

実験 サリチル酸のエステル

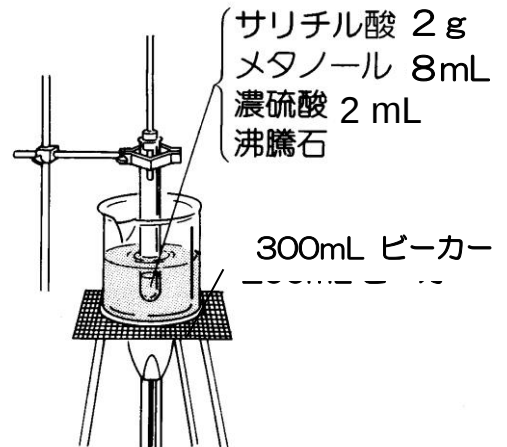
【目的】 サリチル酸メチルとアセチルサリチル酸を合成し、サリチル酸および合成したエステルの性質について調べる。また、エステル化、アセチル化反応について理解を深める。

【準備】 試験管（10 本）、100 mL ビーカー（3 個）、200 mL ビーカー、300mL ビーカー、ポリビーカー(2 個)、還流管、駒込ピペット、50 mL メスシリンダー、ろ紙、ロート、ロート台、スタンド、温度計、ガラス棒、ガスバーナセット、蒸留水、葉さじ、軍手

【前操作】 氷の入っているポリビーカーに水を少し加え氷水を作る。試験管 H に蒸留水 25mL、試験管 I に蒸留水 10mL を入れ、氷水の中に入れて冷水をつくっておく。

【操作 I】 サリチル酸メチルの合成

- (1) 試験管 A にサリチル酸 2 g が入っている。ここに、試験管 B に入っているメタノール 8 mL を加えて溶かす。これに黄ラベル試験管に入っている濃硫酸 2 mL を加え、沸騰石 3 個を入れて振り混ぜる。
- (2) この試験管に還流管を取り付け、クランプで試験管を固定し、右図のようにセットする。
ポリビーカーで配られたお湯を 300mL ビーカーに移し、80℃程度の湯中で 15 分ほど加熱する。
(教卓に見本があるので加熱前に確認する)



加熱時間中に【操作 II】アセチルサリチル酸の合成を進めること。

- (3) (2)の試験管を水道水で冷却した後、200mL ビーカーに蒸留水約 100 mL(ビーカー目盛で)を入れ、この中に試験管の内容物を少しずつ注ぐ。ビーカーの底に油状の物質が析出するはずである。軽く揺らして攪拌した後、ビーカーを傾けて油状の物質を残し、水層だけを捨てる。この時に水層を、深さ 1cm くらい残す。この操作をもう 1 回繰り返す。
- (4) ポリ瓶に入っている炭酸水素ナトリウム飽和水溶液 50 mL を 100mL ビーカーに入れ、(3)のビーカーの油状物質を注ぐ。軽く揺らして攪拌する。このときの変化の様子と臭いの変化を観察する。

注いだときの様子；

臭いの変化；

【操作 II】 アセチルサリチル酸の合成

- (1) 100 mL ビーカーに試験管 C に入っているサリチル酸 2 g を入れる。ここに、試験管 D に入っている無水酢酸 4 mL 加え、ガラス棒でよくかき混ぜる。ここに、点滴びんから濃硫酸 10 滴を加えてよくかき混ぜると、一度透明になったあとで白濁してくるので、さらに 3 分ほどかき混ぜる。
- (2) このビーカーに、冷やしておいた試験管 H の蒸留水約 25 mL を少しずつ加えながらかき混ぜる。ビーカーを氷水で 3 分ほど冷やした後、ろ過する。
- (3) 冷やしておいた試験管 I の蒸留水約 10 mL を数回に分けてろ紙上の結晶に注ぎ、結晶を洗う。

【操作Ⅲ】 フェノール類の検出反応

- (1) 3本の試験管 E,F,G に蒸留水 5 mL をとり、E にはサリチル酸（教卓上にある）、F には操作Ⅰで合成したサリチル酸メチル（駒込ピペットを使って取り出す）、G には操作Ⅱで合成したアセチルサリチル酸（薬さじを使って取り出す）を少量加えて溶かす。
- (2) これに点滴びんに入った 0.1 mol/L 塩化鉄(Ⅲ) FeCl_3 水溶液を 2～3 滴加え、色の変化を観察する。

サリチル酸(E)

サリチル酸メチル(F)

アセチルサリチル酸(G)

【考察】

- (1) サリチル酸メチルを合成する変化を化学反応式で示せ。

- (2) 操作Ⅰの(1)で加える濃硫酸のはたらきは何か。

- (3) 操作Ⅰの(2)で用いる還流管のはたらきは何か。

- (4) 操作Ⅰの(3)で炭酸水素ナトリウム飽和水溶液の中に内容物を注ぐのはなぜか。

- (5) アセチルサリチル酸を合成する変化を化学反応式で示せ。

- (6) アセチルサリチル酸の合成で、反応の前後で臭いはどのように変わったか。

- (7) 操作Ⅲで、塩化鉄(Ⅲ)水溶液の呈色反応からわかることは何か。

【感想・反省】

月 日 天候	班	年 組 番	氏名	
--------	---	-------	----	--