

プロトンタイプY型ゼオライトを用いた安全なエステル化の確立

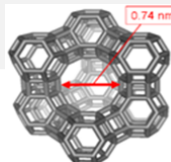
茨城県立日立第一高等学校 大貫 礼乃、木村 温佳、石川 海音、竹俣 楓



1. はじめに

○ゼオライト

- ✓洗剤や沸石などに用いられている。
- ✓主にケイ素、アルミニウムおよび酸素からなる結晶酸化物で、三次元の規則的な立体構造を形成している。
- ✓「**さわれる酸**」、「**丈夫な酸**」として知られている。
- ✓酸触媒作用や脱水作用、イオン交換作用などを持つ。
- ✓酸触媒の働きを持ったゼオライトを、「**プロトンタイプY型ゼオライト**」という。
- ✓細孔を持ち、その大きさは直径0.74nm。

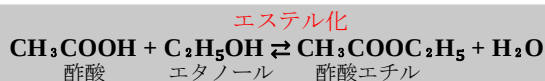


○これまでの研究より

- ゼオライトの細孔と反応物の大きさには関係がある。
- 炭素数の違う反応物を用いた。

○エステル化

- ✓酸とアルコールの縮合によってエステルが合成される可逆反応。



- ✓高校化学においてよく行われる実験である。
- ✓一般的にエステル化反応では、酸触媒作用と脱水作用をもつ濃硫酸が使われている。
- ✓濃硫酸は**強酸**。
- ✓濃硫酸は、**人体への危険性が極めて高い**。

より安全なエステル化を実現させるため、酸触媒として「濃硫酸」の代わりに「プロトンタイプY型ゼオライト」を用いたエステル化の確立を目的とした。

2. 実験方法

今回は、酢酸エチル、プロピオン酸エチル、プロピオン酸プロピルを合成した。

- ①各カルボン酸10mL、各アルコール20mL、濃硫酸3mLを丸底フラスコに加え、40分間加熱還流を行い、その後常温になるまで放置した。
- ②反応後の溶液に10%炭酸水素ナトリウム水溶液を十分に加え、ヘキサンを加えて分液し、各エステルを抽出した。
- ③同様に、各カルボン酸10mL、各アルコール20mL、水を取り除くために5分間マイクロ波を照射したゼオライト0.5gを丸底フラスコに加え、40分間加熱還流を行った。
- ④常温になるまで放置した後、超音波洗浄機にかけ、ろ過を行いゼオライトを取り除いた。そして、溶液に炭酸水素ナトリウム水溶液とヘキサンを加えて分液し、各エステルを抽出した。
- ⑤これらの反応試料をGC-MSで測定を行った。ただし、溶媒はヘキサンを用いた。

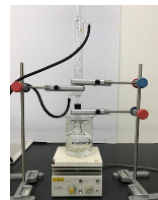


写真1：加熱還流装置

3. 実験結果

※測定条件：カラム温度100℃、気化室温度150℃、測定量2μL

(i) 酢酸エチル (分子量:89)

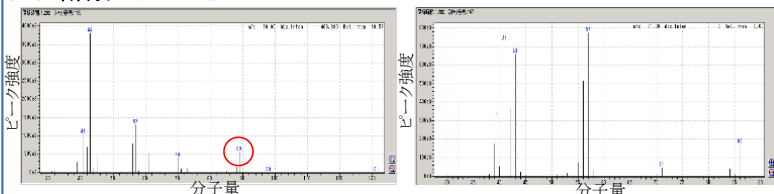


図1 GC-MS測定結果(濃硫酸)

図2 GC-MS測定結果(ゼオライト)

図1、2より、濃硫酸を用いた場合は酢酸エチルは合成されたが、ゼオライトを用いた場合は、酢酸エチルは合成されなかった。

(ii) プロピオン酸エチル (分子量:102)

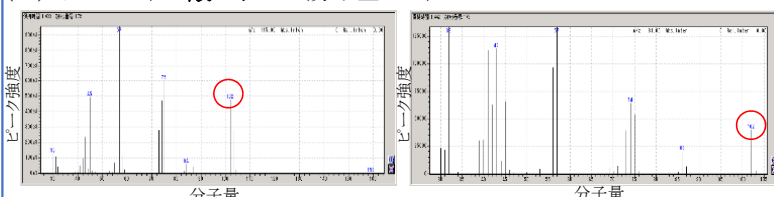


図3 GC-MS測定結果(濃硫酸)

図4 GC-MS測定結果(ゼオライト)

図3、4より、濃硫酸、ゼオライトを用いた場合、どちらもプロピオン酸エチルが合成された。

(iii) プロピオン酸プロピル (分子量:117)

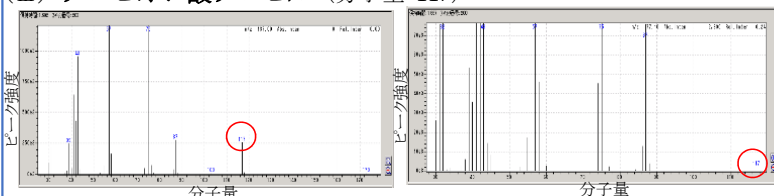


図5 GC-MS測定結果(濃硫酸)

図6 GC-MS測定結果(ゼオライト)

図5、6より、濃硫酸、ゼオライトを用いた場合、どちらもプロピオン酸プロピルが合成された。

4. 考察

研究結果より、酸触媒としてゼオライトを用いた場合でも、濃硫酸を用いた場合と同様にエステルが確認できたため、エステル化の実験においてゼオライトを用いることが可能であると考えられる。

物質名	大きさ (nm)
酢酸	0.34
エタノール	0.45
酢酸エチル	0.45
プロピオン酸	0.54
プロパノール	0.54
プロピオン酸エチル	0.54
プロピオン酸プロピル	0.63

表1 今回用いた各物質の大きさ

また、今回の実験ではゼオライトの細孔の大きさ0.74nmに入ることができる、炭素数の異なったエステルの生成を試みたが、炭素数が最大のプロピオン酸プロピルも合成できた。しかし、炭素数の1番小さい酢酸エチルが合成されなかった一因として、生成から測定までの間に蒸発してしまったことが考えられる。

5. 今後の予定

図2の実験でゼオライトを用いた時の酢酸エチルの合成が確認できなかったため、実験方法を改善してもう一度実験を行いたい。また、他のカルボン酸やアルコールを用いたエステル合成においても、濃硫酸の代わりに酸触媒としてゼオライトが機能するか研究したい。

6. 謝辞

今回、GC-MS測定にあたって、茨城大学工学部物質科学工学科、福元 博基教授に測定装置をお借りし、分析にご協力いただきました。この場をお借りして御礼申し上げます。

7. 参考文献

- 1.村山 泰暉 山口 悟
サリチル酸メタノール系における安全なサリチル酸メチルの合成
- 2.スクエア 最新図説化学. 第一学習社. 2020年. 239p
- 3.桑原 峻一郎 小林 宣 藤崎 元晴
エステル合成における酸触媒の比較