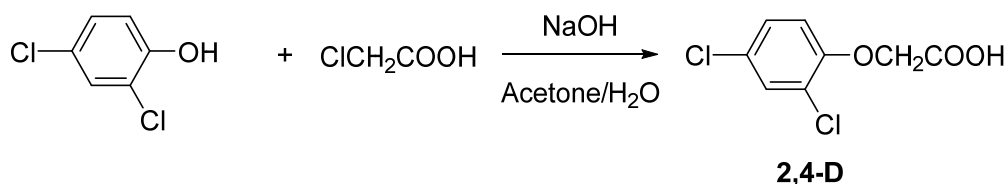


実験課題 P2. 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸の合成と純度の評価

2,4-ジクロロフェノキシ酢酸 (2,4-D) は、広葉樹の雑草を駆除するために使用される浸透性除草剤であり、実験室での植物研究においても頻繁に使用される合成オーキシンでもある。2,4-D は古くから広範囲で使用されているため、環境への影響に関して最もよく研究されている除草剤の一つである。通常、2,4-D は指示書き通りに使用すれば人の健康や環境に害を及ぼすことはない。

近年、2,4-D の合成と応用に中国の多くの科学者が注目している。この課題では、2,4-ジクロロフェノールと 2-クロロ酢酸を原料として 2,4-D を合成し、酸塩基滴定により純度を評価する。



Acetone: アセトン

試薬

化学式	名称	状態	GHS 危険有害性情報
C ₆ H ₄ Cl ₂ O	2,4-ジクロロフェノール (教員から提供される)	固体	H302, H311, H314
C ₂ H ₃ ClO ₂	2-クロロ酢酸 (教員から提供される)	液体	H301, H311, H314, H318, H335
HCl	塩酸 (1 mol L ⁻¹)	水溶液	H301, H314, H318
NaOH	水酸化ナトリウム水溶液 (8 mol L ⁻¹)	水溶液	H290, H314, H318
C ₃ H ₆ O	アセトン	液体	H225, H316, H319, H336
NaOH	水酸化ナトリウム標準溶液 (0.1 mol L ⁻¹)	水溶液	H290, H314, H318
HCl	塩酸標準溶液	水溶液	H301, H314, H318

	(0.1 mol L ⁻¹)		
C ₂₀ H ₁₄ O ₄	フェノールフタレイン (PP) (0.2%エタノール溶液)	エタノール 溶液	H225, H319
Na ₂ CO ₃	無水炭酸ナトリウム	固体	H303, H319
C ₁₄ H ₁₄ N ₃ NaO ₃ S	メチルオレンジ (MO) (0.1%水溶液)	水溶液	危険性なし
H ₂ O	蒸留水	液体	危険性なし

器具・装置

保護メガネ	1 個
スタンド	1 本
三口丸底フラスコ (100 mL)	1 個
平栓	3 個
温度計(150 °C)	1 個
冷却管	1 本
ブフナーロート	1 個
ガラス棒	1 個
ハサミ	1 個
天秤 (0.01 g の精度)	1 台
天秤 (0.1 mg の精度)	1 台
スパチュラ	2 本
ビーカー (250 mL)	2 本
マグネチックスターラーと回転子	1 つずつ
スポイト	1 本
ゴム製ブロアー (天秤の周りにこぼれた試薬を吹き飛ばすためのゴム球)	1 個
メスシリンダー (25 mL)	1 個
時計皿	1 枚
氷浴	1 個
吸引ビン	1 個
アスピレーター	1 個
三角フラスコ (250 mL)	3 個
テフロンコック付きビュレット (50 mL)	2 本
ビュレットスタンド	1 台
ホールピペット (25 mL)	1 本
ピペッター	1 個

秤量瓶 (25 × 25 mm)	3 個
赤外線ランプ (800 W)	1 台

その他の消耗品

pH 試験紙

ろ紙

薬包紙

実験手順

I. 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸の合成

1. 三口フラスコ (100 mL) に 2-クロロ酢酸 4.8 mL (80 mmol) を加え (この操作は教員に依頼すること)、さらにアセトン 20 mL、NaOH 水溶液 20 mL (8 mol L^{-1}) を加えて室温下で 5 分間攪拌する。
2. 13.0 g の 2,4-ジクロロフェノール (80 mmol) を反応容器に加え (この操作は教員に依頼すること)、90 °C で 1 時間攪拌する。
3. 反応液をビーカー (250 mL) に注ぎ、pH が 3~4 になるまで塩酸 (1 mol L^{-1}) を滴下する。
4. 氷浴で溶液を冷却し固体を析出させる。
5. 固体を吸引ろ過で回収し、蒸留水 (5 mL×2) で生成物を洗浄する。
6. 赤外線ランプを当てながら 15 分間乾燥させ、生成物を秤量する。

II. NaOH 標準溶液の較正

7. 三角フラスコ (250 mL) にフタル酸水素カリウム 0.4~0.6 g を「風袋差し引き」で正確に量り、蒸留水 50 mL を加える。

(訳注: decrement method を「風袋差し引き」と訳した。容器の質量を量り、試料を入れて質量を量り、その差を試料の質量とする方法。薬包紙や秤量瓶などで試料を直接量ったときに、吸湿や器壁への付着などで正確な値が得られないことを防ぐためである。)

- フタル酸水素カリウムが完全に溶解した後、PP を 2 滴加え、NaOH 標準溶液で終点まで滴定する。この滴定を 3 回繰り返す、NaOH 標準溶液の濃度を算出する。

III. HCl 標準溶液の較正

- 三角フラスコ (250 mL) に 0.20~0.25 g の無水炭酸ナトリウムを「風袋差し引き」で正確に量り、30 mL の蒸留水を加える。
- 炭酸ナトリウムが完全に溶解した後、MO を 2 滴加え、HCl 標準溶液で終点まで滴定する。この滴定を 3 回繰り返す、HCl 標準溶液の濃度を算出する。

IV. 生成物の純度分析

- 三角フラスコに 0.25~0.30 g の生成物を「風袋差し引き」で正確に量り、25.00 mL の NaOH 標準溶液を加えて 1 分間振り混ぜる。2 滴の PP を加え、HCl 標準溶液で終点まで滴定する。この滴定を 3 回繰り返す。

問題

- 操作 I における副反応を反応式で書け。
- I-6 の実験結果に基づいて収率を計算せよ。
- 生成物の純度を計算せよ。
- 生成物を直接 NaOH 標準溶液で滴定できないのはなぜか。
- 手順 11 で MO ではなく PP が指示薬として使われているのはなぜか。