

実験

サリチル酸メチル アセチルサリチル酸

《参考資料：吸引ろ過の方法》

1. サリチル酸メチルの合成

(1) 乾いた50ml三角フラスコ（乾いたものがなければよく水を切ってから使用する）に、サリチル酸を3g（上皿天秤で測りとり）とメタノール $\text{CH}_3\cdot\text{OH}$ を6mlとり、更に濃硫酸 $\text{conc}\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$ を3mlと素焼片を1個加え、還流冷却器を取り付けて、10～15分間小さい炎で弱く沸騰させる。

〈注〉沸騰してできた溶媒の蒸気が、還流冷却器の中央よりも上部に達しないよう注意すること。

(2) 十分に反応させたらバーナーの火を消し、暫く放冷してから還流冷却器を外す。100mlビーカーに水を半分程とり、これに上記の三角フラスコ内の反応液を少しずつ注ぎ入れて、ビーカー内の状態や臭い等を観察せよ。

2. アセチルサリチル酸（アスピリン）の合成

(1) ごく少量のサリチル酸を水に溶かし、塩化鉄(III) FeCl_3 溶液を1滴加えてみよ。
（塩化鉄反応）

(2) サリチル酸 約1gを乾いた試験管にとり、無水酢酸 約2mlを加えた後、濃硫酸 $\text{conc}\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$ を3滴加えてよく振り溶解する。
（濃硫酸が少なすぎると溶けにくく、多すぎると後の結晶が析出しにくい。）

(3) 上記の試験管を室温で放置すると、7～8分で結晶が析出する。結晶が析出しない時または析出量が少ない時は、流水で試験管を冷却しながら内壁をガラス棒でこする。

(4) 生成した結晶に何回か水を加えて流し出しながら吸引ろ過し、水洗する。

(5) さらに、結晶をビーカーに移し、水50mlを加えて加熱溶解させ（沸騰するくらい加熱）、流水で冷却し、再結晶させる。この時も結晶の析出が少ない場合はガラス棒で内壁をこする。

(6) 再び吸引ろ過し、熱水で軽く水洗後、結晶を取り出し、乾いたろ紙にはさんで乾燥させる。結晶の形状、色はどうか。

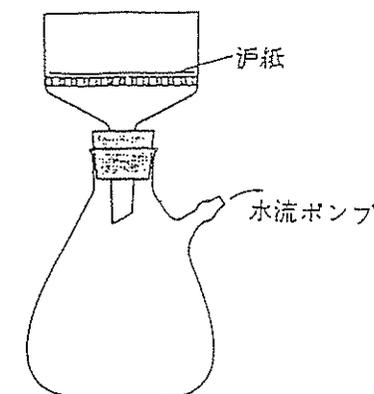
(7) 合成したアセチルサリチル酸のごく少量を試験管にとり、塩化鉄反応を試みよ。
紫色が認められるようなら、精製が不十分である。

(8) 合成したアセチルサリチル酸のごく少量に希硫酸 $6\text{M}\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$ を数滴加えて加熱後、炭酸ナトリウム Na_2CO_3 で中和し、塩化鉄反応を試みよ。

（ Na_2CO_3 を加えすぎると、 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ の褐色沈殿ができてしまうので注意。
 CO_2 の発生が見られるうちは大丈夫。）

1. プフナー漏斗を用いた吸引ろ過 …… 生成物質の多い場合

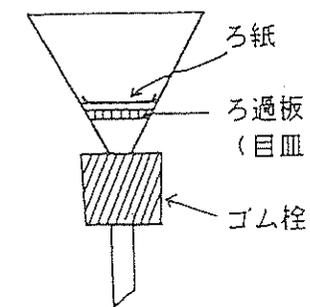
- ろ紙はプフナー漏斗の穴を完全に覆い、かつ内径よりもわずかに小さい大きさのものを用いる。
- まず少量の溶媒を注ぎ、軽く吸引してろ紙を密着させてから吸引ろ過を行なう。吸引びんは肉厚なので、熱い液を注ぐと割れやすいので注意すること。
- 一旦、吸引を弱めて溶媒少量をかけ、再び吸引して結晶を洗浄する。洗浄は一度に多量の溶媒で行なうよりも、少量ずつ何度も分けて行なう方が効果的である。
- 洗浄が終わったら吸引を止めて、ろ紙ごと結晶を取り出す。別の大きめのろ紙上に逆さまに置き、ろ紙だけをはがす。



2. 目皿漏斗を用いた吸引ろ過

生成した沈殿物質が極く少量である場合には、プフナー漏斗を用いると生成物質を集められなくなるので、目皿漏斗を用いて吸引ろ過を行う。

ろ紙は【図II】のように目皿よりやや大きめに切って用いる。また、漏斗の内側の目皿の当る部分はスリガラスになっている。



注意) アスピレーターは水道からはずさないこと。（破損防止のため）
漏斗部分をゴム栓ごとはずして洗浄する。