

## 実験 35. フェノールフタレインとフルオレセインの合成(脱水縮合)

### 1. フタル酸の性質

- (1) 試験管にフタル酸を少量とり、水 10 ml 程に溶かしてリトマス紙で液性を調べる。  
次に、炭酸水素ナトリウム  $\text{NaHCO}_3$  の粉末を少量加えてみる。
- (2) 別の 2 本の試験管にそれぞれ 0.1 g ほどのフタル酸をとり、加熱する。  
溶融したのち脱水され、無水フタル酸となる(試験管の中ほどに昇華した無水フタル酸が析出したら加熱をやめる)。冷ました後、昇華して付着している無水フタル酸をガラス棒で試験管内に落としてから、2、3 の実験に使用する。

### 2. フェノールフタレインの合成

- (1) 1 の(2)で作った無水フタル酸のうち 1 本に、溶融したフェノールを駒込ピペットで 3 滴取り、濃硫酸 conc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  を 2 滴加える。(入れ過ぎないように)
- (2) 小さな炎で「少しあたためては火から出し、ガラス棒でよくかき混ぜ」を繰り返し、深赤橙色になるまで 1、2 分間加熱する。  
炎が強過ぎたり、加熱したまま攪拌を続けていると黒くなつて失敗することがある。
- (3) 冷えたら約 5 ml の水を加えてガラス棒で攪拌し、別の試験管に半分程取って(この時、不溶物が混ざっていても良い)エタノールを 2 ml 程加えて溶かす。
- (4) (3) に 2M-NaOH を少しずつ加えていってみよ。(溶液が着色するまで)
- (5) 次いで 6M-HCl で酸性にしてみよ。

### 3. フルオレセインの合成

- (1) 1 の(2)で作ったもう 1 本の無水フタル酸の入った試験管に 0.1 g のレゾルシンを入れ、2 滴の濃硫酸 conc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  を加えて、2 分間、小さな炎の上でガラス棒でかき混ぜながら、おだやかに加熱する。(2-(2)と同じ要領で)
- (2) 冷えてから 5 ml の水を加えて攪拌せよ。ここでの生成物がフルオレセインである。
- (3) 2M-NaOH 約 2 ml を加えてアルカリ性にしてみよ。
- (4) 別の試験管に水を半分程入れ、(3)のフルオレセインの水酸化ナトリウム溶液を 1 滴落としてみよ。さらに HCl で酸性にもしてみよ。

《後始末》こびりついた固体が落ちない時は、NaOHaq.を加えてあたためると溶ける。