

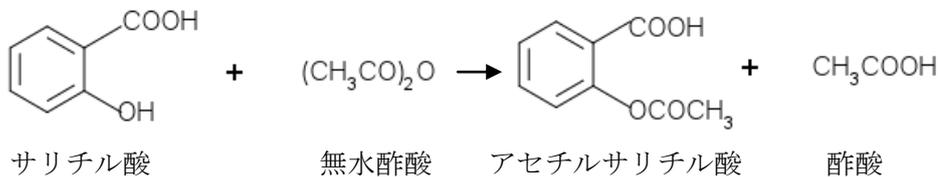
## 1. 目的

実験として実際にアスピリンを合成し生成することを通して、化学の基本であるものを合成すること、合成したものを生成することを学習する。

## 2. 原理

### (ア) アセチルサリチル酸の合成

濃硫酸を触媒として、サリチル酸を無水酢酸によりアセチル化する。その化学式は次の通り。



### (イ) アセチルサリチル酸の生成。

アセチルサリチル酸は無色無臭の板状または針状の結晶で、融点は 135℃である。(サリチル酸の融点は 159℃)また、水には溶けにくい(1g/300mL(25℃))が、エチルアルコールには溶けやすい。(1g/5mL)

## 3. 実験方法

実験中の溶液の状態は目立った変化がない限り記述しない。また、器具の洗浄などは必要に応じて行っているものとする。

サリチル酸を電子天秤で 3.5g 測りとり、三角フラスコ(50mL)にいれた。

この三角フラスコ(50mL)を A と呼ぶことにした。

A に乾いたこまごめピペットを使って無水酢酸を 3.0g 加え、更に濃硫酸を 1 滴加えてガラス棒でよくかき混ぜた。

A を蒸気浴で 10 分間加熱した。加熱開始直後はサリチル酸が固体が残っていたが、開始後 2 分で完全に溶けて透明の溶液となった。開始後 4 分には白色の固体になっていた。

加熱を終え、放冷した。固まった固体をガラス棒で砕いた後、150mL の氷水を入れたビーカー(200mL)(以降 B と呼ぶ)にいれた。A の器壁に残った固体もできる限り掻きだし、洗い流して入れた。この溶液は透明の溶液に白色沈殿が存在する状態であった。

受器にビーカー(200mL)(以降 X1 と呼ぶ)をセットして、ブフナーロートを用いて B の内容物を吸引濾過した。X1 のろ液を 1mL 試験管に取り、これに塩化鉄(III)水溶液を 1 滴加えたところ紫色に接触した。

受器にビーカー(200mL)(以降 X2 と呼ぶ)をセットして、ブフナーロートを用いてブフナーロート上の内容物に約 50mL の水を加えたものを吸引濾過した。X2 の濾液を 1mL 試験管に取り、これに塩化鉄(III)水溶液を 1 滴加えたところ紫色に呈色した。

受器にビーカー(200mL)(以降 X3 と呼ぶ)をセットして、ブフナーロートを用いてブフナーロート上の内容物に水を約 50mL 加えたものを吸引濾過した。X3 のろ液を 1mL 試験管に取り、これに塩化鉄(III)水溶液を 1 滴加えたところ紫色に呈色した。

ブフナーロート上にある生成物を三角フラスコ(50mL)にとり、これにエタノールと水を(体積比 2:1)の混合溶液を 7mL 加えた。これを以降 C と呼ぶ。

C を蒸気浴で加熱して、沈殿物を完全に溶解させた。

C をビーカー(200mL)に入れた氷水で冷却したところ、結晶化した。

ブフナーロートを用いて C の内容物を吸引ろ過した。

ブフナーロート上の試料の湿り気を濾紙で吸い取った後、試料乾燥用の乾燥機内に 15 分間放置しよく乾燥させた。

乾燥機から取り出した試料の質量を電子天秤で測ったところ、2.6gであった。

収率を計算したところ、57%であった。

#### 4. 結果

(ア) 塩化鉄(III)との呈色反応。

3回とも紫色に呈色した。

その中では1回目の呈色の濃さが2回目と3回目に対してかなり濃かった。

(イ) アセチルサリチル酸の生成量と収率

生成物の質量は2.6gであった。

$$\text{収率を計算すると (収率)} = \frac{(\text{生成物の量})}{(\text{理論上得られる量})} = \frac{2.6}{3.5 \times \frac{180}{138}} = 57\% \text{となった。}$$

#### 5. 考察

まず、生成された試料がアセチルサリチル酸なのかということについて考える。

アスピリンの確認が来週に回されている時点で、今回の実験の中にアスピリンの存在を保証するのが何も無いと言えるだろう。だが、塩化鉄(III)を濾液に滴下する実験で全ての濾液にフェノール類(今回の実験でいうとサリチル酸)が確認されている。ということは、生成物の中に少なくともサリチル酸が含まれていると考えることができるので、純度が絶対に100%ではないと言える。

サリチル酸と無水酢酸の物質量が違うので一瞬基準をどちらに採るか迷う人もいるだろう。だが、今回の実験ではアスピリンを合成することが目的であるし、少ない方に合わせるので、当然サリチル酸の物質量が収率の基準になる。

今回の実験の目標は高収率と言われていた。だが、私達の班の収率は57%でしかなかった。さて、テキスト曰く「70~80%であれば「よい」収率であるとされている」そうだが、それを考えると実験失敗と言えるほどの収率でしかない。無駄に時間をかけて試料を洗いすぎたかとも思ったが、塩化鉄(III)を滴下して紫色に呈色するのは、フェノール類(今回はサリチル酸)である。最後の濾液にまでその呈色反応が確認されている時点で、純度がかなり低い可能性がどこか、最初のアセチル化ですら上手くできていなかったといえるのかもしれない。そもそも、三角フラスコを使っている時点で掻きだしきれない試料が残るので収束率を追求するのは無理だと思う。

濾液および洗液の呈色反応から分かることは、1度目に比べて2度目と3度目の濾液の呈色が薄くなっていることで、濃度は下がっていることが分かる、だが、最後までこの反応が残っているのでアスピリンへの合成が100%出ないことが分かる。

#### 6. 反省・感想

考察の欄は例えばと上がっていた例で済ませてしまった。

自分でこう言うのも何だが、今回の実験では“考察”と偉そうにかけるものがなく、書き出すと全て感想に思えてしまって仕方がなかった。どこからが考察でどこまでが感想なのか、その見極めが大事だと思った。

さて、タイトルがアスピリンの合成となっている今回の実験だが、アスピリンの確認は来週の実験に回されているので、全部がアセチルサリチル酸だとしても57%しかとれていない2.6gの試料の内、いったいどれだけがアセチルサリチル酸なのかがとても不安だ。

そもそも、この程度の実験が何故個人実験でないのかも気になる。人によって手順の把握度が違うし、人の間違っただけの理解の為に収率が下がる可能性も考えられる。単純な作業でもあるし個人実験にして各々の実験精度を確認する実験にしたらいいのではないかな。まあ、今回の相方はそんなこともなく良い相方だったと思う。だが、テキストに書かれていないような細かい手順については毎回相方と衝突しているのでいっそのこと全部個人実験でもいいような気がする。