

# 아스피린의 합성 예비보고서

서울대학교 전기정보공학부 2018-12432 박정현\*  
(Dated: 실험일자: 10/31/2023)

본 실험에서는 아스피린과 무수아세트산을 반응하여 아스피린을 합성하고 재결정 정제화를 통해 불순물을 제거하여 의약품의 제조과정, 에스터화 반응, 그리고 정제화에 대한 이해도를 높인다.

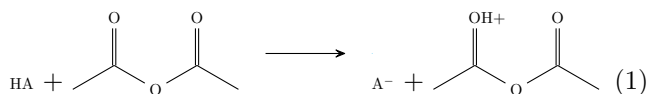
## I. INTROUDCTION

### A. 실험 배경 및 목적

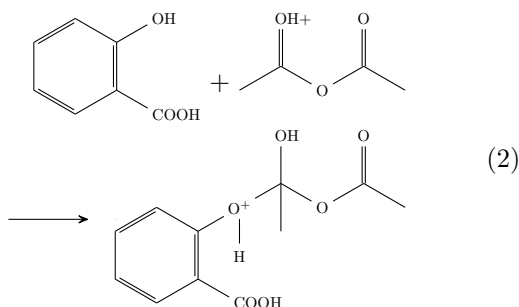
아스피린은 합성 의약품 중 가장 성공적인 약물이다. 값싼 살리실산의 알코올기를 에스터화 반응시키면 아스피린을 합성할 수 있다. 하지만 이렇게 만들어진 아스피린은 불순물을 포함하므로 재결정을 통해 정제한 후 사용해야 한다. 본 실험에서는 아스피린을 합성한 후 순도와 수득률을 계산하여 화학반응을 통해 만들어지는 의약품에 대한 이해도를 높인다.[1]

### B. 살리실산과 무수아세트산 반응

아세트산  $\text{CH}_3(\text{COOH})$ 과 살리실산( $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})\text{COOH}$ )이 반응하면 가수분해되어  $\text{H}_2\text{O}$ 가 생성되므로 수득률을 높이기 위해 무수아세트산을 사용한다. 무수 아세트산과 산이 반응하면 아래와 같다.

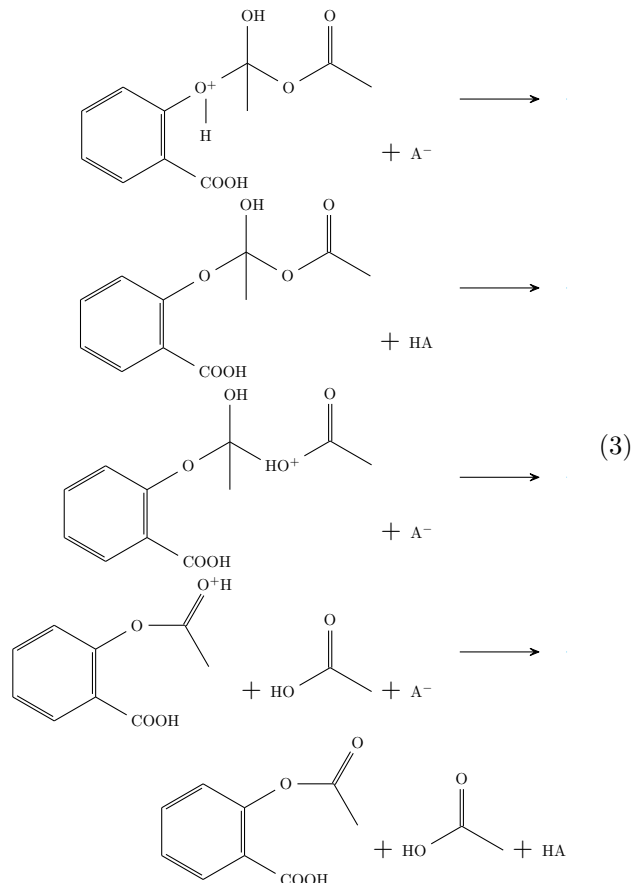


산에 의해 +를 띠는 무수아세트산 이온이 살리실산과 반응하면 아래와 같아진다.



살리실산과 무수아세트산 화합물이 에스터화 하는 과정

은 아래와 같다.



따라서 산을 인가하면 무수아세트산 이온의 농도를 높여 더 빠른 에스터 반응을 일으킬 수 있다. 즉, 산은 에스터화 반응의 촉매로서 작용한다.[2]

### C. 재결정 정제화

더 순수한 아스피린을 얻기 위해 재결정 정제화를 이용할 수 있다. 재결정 정제화는 온도에 따른 용해도가 달라짐을 이용한다. 고온에서 정제할 물질을 완전히 녹인 뒤 온도가 낮아짐에 따라 순수한 결정이 생기는 현상을 이용한다. 이때 solvent의 극성에 따라 녹는 물질과 녹지 않는 물질이 생길 수 있다. 따라서 두 개 이상의 mixed solvent를 사용할 수 있으며 대표적으로 어느 정도 극성 분자들을 녹일 수 있는 diethyl ether, 그리고 극성 분자를 녹일 수 있는 petroleum ether를 섞어서 solvent로 이용할 수 있다. 두개의 solvent 모두 끓는점이 30 40°C로 유사하므로 아스피린을 정제하는데 적절하다.[3]

\* alexist@snu.ac.kr

## II. EXPERIMENTAL

### A. 실험 과정

물증탕에 필요한 장비, 클램프, 눈금 실린더, 저울, 인산 (85%), 삼각 플라스크, 에터, 유리막대, 비커, 얼음, 살리실산, 가열기, 아세트산, 에틸 에터, 스탠드, 감압 거름 장치, 녹는점 측정 장비, 온도계, 거름종이를 준비한다. 미리 물증탕을 위해 가열한 후 삼각플라스크에 살리실산 2.5g과 아세트산 무수물 3mL를 넣는다. 이후에 물증탕하면서 인산을 투입하고  $75^{\circ}\text{C}$ 에서 15분 가열한다. 이후에 증류수 2mL를 투입하면서 남아있는 물질을 분해시킨다. 증기가 나타나지 않을때 증류수 20mL를 넣고  $10\sim 20^{\circ}\text{C}$ 까지 냉각한다. 그리고 침전이 발생하지 않을 때는 플라스크를 얼음으로 냉각시킨 후 유리막대로 플라스크 안쪽을 긁어준다. 오븐에서 건조된 거름종이이에 침전을 감압여과기로 거르고 5mL의 냉각수로 씻어준다. 아스피린을  $120^{\circ}\text{C}$  5분간 건조시킨 뒤 무게를 측정한다. 1g을 15mL 다이에틸 에터와 함께 삼각 플라스크에 담고  $50^{\circ}\text{C}$ 에서 물증탕한다. 녹지 않는 물질은 다이에틸 에터를 더 투입하여 녹인다. 에터 15mL를 가한 뒤 얼음물에 담군다. 이 때 용액을 섞지 않도록 주의한다. 하얀 바늘 형태의 결정을 거르고 에터로 씻고 건조한다. 이후에 수득률을 계산한 뒤 결정의 녹는 점을 측정한다.

### B. 유의 사항

실험 도중 휘발성이 강한 유기용매를 사용하고 냄새가 강하므로 항상 후드를 가까이 하고 실험을 수행하고 플라스크

표면이 뜨거우니 가열된 플라스크를 잡을 때는 목장갑을 꼭 착용해야함에 유의한다. 또한 삼각 플라스크를 이용할 때 내용물을 흘리지 않도록 주의하고 보안경 및 실험복을 착용해야함에 유의한다. 또한 거름 종이의 질량, 그리고 실험 도중 측정해야 하는 질량을 측정해야 함에 유의한다. 그리고 공용 용액은 오염시키지 않도록 한다.

## III. REFERENCE

- [1] 김. (2010, August 1). 아스피린의 합성. In *일반화학 실험* (1th ed., p.p. 203-204).
- [2] Smith, J. (2010, January 8). Carboxylic Acids and Their Derivatives—Nucleophilic Acyl Substitution. In *Organic Chemistry* (3rd ed., pp. 838–852). McGraw-Hill Education.
- [3] Armarego, W., & Chai, C. (2009, July 23). COMMON PHYSICAL TECHNIQUES USED IN PURIFICATION. In *Purification of Laboratory Chemicals* (5th ed., pp. 14–37). Butterworth-Heinemann.