

フェノール類とサリチル酸のエステル

・実験目的

フェノール類の性質を調べ、芳香族アルコールと比較する。フェノール類であると同時に芳香族カルボン酸であるサリチル酸から、二種類のエステルを合成し、生成物の官能基を調べる。

・実験準備

試薬：フェノール，クレゾール，サリチル酸，ベンジルアルコール，90%メタノール，1%塩化鉄()水溶液，3M水酸化ナトリウム水溶液，メタノール，濃硫酸，飽和炭酸水素ナトリウム水溶液，無水酢酸，臭化カリウム

器具：試験管，目盛り試験管，薬サジ，ビーカー，万能pH試験紙，沸騰石，金網，ガスバーナー，駒込ピペット，三角フラスコ，ガラス棒，ろ紙，ロート，臭化カリウム錠剤成形プレート，ガラス乳鉢

・実験方法

<実験1> フェノール類と芳香族アルコール

4本の試験管に，フェノール，クレゾール，サリチル酸，ベンジルアルコールを，液体なら1ml，固体なら薬サジ(小)1杯をとり，その各々に90%メタノールを5mlずつ加えてよく振り，溶かす。(完全に溶けなくてもよい)

でつかった溶液をガラス棒を用いて万能pH試験紙につけ，各々の溶液のpHを測定する。

の4本の試験管に1%塩化鉄()水溶液を数滴ずつ加え変化の様子を観察する。

4本の試験管に，フェノール，クレゾール，サリチル酸，ベンジルアルコールを，液体なら1ml，固体なら薬サジ(小)1杯をとり，水5mlを加えてよく振り，水溶性を調べる。

の試験管に3M水酸化ナトリウム水溶液を加え，変化の様子を観察する。

<実験2> サリチル酸メチルの合成

乾いた試験管にサリチル酸1g，メタノール6mlを取り，濃硫酸1mlをゆっくり加える。沸騰石2~3粒を加えて，金網越しにガスバーナーで穏やかに加熱する。サリチル酸が溶けて試験管内の溶液が透明になったのち，さらに加熱を続けると白濁する。白濁したら加熱をやめて放冷する。

の試験管内の溶液を，水を入れたビーカーにあけるとビーカーの底に油状物ができる。上部の水を捨てて，生成した油状物を駒込ピペットを用いて別の試験管に移す。

の試験管に，飽和炭酸水素ナトリウム水溶液を，よく振り混ぜながら泡が出なくなるまで加える。その後炭酸水素ナトリウム水溶液を流して捨て，得られた生成物の臭いを嗅ぐ。

の生成物の一部を別の試験管に移し，水5mlと1%塩化鉄()水溶液を2~3滴加えて変化の様子を観察する。

< 実験 3 > アセチルサリチル酸の合成

乾いた三角フラスコに、サリチル酸3gと無水酢酸6mlを取り、よく混合しながら濃硫酸0.3mlを加えてかき混ぜる。サリチル酸が溶けて無色透明の溶液ができたなら、三角フラスコを静置する。しばらくすると結晶が析出する。(なかなか結晶が析出しないときは、ガラス棒で三角フラスコの底や内壁をこすると良い。)

の三角フラスコに水50mlを加えて、ガラス棒で結晶を崩しながらその一部をろ過する。ろ過によって得られた結晶に冷水を吹きつけ数回洗浄する。結晶を乾いたろ紙にはさんで水分を除き、乾燥させる。

で得られた結晶の少量を試験管に取り、水5mlを加えてよく振って溶かし、1%塩化鉄()水溶液を2~3滴加えて変化の様子を観察する。(注：本来ならば得られた結晶を再結晶してからこの実験を行うべきである。)

で得られた結晶の少量を試験管に取り、水5mlを加えて加熱溶解させる。そこへ飽和炭酸水素ナトリウム水溶液3mlを加えて変化の様子を観察する。

< 実験 4 > 有機合成と機器分析

ガラス乳鉢に、< 実験 3 > によって得られた結晶をマイクロパーテル1/10杯位取り、臭化カリウムの結晶(最小のもの)1粒を加えて手早くすりつぶす。

臭化カリウム錠剤成形プレートの上に穴をあけた黒いラシャ紙をのせ、その穴に で得られた混合物を入れ、薄く広げる。臭化カリウム錠剤成形プレートのふたを閉じて万力で強くはさみつけて固め、臭化カリウム錠剤をつくる。

でつくった臭化カリウム錠剤を赤外線分光器(以下IRと記す)にかけて、赤外線吸収スペクトル(以下IRスペクトルと記す)をとる。

で得られたIRスペクトルを、すでに得られているサリチル酸、アセチルサリチル酸のIRスペクトルと比較する。

・ 実験結果

< 実験 1 > フェノール類と芳香族アルコール(以下の表にまとめよ。)

	pH	FeCl ₃ との反応	水溶性	NaOHとの反応
フェノール				
クレゾール				
サリチル酸				
ベンジルアルコール				

< 実験 2 > サリチル酸メチルの合成

生成物の色, 臭い

塩化鉄()水溶液による呈色

< 実験 3 > アセチルサリチル酸の合成

生成物の色

塩化鉄()による呈色

炭酸水素ナトリウムとの反応

< 実験 4 > 有機合成と機器分析

得られた IR スペクトルのチャートを添付せよ。

・ 考察

< 実験 1 > フェノール類と芳香族アルコール

- ・ 使用した薬品をフェノール類と芳香族アルコールに分類して構造式を記せ。

フェノール類

芳香族アルコール

--

--

- ・ フェノール類と芳香族アルコールの性質の違いをまとめよ。

--

- ・ フェノール類と芳香族アルコールの性質の違いはどのようにして生じるのか。

--

- ・ 実験に使用したフェノール類と水酸化ナトリウムとの反応を構造式を用いた化学反応式で表せ。

--

< 実験 2 > サリチル酸メチルの合成

サリチル酸とメタノールとの反応の化学反応式を構造式を用いて表せ。

--

- ・ 反応の際に濃硫酸を加えるのはなぜか。

--

飽和炭酸水素ナトリウム水溶液を加えるのはなぜか。

--

- ・ の反応によって得られた溶液と飽和炭酸水素ナトリウム水溶液との反応の化学反応式を構造式を用いて表せ。

得られた油状物がフェノール類か否か，塩化鉄()の呈色から判断せよ。

< 実験 3 > アセチルサリチル酸の合成

サリチル酸と無水酢酸との反応の化学反応式を構造式を用いて表せ。

- ・ 反応の際に濃硫酸を加えるのはなぜか。また酢酸ではなく無水酢酸を用いるのはなぜか。

得られた結晶がフェノール類か否か，塩化鉄()の呈色から判断せよ。

結晶と炭酸水素ナトリウムとの反応から判断して，この化合物の持つ官能基は何か。また炭酸水素ナトリウムとの反応の化学反応式を記せ。

< 実験 4 > 有機合成と機器分析

- ・ 得られた I R スペクトルの主な吸収帯の帰属をせよ。(I R スペクトルのチャートに記入せよ。)
- ・ I R スペクトルの主な吸収帯の帰属結果(およびすでに得られているサリチル酸とアセチルサリチル酸の I R スペクトルとの比較)と塩化鉄()水溶液による呈色反応や炭酸水素ナトリウムとの反応の結果から，< 実験 3 > で得られた物質は何であると思われるか。

- ・ 反省と感想