

実験 36. アセトアニリドとアセチルサリチル酸の合成(アセチル化)

1. アセトアニリドの合成

- (1) アニリン 約 2 ml を乾いた 50 ml ピーカーにとり、無水酢酸 約 3 ml を少しづつ加え(発熱する為)てよく攪拌し、3~4分間放置する。
- (2) アセトアニリドの粗結晶が析出したら、30 ml の水を加えて十分に攪拌する。さらに結晶が析出するだろう。
- (3) 吸引ろ過し(参考資料:吸引ろ過の方法を参照)、2~3回水洗したのち、結晶を 200 ml ピーカーに入れる。
- (4) これに純水 100 ml を加え、90°C くらいまで加熱し、結晶を完全に溶解させる。
- (5) ピーカーを教卓に用意してある氷水で冷却し、アセトアニリドを再結晶させる。溶液が室温ほどに冷えたら、吸引ろ過し、2~3回水洗し、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。
(結晶が析出しにくい時は、ガラス棒でピーカーの内壁をこする。)
- (6) 生成物のさらし粉反応を試みる。(黄色いだけなら精製されている)
※注. 精製したアセトアニリドは、実験 37 で使うので回収保存しておく。

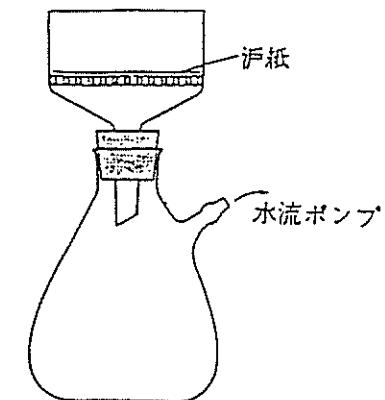
2. アセチルサリチル酸(アスピリン)の合成

- (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 1 g を乾いた試験管にとり、無水酢酸 約 2 ml を加えた後、濃硫酸 conc. H_2SO_4 を 3 滴加えてよく振り溶かす。
(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、結晶をピーカーに移し、水 50 ml 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 6M- H_2SO_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。)

《参考資料: 吸引ろ過の方法》

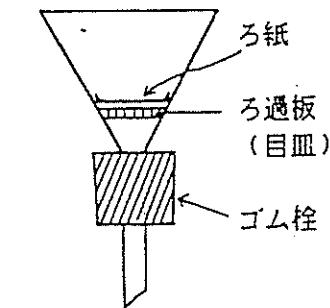
1. ブフナー漏斗を用いた吸引ろ過 …… 生成物質の多い場合

- ① ろ紙はブ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。
- ② 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。
- ③ 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。
- ④ 洗浄が終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、ブ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。