

令和4年度 月曜日

基礎科学実験 B (化学実験)

レポート

実験題目

5. アスピリンの合成 (略称 アスピリン)

本日の座席番号	11
---------	----

学年	学籍番号	クラス	出席番号
1	2210632	8	53
フリガナ 提出者氏名	4ネ4ラ 宗村 モカ		

担当教員名	石田 尚行
-------	-------

実験日：令和4年 5 月 23 日 (月曜日)

提出日：令和4年 5 月 29 日

再提出： 年 月 日

1 10 分間テスト

1.1 今回の実験で使うサリチル酸と無水酢酸の物質質量から生成するアセチルサリチル酸の質量 (何グラム?) を計算せよ。

サリチル酸の分子量は 138.12 g/mol, 無水酢酸の分子量は 102.09 g/mol, それぞれ 3.0 g ずつ使用するとする。ここから, それぞれの物質質量 n_A, n_B は,

$$n_A = \frac{3.0}{138.12} = 0.022 \text{ mol}$$
$$n_B = \frac{3.0}{102.09} = 0.029 \text{ mol}$$

$n_A < n_B$ であり, 式 (i) より理論上生成するアスピリンの物質質量は n_A であることが分かる。よって求める質量 m は, アスピリンの分子量が 180.16 g/mol であることから

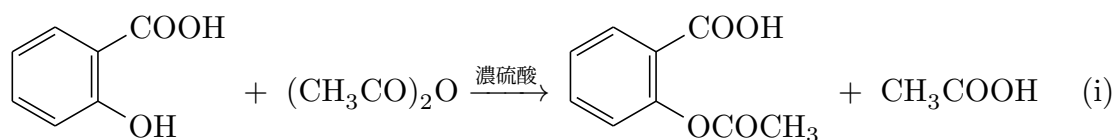
$$m = n_A \cdot 180.16 = 3.9 \text{ g}$$

2 目的

この実験では, 化学の基本である (1) ものを合成すること, (2) 合成したものを精製することを, アスピリンを題材として行う。

3 原理

アスピリン (アセチルサリチル酸) は次の反応によりサリチル酸のアセチル化によって生成される。



4 実験とその結果

- (1). 葉包紙にサリチル酸 2.9 g をとった。そして, 乾燥した 100 mL ビーカーに乾いた駒込ピペットを用いて無水酢酸 3.1 g をとり, 葉包紙のサリチル酸を加えた。濃硫酸を 3 滴加えてよく混ぜた。

- (2). 湯浴に湯を加えて加熱した。その後、先のビーカーを中の大きな塊を碎きながら湯浴上で加熱した。この間、温度が上昇するにつれてビーカー中の白い固体がだんだん減っていった。目視で固体が見えなくなった時に、ビーカーを湯浴から下ろした。
- (3). ビーカーをしばらく置いたのちに、氷水に浸けて冷却した。200 mL ビーカーに 150 mL の水道水を入れて、冷却したビーカーに生じた固体をガラス棒で碎いたものを掻き出した。このとき、ビーカーの壁面についた固体を可能な限り水道水で洗い出した。
- (4). フブナーロートに湿らせたろ紙を乗せて、200 mL のビーカー中の液体を吸引ろ過した。ろ液で更に 2 回吸引ろ過をした。
- (5). ろ液を少量試験管にとり、これに塩化鉄 (III)(FeCl_3) 水溶液を 1 滴加えた。すると、試験管内の液体は薄い紫色を呈した。
- (6). エタノール 4 mL と水道水 2 mL をメートルグラスを用いて混合した。先のろ過で得られた固体をフブナーロートから可能な限り 100 mL ビーカーに移し、先の混合溶液 6 mL を加えて湯浴上で加熱した。これも目視で固体が見えなくなったところで湯浴からビーカーを下ろして、氷水に浸けて結晶化させた。
- (7). これを (4) と同様にして吸引ろ過を行った。今回のろ液に対しても塩化鉄 (III) を 1 滴加えたところ、試験管内の液体は薄い紫色を呈した。この紫は (5) の色と目視で区別がつかなかった。
- (8). 得られた固形物をろ紙に挟んで十分に湿り気を吸い取ったのち、ろ紙ごと時計皿にのせて、試料乾燥用の乾燥機で 10~15 分程度乾燥させた。試料の質量を電子天秤で秤ったところ 2.6 g であった。

今回の実験で理論上生成するアスピリンの量 n_T は以下の計算から 0.021 mol である。

$$n_A = \frac{2.9}{138.12} = 0.021 \text{ mol}$$

$$n_B = \frac{3.1}{102.09} = 0.030 \text{ mol}$$

$$n_A < n_B \therefore n_T = n_A = 0.021 \text{ mol}$$

よって、今回の実験における収率 p は

$$p = \frac{2.6}{180.16} \times 100 = 69\%$$

より 69% であった。

5 考察

5.1 サリチル酸と無水酢酸の物質量の違い

今回、サリチル酸と無水酢酸を使ったが式 (i) を見る限りではこれらは同量用意する必要がある。だが実験時に用いた量は無水酢酸のほうが多い。この差がある理由は、無水酢酸が溶媒の役割を兼ねているからと考えられる。

それゆえに、原料として基準にするべきはサリチル酸の物質量である。これは式 (i) を見てもアスピリンの物質量が理論上反応前のサリチル酸と無水酢酸の物質量のうち少ないほうに等しくなることから推測される。

5.2 (5),(7) におけるサリチル酸検出反応の結果から分かること

(5) においてサリチル酸検出反応を行い紫色を呈した。ここから、フェノール類つまり未反応のサリチル酸が少なからぬ量存在することが分かる。また、(7) においても (5) と同じような呈色を示したので、得られたアスピリンの純度はあまり高くないということが分かる。そのため、先に求めた収率の値は現実よりも高い値になっていることが予想される。

5.3 再結晶の溶媒としてエタノールと水の混合溶液を使うのはなぜか

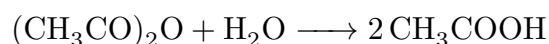
(7) においても、サリチル酸がろ液から検出されていることを鑑みるとサリチル酸はアスピリンよりも水に溶けにくい ($0.2\text{ g}/100\text{ mL}$ 水 (20°C))[1] ことから溶媒としてエタノールが用いられるのは妥当であるが、水を混合する理由は何であろうか。

それは、エタノール単体ではアスピリンが溶けすぎてしまうからだと思われる。溶けすぎると何が問題になるかといえば、冷却後も溶媒にアスピリンがより多く残ってしまうことである。そのようになると、精製の過程でアスピリンの損失がより多くなり収率が下がってしまう。

故に、予め溶解度が適当な溶媒を水とエタノールの混合によって作る理由は、冷却したときの溶解度がより低くなるようにして再結晶の効率を高めて収率を上げるためだと推測される。

5.4 この実験で初めに使うガラス器具 (ビーカーとピペット) が乾燥している必要がある理由は何か

今回の実験で初めに使ったガラス器具は乾燥している必要があったが、その理由は無水酢酸が加水分解されてしまうからだと推測される。無水酢酸は次に示す反応によって酢酸に加水分解される。



加えて、今回の実験には濃硫酸を用いるため水和熱による意図しない反応を防ぐことも要因に挙げられるだろう。

6 感想

今回の実験においては、最初の手順としてサリチル酸と無水酢酸の混合を行ったが、これは間違いであった。実験中の待ち時間のほとんどが湯浴の温度上昇によるものであった。ゆえに、予め湯を取って加熱している間に (1) の行程を済ませるべきであった。

参考文献

- [1] ICSC: 0563 - サリチル酸, 国際化学物質安全性カード, 国際労働機関 (ILO), https://www.ilo.org/dyn/icsc/showcard.display?p_lang=ja&p_card_id=0563&p_version=2