



Supported tertiary amine base for acylations and sulfonylations.

o-Nitrophenol

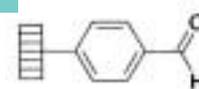
80 μ mol/Lantern



Solid supported active ester used for synthesis of amides and sulfonamides.

Benzaldehyde

80 μ mol/Lantern



Scavenges various nucleophiles including amines, hydrazines and carbon-based nucleophiles such as phenylmagnesium halides.

フルオラス化試薬

話題のフルオラス化試薬とフルオラス樹脂関連製品の販売を開始しました。

近年、フルオラス化合物に関する様々な応用例が提案されております。フルオラス溶媒はほとんどの有機溶媒と水に混ざりません。

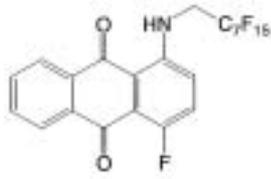
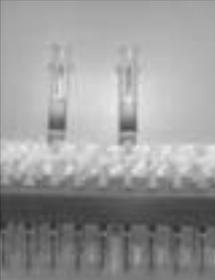
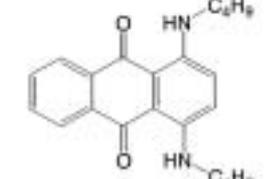
この性質を利用して、フッ素含量の高い有機化合物はフルオラス溶媒と有機溶媒、水との分液操作でフルオラス層に抽出することができます。

製品形態

パックドカラム、TLC、HPLC用カラム、樹脂担体をご用意しております。また、パックドカラムは様々な形状にカスタマイズしてご提供できます。

	SiO ₂	C18	Fluoro Flash
			
パックドカラム	HPLCカラム	樹脂担体	TLC
パーフルオロアルキル基が結合したシリカゲルにより、フルオラス化合物を反応系から分離	フルオラス化合物の混合物をフルオラス-タグのサイズの違いにより分離	樹脂は10回繰返し使用可能	

フルオラス樹脂によるフルオラス化合物の分離例

				
Fluorous Dye	1. Lord Dye Mixture	2. Elute with 15% MeOH/Water	3. Non-Fluorous Dye Fraction	4. Elute Fluorous Dye with MeOH
				
Non-Fluorous Dye				

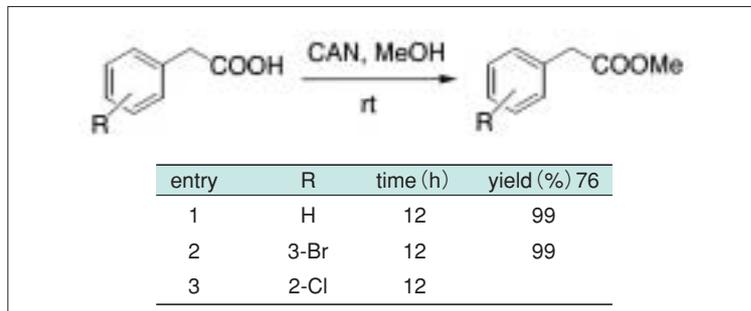
フルオラス樹脂のパックドカラムを在庫いたしました。

コードNo.	メーカーコード	品名	容量	希望納入価格(円)
586-79741	801-0027FL	FluoroFlash [®] SPE Cartridges, 2 grams, 8 cc tube - Flangeless	20本	67,700
583-79751	801-0027S-5	FluoroFlash [®] SPE Cartridges, 2 grams, 8 cc tube - Flanged	5本	17,800
—	801-0027S	FluoroFlash [®] SPE Cartridges, 2 grams, 8 cc tube - Flanged	20本	69,000
586-79763	801-0058S	FluoroFlash [®] SPE Cartridges, 5 grams, 10 cc tube	2本	28,600
—	801-0058S	FluoroFlash [®] SPE Cartridges, 5 grams, 10 cc tube	10本	75,000
587-79771	801-0109S-1	FluoroFlash [®] SPE Cartridges, 10 grams, 60 cc tube	1本	19,300
—	801-0109S	FluoroFlash [®] SPE Cartridges, 10 grams, 60 cc tube	5本	75,000
584-79781	801-0209B	FluoroFlash [®] SPE Cartridges, 20 grams, 60 cc tube	2本	67,700

反応文献紹介

CANを用いたカルボン酸のエステル化反応

カルボン酸のエステル化反応がCAN (Cerium Ammonium Nitrate)を用いると非常にマイルドな条件で進行する。CANを用いたエステル化は初めての報告である。(反応例多数あり)。

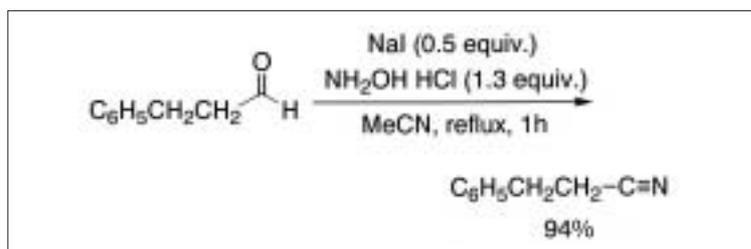


Wen-Bin Pan, Fang-Rong Chang, Li-Mei Wei, Ming-Jung Wu, Yang-Chang Wu : *Tetrahedron Lett.*, **44**, 331 (2003).

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
036-01742	Diammonium Cerium (IV) Nitrate	和光特級	25g	1,500
038-01741			100g	2,800
030-01745			500g	9,800

ニトリル化合物のワンポット合成

アセトニトリル還流下、アルデヒドと1.3当量のヒドロキシルアミン塩酸塩および0.5当量のヨウ化ナトリウムを反応させることで、脂肪族及び芳香族アルデヒドをワンポットで対応するニトリル化合物に高収率で転換することができた。(全13反応例あり)



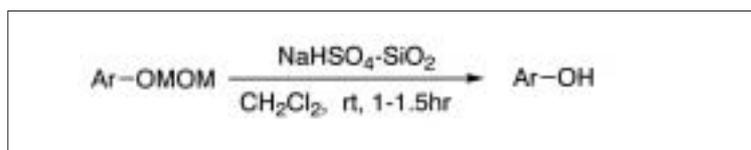
Roberto Ballini, Dennis Fiorini, Alessandro Palmieri : *Synlett.*, **12**, 1841 (2003).

コードNo.	メーカーコード	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
-	6118	Hydroxylamine hydrochloride, 99%	-	100g	4,500
				500g	10,600
				2.5kg	42,600
194-02272	-	Sodium Iodide	和光特級	25g	1,000
196-02271	-			100g	2,200
198-02275	-			500g	5,100

MOM基の脱保護

通常、MOM基の脱保護はHCl、BBr₃、*p*-TsOH等の強酸性条件下、またはZnBr₂、TiCl₄等のマイルドなLewis酸性条件下で行われるが、酸性条件下で不安定な置換基を持つ化合物には使用できない。

本法は、シリカゲルに担持した硫酸水素ナトリウムを用いることによりマイルドな条件下、室温でフェノール性のMOM基を高選択的に脱保護する。



C. Ramesh, N. Ravindranath, Biswanath Das : *J. Org. Chem.*, **68**, 7101 (2003).

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
196-01355	Sodium Hydrogen Sulfate Monohydrate	和光特級	500g	2,600
230-01665	Wakosil [®] C-200	カラムクロマトグラフ用	500g	5,000
238-01661			2kg	15,000
236-01667			10kg	照会

分取クロマトグラフィー用

フラッシュチューブ

フラッシュチューブは、ポリエチレン製チューブカラムにUV蛍光指示薬入りシリカゲルを充てんし、少量分取を手軽に行うことができるカラムです。

特別な装置を必要とせず、分離状況はUVライトを照射することにより確認することができます。

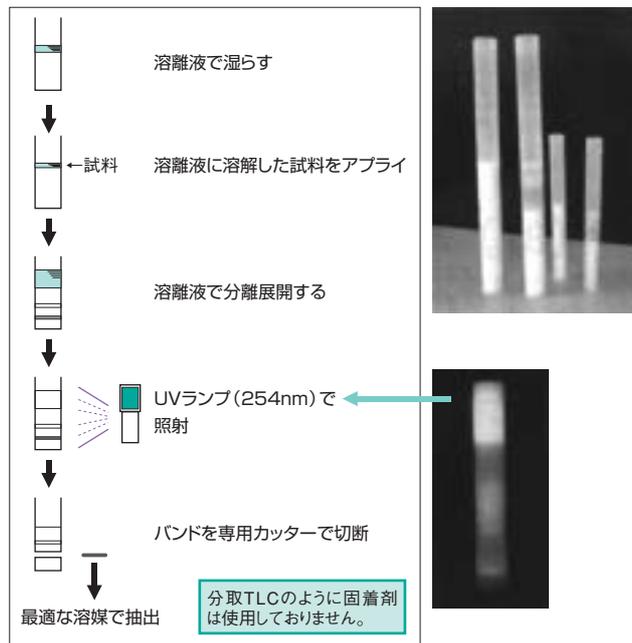
また、カラム上で分離した化合物は専用カッターでカラムチューブを切り取ることで簡単に取り出すことができ、抽出も簡便に行えます。

特長

- 少量サンプルの迅速精製に最適なツール。
- 簡単な操作で高分離・高回収率。
- コンビナトリアル・ライブラリー精製に最適。

	フラッシュチューブ2002	フラッシュチューブ2008
サイズ (担体量)	12φ×125mm (2.0g)	17φ×200mm (8.0g)
担体	破碎状シリカゲル (30μm以下)、蛍光指示薬入り (254nm)	
試料負荷量	2~50mg	20~200mg

< 操作例 >



< 使用例 >

フラッシュチューブ2002の場合

1. 溶離液0.3~0.4ml (1.0~1.5ml)*でカラムトップを湿らす。
2. サンプルを0.2~0.4ml (0.5~1.5ml)*程度の溶離液に溶解しカラムトップへアプライする。
3. サンプルの吸着を確認後、0.1~0.2ml (0.5ml)*の溶離液を2回カラムへ流す。
4. さらに0.2~2.5ml (8~10ml)*の溶離液で分離展開する。
5. カラムにUVライトを照射しUV吸収部分を専用カッターで輪切りにする。
6. 最適な溶媒で化合物を抽出する。

(*はフラッシュチューブ2008の場合です。)

< 分離例 >

THF/エタノール/濃アンモニア水 (4:4:1)
(TLC-Rf = 0.36 and 0.56 resp.)

酢酸エチル/n-ヘプタン (4:6)
(TLC-Rf = 0.56 and 0.36 resp.)

酢酸エチル/n-ヘプタン/酢酸 (1:3:0.2)
(TLC-Rf = 0.58 and 0.41 resp.)

ジクロロメタン
(TLC-Rf = 0.40 and 0.62 resp.)

コードNo.	メーカーコード	品名	容量	希望納入価格(円)
522-77341	FTT2002	Flash Tube 2002	20本	20,000
529-77351	FTT2008	Flash Tube 2008	20本	25,000
526-77361	FTC2008	2002、2008用 TubeCutter	1本	3,200

有機合成用

脱水溶媒

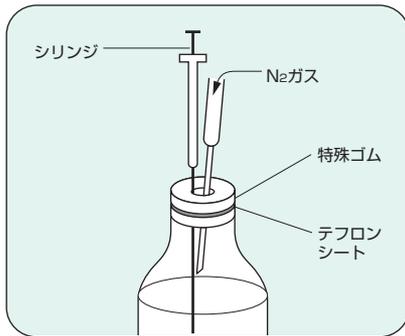
水分含量を最小限に抑えた有機合成用溶媒です。水分を嫌う各種有機合成反応の溶媒として使用できます。

包装は100mL、500mL、3L、18Lの4種類、合成スケールに応じた使い分けが可能です。

特長

100mL、500mL包装

- シリンジ針が刺し込める特殊キャップを使用しています。下図のように、窒素ガスを吹き込みながら溶媒を採取します。



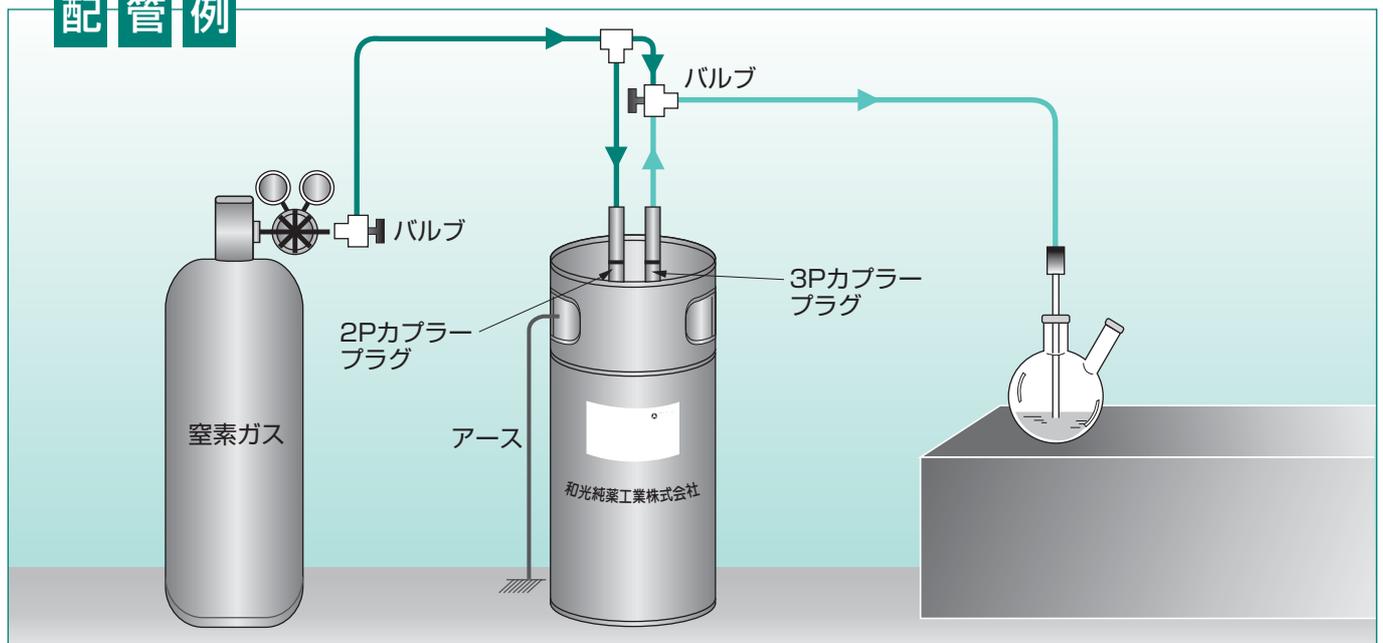
18L包装

- SUS製キャニスター缶を使用しています。
- 密封容器ですので安定した品質で使用できます。
- リンク容器で繰り返し使用するため、廃棄容器が出ません。
- スリム缶を使用、場所を取りません。
- 低価格です。



容量	容器	用途
100mL, 500mL, 3L	ガラス	小スケール、使いきり
18L	SUS製キャニスター缶	大量合成、研究室共同での使用

配管例



配管に必要な部品もお見積り致します。お問い合わせ下さい。

注意事項

1. 静電気による事故を防止するため、必ずアースを取ってご使用下さい。
2. 0.19Mpa以下で加圧して使用し、減圧で使用しないで下さい。
3. 繰り返し使用するため、当該溶媒以外の異物の混入、容器の転用および洗浄をしないで下さい。

脱水溶媒 品目一覧

No.	品名 (安定剤)	水分含量	容 量			
			100mL	500mL	3L	18L
1	Acetone, Dehydrated	50ppm以下	010-15533 1,700円	016-15535 3,100円	014-15531 13,000円	
2	Acetonitrile, Dehydrated	50ppm以下	017-15543 1,700円	013-15545 3,600円	011-15541 13,000円	019-15547 照会
3	Benzene, Dehydrated	30ppm以下	022-12853 1,700円	028-12855 3,600円	026-12851 12,900円	
4	1-Butanol, Dehydrated	50ppm以下		020-13035 3,600円	028-13031 13,000円	
5	2-Butanone, Dehydrated	50ppm以下		027-13045 3,600円	025-13041 13,100円	
6	Butyl Acetate, Dehydrated	50ppm以下	027-13263 2,000円	023-13265 4,000円		
7	Chloroform, Dehydrated (Ethanol 0.3~1.0%)	30ppm以下	035-16283 1,700円	031-16285 3,600円	039-16281 13,500円	
8	Chloroform, Dehydrated, Amylene added (Amylene150ppm)	30ppm以下	032-16813 1,800円	038-16815 3,500円	036-16811 14,000円	
9	Cyclohexane, Dehydrated	30ppm以下		036-16595 3,600円	034-16591 13,000円	
10	Dichloromethane, Dehydrated (2-Methyl-2-butene 0.0005~0.005%)	30ppm以下	048-25503 2,000円	044-25505 3,500円	042-25501 13,000円	040-25507 照会
11	Diethyl Ether, Dehydrated (BHT 0.0003%)	50ppm以下		041-25495 5,700円		047-25497 照会
12	N,N-Dimethylacetamide, Dehydrated	50ppm以下		042-25285 5,200円	040-25281 20,000円	
13	N,N-Dimethylformamide, Dehydrated	50ppm以下	041-25473 1,800円	047-25475 4,200円	045-25471 15,000円	043-25477 照会
14	Dimethyl Sulfoxide, Dehydrated	50ppm以下	046-26023 2,500円	042-26025 7,000円		
15	1,4-Dioxane, Dehydrated (BHT 0.0005%)	50ppm以下		044-25485 3,600円	042-25481 13,000円	
16	Ethanol, Dehydrated	50ppm以下	055-06133 2,110円	051-06135 4,240円	059-06131 15,830円	
17	Ethyl Acetate, Dehydrated	50ppm以下	050-06183 1,700円	056-06185 3,100円	054-06181 12,000円	
18	Ethylene Glycol, Dehydrated	50ppm以下	053-06313 2,500円	059-06315 7,000円		
19	Heptane, Dehydrated	30ppm以下	089-07273 2,500円	085-07275 5,000円		
20	Hexane, Dehydrated	30ppm以下	089-07033 1,700円	085-07035 3,100円	083-07031 11,000円	081-07037 照会
21	Methanol, Dehydrated	50ppm以下	136-12383 1,700円	132-12385 3,550円	130-12381 12,700円	
22	4-Methyl-2-pentanone, Dehydrated	50ppm以下	131-12713 2,500円	137-12715 5,000円		
23	1-Methyl-2-pyrrolidone, Dehydrated	50ppm以下	138-12723 2,500円	134-12725 5,000円		
24	1-Propanol, Dehydrated	50ppm以下		166-18305 4,200円	164-18301 14,000円	
25	2-Propanol, Dehydrated (Iso- ϕ)	50ppm以下	165-17993 1,800円	161-17995 3,100円	169-17991 12,000円	
26	Pyridine, Dehydrated	50ppm以下	161-18453 2,500円	167-18455 7,500円	165-18451 20,000円	
27	Tetrahydrofuran, Dehydrated (BHT 0.03%)	50ppm以下	206-13433 1,700円	202-13435 3,700円	200-13431 13,100円	208-13437 照会
28	Tetrahydrofuran, Dehydrate (no Stabilizer)	50ppm以下	207-13963 1,700円	203-13965 3,500円	201-13961 13,000円	209-13967 照会
29	Toluene, Dehydrated	30ppm以下	203-13443 1,700円	209-13445 3,000円	207-13441 10,500円	205-13447 照会
30	Xylene, Dehydrated	30ppm以下		242-00685 3,500円	240-00681 13,000円	

化学物質安全管理支援システム

CHEMICAL DESIGN Ver3.0

化学物質の運用・保管にかかる安全性、
効率性を確保するために

化学物質の管理業務 [保有量、取扱量、移動量 (廃棄、廃液等)] を飛躍的に効率化するため、本システムの導入をご提案いたします。
新機能が追加され、利便性がさらに高まりました。



NEW

MDL Information Systems, Inc.製
ISIS (Integrated Scientific Information System) に完全対応!!

この度、化学構造式検索モジュールを追加しました。

これにより、化学構造式を新たに登録し、官能基などで検索することが可能になります。

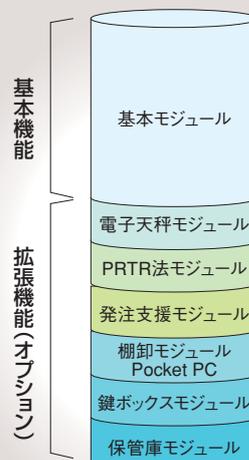
もちろん、既存のISISシステムとの連携もできます。



【検索画面】



【検索結果】



皆様の多様なニーズにお応えし、
「拡張機能」続々登場!!

待った!

もう一度よく考えてみましょう
処理コストを見直しませんか。



ISO14000支援ツール

ゴミ削減で生産性の向上と処理費用の
カットを実現する、環境にやさしい新システム。

株式会社イシダ

http://www.ishida.co.jp

本文に掲載しております試薬は、試験・研究の目的にのみ使用されるもので、「医療品」、「食品」、「家庭用品」などとして使用できません。
記載価格は本体価格のみで消費税は含まれておりません。

和光純薬工業株式会社

本社 〒540-8605 大阪市中央区道修町三丁目1番2号 TEL.(06)6203-3741(代表)
支店 〒103-0023 東京都中央区日本橋本町四丁目5番13号 TEL.(03)3270-8571(代表)

E-mail : org@wako-chem.co.jp

URL : http://www.wako-chem.co.jp

フリーダイヤル : 0120-052-099 フリーファックス : 0120-052-806



古紙配合率100%再生紙を使用しています

04907学01R