

# 薬の合成

2536 山本 哲平 2531 三尾 拓磨 2617 鈴木 朝陽 2638 山口 啓佑

## 要旨

安息香酸を様々な方法で合成しようと考え、トルエン、ベンジルアルコール、ベンズアルデヒドから安息香酸の合成を行い、合成した安息香酸の収率を比較した。結果は、トルエン 19.4%、ベンジルアルコール 17.0%、ベンズアルデヒド 20.9%となり、作業工程が少ないものの収率がよかった。

次に市販薬の主成分である、アセトアミノフェンの合成をする実験を行った。合成過程である p-アミノフェノールを得た。

## 1. 目的

様々な合成方法のある安息香酸を合成し、収率を比較する。

市販の風邪薬の主成分であるアセトアミノフェンをフェノールから合成する。

## 2. 仮説

最も単純な実験過程かつ安息香酸と構造の似ているベンズアルデヒドの合成効率が低い。

## 3. 安息香酸の合成実験

### 3-1. 用いた器具・試薬

#### (1) 用いた器具

#### [1] トルエンから安息香酸を合成する実験

- ・ナス型フラスコ      ・空気冷却器
- ・オイルバス      ・吸引ビン
- ・ロータリーエバポレーター
- ・ビフネルロート
- ・ろ紙      ・蒸発皿
- ・ガスバーナー      ・点火用ライター
- ・三脚      ・ビーカー (50ml 100ml)



図1 ロータリーエバポレーター



図2 オイルバス

#### [2] ベンジルアルコールから合成する実験

- ・ビーカー
- ・ろ紙      ・ろうと
- ・ろうと台      ・ガラス棒
- ・TLC プレート
- ・ガラス版

#### [3] ベンズアルデヒドから合成する実験

- ・シャーレ

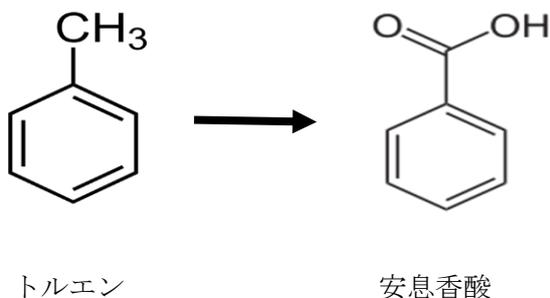
#### (2) 用いた試薬

- [1] トルエン, 過マンガン酸カリウム, 塩酸 (1mol/L), 純水
- [2] ベンジルアルコール, 過マンガン酸カリウム, 塩酸 (1mol/L), 炭酸ナトリウム
- [3] ベンズアルデヒド

### 3-2. 実験の手順

#### [1] トルエンから合成する実験

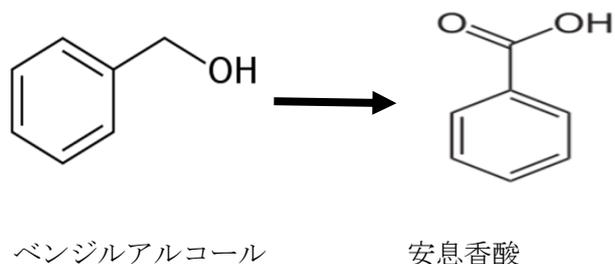
1. 粉末過マンガン酸カリウム 3.5g をナス型フラスコに移し、純水 75ml を加え加熱溶解する。
2. トルエン 1.3ml を加え空気冷却器をつけてオイルで5時間加熱する。
3. 吸引ろ過する。ろ紙に残ったものは捨て、ろ液は蒸発皿に移す。
4. 液量が 10ml になるまで加熱濃縮する。
5. 液を放冷し吸引ろ過する。ろ紙上のは純水少量を加え、吸引ろ過し、ろ紙上に残ったものは捨てる。
6. ろ液が 5ml 程度になるまで加熱濃縮する。
7. 塩酸 (1mol/L) を滴下する。
8. 結晶に冷水を少量加え、再び吸引ろ過する。
9. ろ液は捨て、結晶は純水 2ml 加え、加熱溶解する。
10. 吸引ろ過する。ろ紙上のは捨てるろ液は冷却し、結晶を析出させる。
11. ろ液を吸引ろ過し、ろ液は捨てる。結晶は冷水を少量加え、吸引ろ過する。
12. ろ液を捨て結晶を採取する。



#### [2] ベンジルアルコールから合成する実験

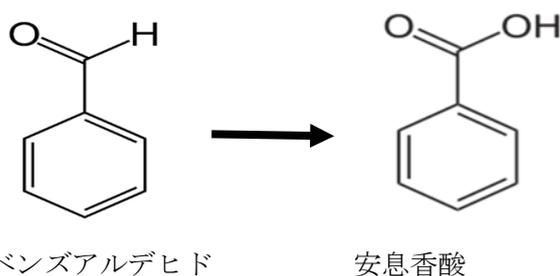
1. 100ml ビーカーに過マンガン酸カリウム 1.0g と炭酸ナトリウム 0.3g をとり、純水を 2.0ml 加える。
2. 1 にベンジルアルコール 1.0ml を加えて振り混ぜる。
3. 10 分程度振り混ぜた後、溶液をろ過する。
4. 反応で用いたビーカーに純水を加え、その水をろ紙上に注いで粘性のある沈殿を洗う。
5. ろ液に塩酸 (1mol/L) 10ml を加える。

6. 溶液ろ過し、ビーカーに純水を加えその水をろ紙上に注いで、沈殿を洗う。



#### [3] ベンズアルデヒドから合成する実験

1. シャーレにベンズアルデヒド 5.08g をとる。
2. 自然酸化させる。



### 3-3. 結果

#### [1] トルエンから合成する実験

トルエン 1.3ml から安息香酸 0.29g を得た。

#### [2] ベンジルアルコールから合成する実験

ベンジルアルコール 1.0ml から安息香酸 0.2g を得た。

#### [3] ベンズアルデヒドから合成する実験

ベンズアルデヒド 5.08ml から安息香酸 0.45g を得た。

出発物質	収率 (%)
トルエン	19.4
ベンジルアルコール	17.0
ベンズアルデヒド	20.9

#### 収率の求め方

トルエン

$$0.8669[\text{g/ml}] \times 1.3[\text{ml}] = 1.12697[\text{g}]$$

$$1.12697[\text{g}] \div 92.14[\text{g/mol}] \div 0.0122[\text{mol}]$$

安息香酸

$$0.29[\text{g}] \div 122.12[\text{g/mol}] \div 0.00237[\text{mol}]$$

収率

$$0.00237[\text{mol}] \div 0.0122[\text{mol}] \approx 0.194$$

$$0.194 \times 100 = 19.4[\%]$$

ベンジルアルコールとベンズアルデヒドも同様

### 3-4. 考察

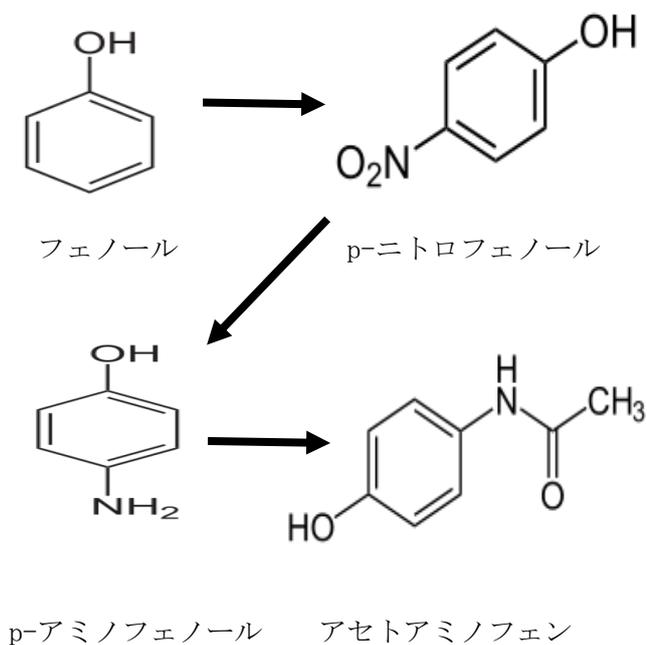
どの物質も収率に違いはあまりなかった。

ベンズアルデヒドが最も収率が高かったのは、実験過程が少なく、安息香酸ではない物質が合成されていないことが考えられる。また、酸化させる際に不純物が入ってしまった可能性が考えられる。

## 4. アセトアミノフェンの合成

### 4-1. 合成計画

下図のように、フェノールを出発物質として p-ニトロフェノールから p-アミノフェノールを経て、アセトアミノフェンを合成する。



### 4-2. 用いた器具・試薬

#### (1) 用いた器具

・試験管 ・ビーカー 300ml 2個 1L 1個

#### (2) 用いた試薬

・フェノール ・ヘキサン ・酢酸エチル  
・濃硝酸 ・濃硫酸

### 4-3. 実験の手順

1. 濃硝酸 2ml をとり、濃硫酸 2ml を混ぜながら加える。
2. 別の試験官にフェノール 2ml をとり、1 の液体を数滴ずつ加え、振り混ぜる。
3. 振り混ぜながら、50℃～60℃で 6～7 分加熱する。
4. 純水 50ml を入れた 100ml ビーカーの中に、3 の液体を混ぜながら入れる。
5. 4 の液体を分液ろうとに入れ、ヘキサンを加えて抽出する。(抽出液 1)
6. 残液に酢酸エチルを加えて抽出する。(抽出液 2)
7. 6 とフェノールを薄層クロマトグラフィーで確認する。

### 4-4. 結果

実験で合成したものをフェノールと薄層クロマトグラフィーで比較すると、物質が変化したことが確認できた。

色の違う 2 つの物質が確認できた。

### 4-5. 考察

合成したものは 2 つに分離したことから p-ニトロフェノールと o-ニトロフェノールが合成されたと考えられる。

## 5. p-アミノフェノールの合成

### 5-1. 用いた器具・試薬

#### (1) 用いた器具

・三角フラスコ ・ピペット  
・ガスバーナー ・蒸発皿  
・ビーカー

#### (2) 用いた物質

・p-ニトロフェノール ・スズ ・濃塩酸  
・水酸化ナトリウム ・ジエチルエーテル

## 5-2. 実験の手順

1. p-ニトロフェノール 1g にスズ 3g、塩酸 5ml を均一になるまで攪拌した。
2. 1 を三角フラスコに移し、水酸化ナトリウム 6mol/ml を加える。
3. そこへジエチルエーテル 10ml 加え、三角フラスコをよく振り、上澄み液をピペットでとる。
4. 蒸発皿に移し、ジエチルエーテルを蒸発させる。
5. 4 を p-ニトロフェノールと薄層クロマトグラフィで比較する。

## 5-3. 結果

合成したものと p-ニトロフェノールを薄層クロマトグラフィで比較すると、物質が変化したことが確認できた。

## 6. 今後の展望

実験で得られた p-アミノフェノールをアセチル化してアセトアミノフェンを得る。合成した物質とアセトアミノフェンが主成分の市販薬を薄層クロマトグラフィで比較し、一致するか確認する。

## 7. 謝辞

薬の合成の実験および本論文の作成を行うに関して様々な面で協力してくださった中島先生をはじめとした化学の先生方、ありがとうございました。

## 8. 参考文献

[www.toray-sf.or.jp/activity/science\\_edu/h15\\_06.pdf](http://www.toray-sf.or.jp/activity/science_edu/h15_06.pdf)

[www.chem.kindai.ac.jp/kaken/study/0/stdata/05st22.html](http://www.chem.kindai.ac.jp/kaken/study/0/stdata/05st22.html)

<http://www.osaka-kyoiku.ac.jp/~hiroakio/2008/08ko-137.html>