

アスピリンの合成～収率をあげる条件は～

熊本県立宇土高等学校

要旨

アスピリン(アセチルサリチル酸)を合成し、収集量を量る。その後、合成したアスピリンを滴定をする。アスピリンの収率に差が出るのかを調べ、どのようにすれば収率が上がるのかを目標に研究を行う。その結果、アスピリンの合成の収集量に差が生じたため、これは加熱時と冷却時の水温に問題があると考えられるため、水温などの条件を変えて行いたい。

1. 目的

アスピリンの収率は同じ条件下であっても収率に差が出ることを知り、なぜ収率に差が出るのかを調べようと思った。そして、どうすれば収率が上がるのかを目標に研究を行う。

2. 方法

アスピリン(アセチルサリチル酸)の合成

1. サリチル酸3.0gをきっちりとはかりとり、100mLの三角フラスコに入れる。
2. 無水酢酸を6.0mLとリン酸4～8滴三角フラスコに加え、三角フラスコを振って中がよく混ざるようにする。
3. 15分間程度三角フラスコをお湯につけて、溶液を80–100℃に温める。
4. 2mLの冷水を、無水酢酸の分解が完了するまで1滴ずつ加える。その後、40mLの水を加え、溶液を氷水浴で冷やす。結晶が出てこないときは、三角フラスコの壁を攪拌棒でこすり、結晶化を促す。
5. ろ過に使用するろ紙の重量を量る。ブフナー漏斗を用い吸引ろ過で固体をろ過する。
約5℃の氷水を数mL用いて結晶を洗う。
6. 再結晶のため、10mLのエタノールを用いて結晶をビーカーに溶かし入れ、続いて25mLの温水を加える。
7. 時計皿をビーカーの上にかぶせる。結晶化が始まったら、ビーカーを氷水浴に入れて再結晶を完結させる。
8. ステップ5と同様な操作で吸引ろ過を行う。
9. 生成物とろ紙を時計皿上に置き、100℃のオーブン中で1時間程度乾燥させる。その後、重量を量る。

アセチルサリチル酸を定量する

1. 250mL三角フラスコ中でアスピリン0.50gを15mLのエタノールに溶解する。
2. 0.50mol/LのNaOH水溶液を20mL加える。
3. 加水分解反応を加速するため、三角フラスコ中に沸石を2～3個入れ、水浴中で時々攪拌しながらサンプルを15分間程度加熱する。
4. サンプルを室温まで冷やし、三角フラスコ中に2-4滴のフェノールフタレイン指示薬を加える。もし溶液が無色ならば、0.50mol/L NaOH水溶液を5mL加え、ステップ3とステップ4を繰り返す。
5. 加えた0.50mol/L NaOH溶液の量を記録する。
6. 0.30mol/L HCl溶液を、溶液のピンク色が消えて濁るまで

滴下し、溶液中の過剰の塩基を滴定する。

7. 加えた0.30mol/L HCl溶液の量を記録する。

3. 結果

アスピリン(アセチルサリチル酸)の収集量

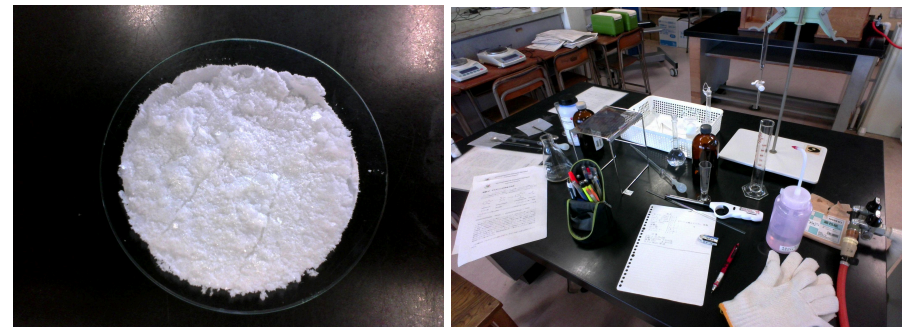
1回目:1.480g 2回目:0.922g
3回目:1.848g 4回目:1.143g

3回目に合成したアスピリンの滴定

(0.50mol/LのNaOH溶液20mL)

塩酸	1回目	2回目	3回目
滴定前の目盛	3.50	17.32	30.65
滴定後の目盛	17.11	30.52	43.70
滴下量 (mL)	13.61	13.20	13.05

アスピリンの収率	71%	72%	73%
----------	-----	-----	-----



4. 考察

アスピリンの合成は、一回一回の収集量が大きく異なっている。それは、再結晶の際の冷水の温度や冷却する時間によって変わるのではないかと考える。今後は、冷やす時間や温度を変えて研究を行いたい。

5. 感想

アスピリンの合成は、一回一回の収集量に差があるため、リン酸をどれだけ加えるか、どれだけ冷やせばいいのかなど、方法で曖昧になっている点の条件を変えて調べたい。

6. 参考文献

第43回化学オリンピック準備問題

<https://icho.csi.jp/43/pre/P34.pdf>

アスピリンの定量 逆滴定 解説

<https://e-rec123.jp/e-REC/contents/105/2.html>