

有色の有機化合物の分離実験

6年B組 竹内 華保

6年D組 大山 喜千

指導教員 松浦 紀之

1. 概要

高校化学では、芳香族有機化合物を混合したジエチルエーテル溶液から、芳香族化合物が持つ官能基の違いを利用することで、物質を分離することができることを学んだ。そこで、芳香族化合物として色素を用いて分離実験を行い、変化の様子を観察した。その結果、色素を用いているため分離の様子が容易に判別でき、溶液の色の変化とともに分離を確認することができた。

2. はじめに

化学の有機化合物の授業では、複数の芳香族化合物を混合したジエチルエーテル溶液から、芳香族化合物に含まれる官能基が持つ性質の違いを利用することで、物質の分離が可能であることを学んだ¹⁾。染料として用いられる物質には、芳香族化合物からなるものが多く、これらは酸性や塩基性の置換基を持っている場合が多い²⁾。そこで、それぞれの色素の構造式から判別が容易な色素を調べ、有機化合物の分離実験に利用できないか検討した。

3. 実験1：色素の溶解性

3.1 使用した色素

アグテン（動物用医薬品でマラカイトグリーンを含む）、クリアデント（歯垢染色錠でローズベンガルを含む）、*p*-ヒドロキシアゾベンゼン（合成した）（図1）

3.2 実験と結果

(1)*p*-ヒドロキシアゾベンゼンの合成

100 mL ビーカーにアニリン 1.0 mL と 6.0 mol/L の塩酸 20 mL を入れてよく混ぜた。このビーカーを氷水で冷やしながら、

1.0 mol/L 亜硝酸ナトリウム水溶液 10 mL を加えて攪拌した。このとき溶液は、黄褐色になった（A液）。次に、300 mL ビーカーにフェノール 1.0 mL を入れ、これに 1.0 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液 50 mL を加えることでフェノールを溶かした（B液）。B液 5.0 mL を別のビーカーに移し、A液を 10 mL 入れると、赤橙色の沈殿が生じた。

(2)*p*-ヒドロキシアゾベンゼンの溶解性

操作(1)で合成した *p*-ヒドロキシアゾベンゼンを 50 mL ビーカーに移し、これにジエチルエーテル 20 mL を入れた。分液ロートに移して、振って分離させた後上澄み液を取り出した。

(3)マラカイトグリーンの溶解性

試験管にアグテン 1.0 mL と純水 1.0 mL を入れ、これにジエチルエーテルを 4.0 mL 入れると、水層とエーテル層とに分離した。そこに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液を 2.0 mL 入れてよく振ると、エーテル層が青色になった。

(4)ローズベンガルの溶解性

試験管に歯垢染色剤 1 錠を入れ、純水

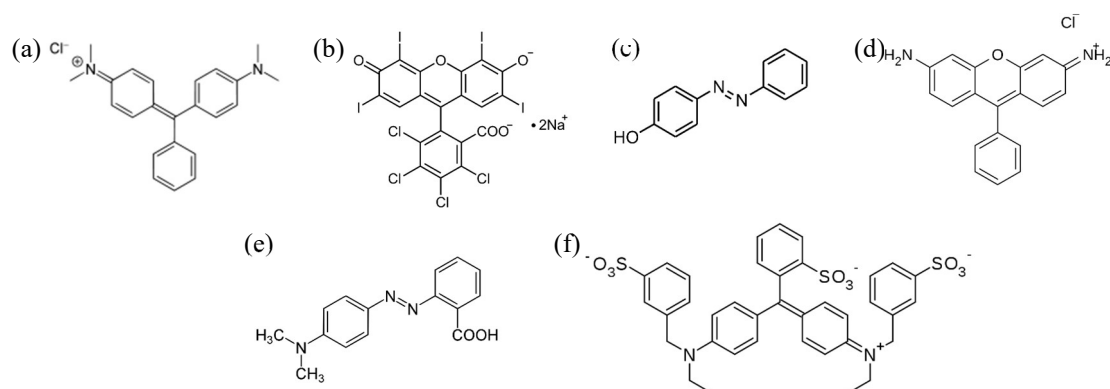


図 1. 実験に利用した色素の構造

(a)マラカイトグリーン, (b)ローズベンガル, (c)*p*-ヒドロキシアゾベンゼン,
(d)ローダミン 6GX, (e)メチルレッド, (f)ブリリアントブルーFCF

を入れて振り混ぜ色を溶かし出し、これにジエチルエーテル 4.0 mL 入れると、水層とエーテル層に分離した。そこに 0.1 mol/L 塩酸 2.0 mL 入れて振ると、エーテル層に赤色になった。

(5) 色素の混合と分離

操作(2), (3), (4)で得られたエーテル層をそれぞれ 2.0 mL ずつとって試験管に入れて混合させた。まず、0.1 mol/L 塩酸を 2.0 mL 入れて試験管を振り、静置すると水層が青色になった。これを別の試験管に移した。次に、混合溶液に 0.1 mol/L 炭酸水素ナトリウム水溶液 2.0 mL 入れて試験管を振り、静置すると水層が赤色になった。これを別の試験管に移した。次に、混合溶液に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液 2.0 mL 入れて試験管を振り、静置すると水層が黄色になった。これを別の試験管に移した。

3. 3 考察

初めのジエチルエーテルの混合溶液には *p*-ヒドロキシアゾベンゼン、マラカイトグリーン、ローズベンガルの 3 種類の色素が含まれている。混合溶液に塩酸を

加えると水層が青色になった。これは塩酸と色素を中和させたことでアニリンと同じ挙動を示すマラカイトグリーンが塩酸塩となって水層に移ったからである。次に、混合溶液に炭酸水素ナトリウム水溶液を加えると、水層が赤色になった。これは安息香酸と同じ挙動を示すローズベンガルがナトリウム塩になって水層に移ったからである。混合溶液に水酸化ナトリウム水溶液加えると、水層が黄色になった。これはフェノールと同じ挙動を示す *p*-ヒドロキシアゾベンゼンがナトリウム塩になって水層に移ったからである。

4. 実験 2 : 色素の酸や塩基との反応

4. 1 使用した色素

ローダミン 6GX, メチルレッド, *p*-ヒドロキシアゾベンゼン, ブリリアントブルーFCF

4. 2 実験

ローダミン 6GX, メチルレッド, ブリリアントブルーFCF の 1%水溶液をそれぞれ別の試験管に入れ、それぞれにジエチルエーテルを 4.0 mL 入れた。別の試験

管にジエチルエーテル 6.0 mL を入れ、これに *p*-ヒドロキシアゾベンゼンを入れて溶解させた。ローダミン 6GX を入れた試験管に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液、メチルレッド、ブリリアントブルーFCF を入れた試験管に 0.1 mol/L の塩酸をそれぞれ 2.0 mL ずつ入れた。各試験管のエーテル層から 3.0 mL ずつを取り出し、それぞれ別の試験管に移した。まず、これらの色素のジエチルエーテル溶液に 0.1 mol/L 塩酸、0.1 mol/L 炭酸水素ナトリウム水溶液、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液の順番で加え、水層の色を観察した。溶液を加えるときに、毎回水層を取り除いた。取り除いた水層のうち、塩酸を加えたときに色がついた水層には水酸化ナトリウム水溶液を加え、水酸化ナトリウム水溶液を加えたときに色がついた水層には塩酸を加え、色の変化を観察した。

4. 3 結果と考察

ローダミン 6GX を入れた試験管に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液、メチルレッド、ブリリアントブルーFCF を入れた試験管に 0.1 mol/L 塩酸をそれぞれ 2.0 mL ずつ入れたところ、ローダミン 6GX とメチルレッドのどちらもエーテル層が黄色に変化したが、ブリリアントブルーFCF はエーテル層に色は付かなかった。これはブリリアントブルーFCF の構造中のスルホ基から H^+ がはずれ負に帯電した $-SO_3^-$ となり、水に溶解しているためと考えた。それぞれのエーテル層に塩酸を加えたところ、ローダミン 6GX の試験管の水層は薄い赤色になった。ローダミン 6GX はベンゼン環に直接アミノ基 $-NH_2$ がついており、アニリンと同じ挙動を示すと

考えられる。水層が薄い赤色に呈色したのは、ローダミン 6GX が塩酸塩となって水層に移ったためである。移した水層に水酸化ナトリウム水溶液を加えると、はじめのローダミン 6GX の色である蛍光のピンク色に呈色した。残りのそれぞれのエーテル層に炭酸水素ナトリウム水溶液を加えると、メチルレッドを入れた試験管の水層が薄い黄色に呈色した。メチルレッドはベンゼン環に直接カルボキシ基 $-COOH$ が結合した構造を持っており、ローズベンガルと同じ挙動を示すと考えられる。よって、呈色されたのは、メチルレッドであり、これはナトリウム塩となって水層に移ったためである。またこのとき、*p*-ヒドロキシアゾベンゼンを入れた試験管の水層の色が移らなかったのは、フェノール類は炭酸よりも弱酸であるからである。移した水層に塩酸を加えると、はじめのメチルレッドの色である濃い赤色に呈色した。残りのそれぞれのエーテル層に水酸化ナトリウム水溶液を加えると、*p*-ヒドロキシアゾベンゼンを入れた試験管の水層が黄色に呈色した。(表 1)

5. 実験 3 : 混合した色素の分離実験

5. 1 使用した色素

ローダミン 6GX, メチルレッド, *p*-ヒドロキシアゾベンゼン

5. 2 操作

ローダミン 6GX, メチルレッドの水溶液をそれぞれ別の試験管に入れ、ジエチルエーテルを 4.0 mL ずつ入れた。別の試験管にジエチルエーテル 6.0 mL を入れ、そこへ *p*-ヒドロキシアゾベンゼンを入れて溶解させた。ローダミン 6GX を入れた

表 1. 色素を含んだエーテルに酸塩基を加えたあとの水層の色

(×…水層に色は移らなかった)

	ローダミン 6GX	メチルレッド	<i>p</i> -ヒドロキシ アゾベンゼン	ブリリアント ブルーFCF
塩 酸	薄い赤色	薄い赤色	×	×
NaHCO ₃ 水溶液	×	薄い黄色	×	×
NaOH 水溶液	×	×	黄色	×

試験管に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液, メチルレッド, *p*-ヒドロキシアゾベンゼンを入れた試験管に 0.1 mol/L 塩酸をそれぞれ 2.0 mL ずつ入れた。各試験管のエーテル層から 2.0 mL ずつを取り出し, 試験管に入れて混合溶液を作製した。そこに, 0.1 mol/L 塩酸を 2.0 mL 入れて, 分離した水層を別の試験管に移した。ここに, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液を 2.0 mL 入れた。残りのエーテル層に, 0.1 mol/L 炭酸水素ナトリウムを 2.0 mL 入れて, 分離した水層を別の試験管に移した。ここに, 0.1 mol/L 塩酸を 2.0 mL 入れた。

残りのエーテル層に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液を 2.0 mL 入れて, 分離した水層を別の試験管に移した。ここに, 0.1 mol/L 塩酸を 2.0 mL 入れた。

5. 3 結果と考察

ジエチルエーテルの混合溶液に塩酸を加えると, 薄いピンク色の水層ができた。この水層を取り出し, 水層に水酸化ナトリウム水溶液を加えるとはじめのローダミン 6GX の水溶液の色である蛍光のピンク色になった。よって, このとき分離された色素はローダミン 6GX である。残りのエーテル層に炭酸水素ナトリウム水溶液を加えると, 薄い黄色の水層ができた。この水層を取り出し水層に塩酸を加えると

はじめのメチルレッドの水溶液の色である濃い赤色になった。よって, このとき分離された色素はメチルレッドである。

さらに, 残りのエーテル層に水酸化ナトリウム水溶液を加えると黄色の水層ができた。エーテル混合溶液に含まれていた色素の組み合わせから考えて, このとき分離されたのは *p*-ヒドロキシアゾベンゼンのナトリウム塩である。

6. まとめ

実験で用いた色素は, 酸塩基指示薬であり, 水溶液の pH の違いにより色が異なる。化学の授業で学んだ「有機混合物の分離」を応用して, 実験を行った。色素の多くは芳香族化合物であり, 色素を用いて分離することで, 分離の様子が判別しやすいように工夫した。安息香酸, フェノール, アニリンと似た構造式を持つ色素を選び, 混合した。実験の結果, 溶液の色の変化とともに分離を明確に確認することができた。

7. 参考文献

- 1) 化学改訂版, 啓林館, pp.338-339.
- 2) 後飯塚由香里, 化学と教育, 2014, 62, 206.

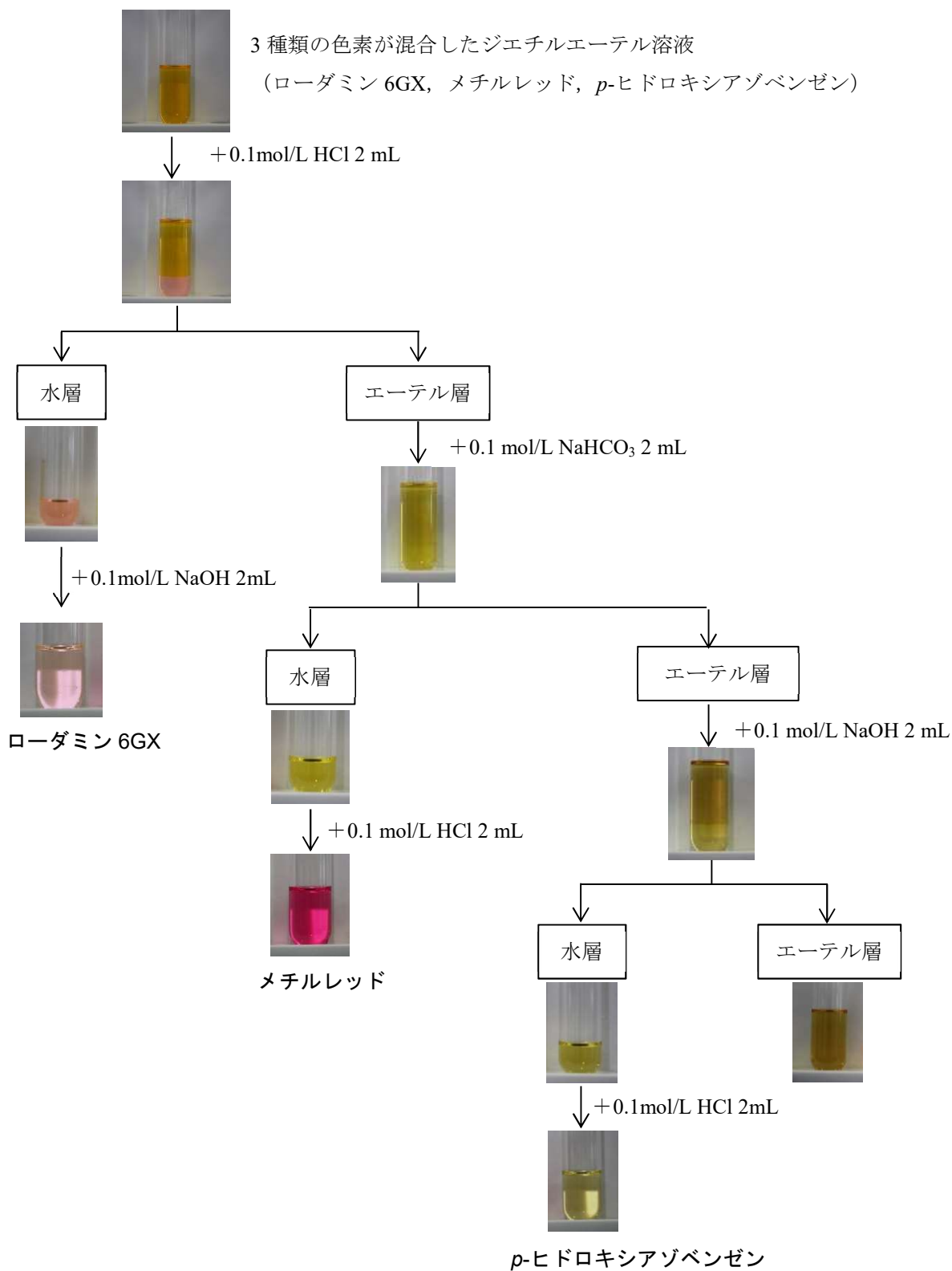


図 2. 混合した色素の分離実験