

2012/7/10

マイクロスケール実験テキスト

# 実験9: The microscale synthesis of aspirin

中央大学工学部応用化学科  
分光化学システム研究室

# 実験の目的

- ◆ 今回の実験では代表的な消炎鎮痛剤の一つであるアスピリン(アセチルサリチル酸)の合成を行い、有機合成の基本操作の一つであるアセチル化の方法を学ぶ。

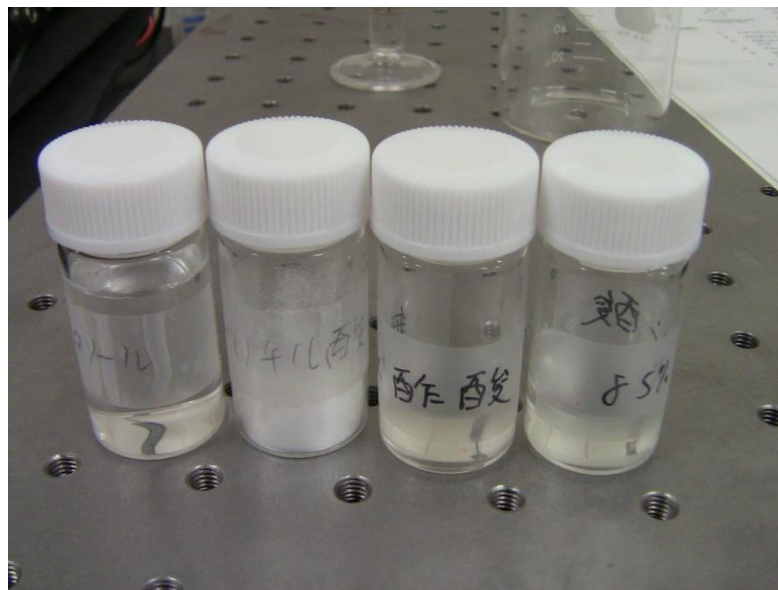
# 実験器具・試薬

## 器具

1. ウォーターバス
2. 氷浴
3. ガラス攪拌棒
4. ティッシュ
5. 試験管
6. メスシリンダー
7. ビーカー
8. 薬さじ
9. スパチュラ

## 試薬類

1. サリチル酸
2. 無水酢酸
3. 85%リン酸
4. エタノール



# 実験手順 その1-1

1. 50mLビーカーに半分ほど水を入れ、ホットプレートで約80°Cに温めた。(Fig.1-1)
2. 0.2320 gのサリチル酸を試験管に入れた。(Fig.1-2)
3. 無水酢酸25滴と85%リン酸を1滴加えた。(Fig.1-3)
4. サリチル酸を溶解させるため、15分間湯浴加熱した。



Fig.1-1



Fig.1-2

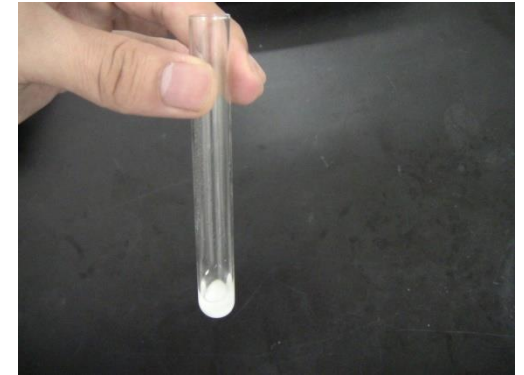


Fig.1-3

# 実験手順 その1-2

5.  $1.5\text{cm}^3$ の水を加え、室温になるまで放冷した。(Fig.1-4)
6. 10分近く冷却したにもかかわらず、溶液がわずかに白濁しただけで、ろ過には至らなかった。(Fig.1-5)



Fig.1-4

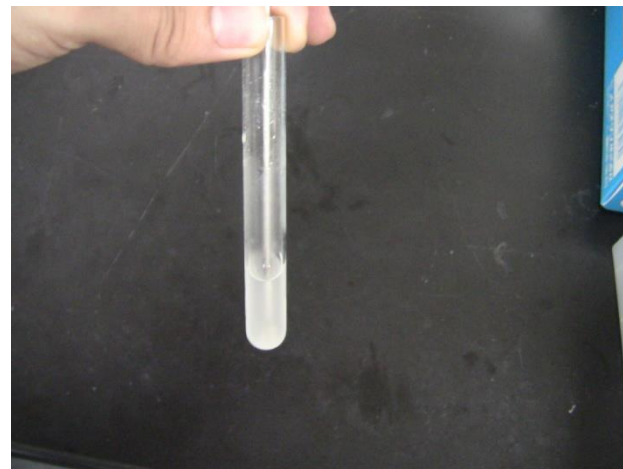


Fig.1-5



# 実験手順 その2-1

サリチル酸を倍に、無水酢酸を80%に減らして再度実験を行った。

1. 50mLビーカーに半分ほど水を入れ、ホットプレートで約100°Cに温めた。
2. 0.4 g[0.0028mol]のサリチル酸を試験管に入れた。
3. 無水酢酸20[0.0052mol]滴と85%リン酸を1滴加えた。(Fig.2-1)
4. サリチル酸を溶解させるため、5分間湯浴加熱した。(Fig.2-2)
5. 5分で溶解したので、水1.5mLを加え室温になるまで放冷した。(Fig.2-3)

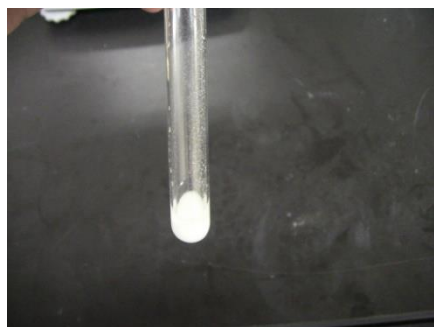


Fig.2-1



Fig.2-2

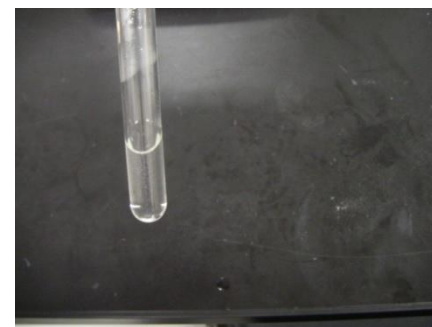


Fig.2-3

# 実験手順 その2-2

6. 氷冷中は何も析出しなかったが、スパチュラで激しく攪拌すると白色沈殿が析出した。(Fig.2-4)
7. ティッシュで水分を除去し、収量0.63g、収率125%の白色結晶を得た。
8. この結晶を $0.7\text{cm}^3$ のエタノールに溶かし、 $2\text{cm}^3$ のイオン交換水で再結晶を行った。(Fig.2-5)
7. 再びティッシュで水分を除去し、収量0.2679g、収率53.6%の白色結晶を得た。(Fig.2-6)



Fig.2-4

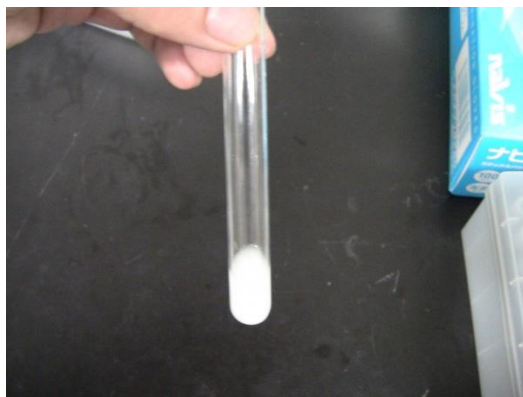


Fig.2-5



Fig.2-6