

2023/10/31 PM 1:00-3:00 실험수행
기민준 3028
2018-12432 전기과 박종현

화학실험2

아스피린의 합성

✓ 실험방법

- 목기멸 (80~90°C)
- 살리실산 2.5g, 아세트산 무수물 3mL, 85% 인산 3~4방울은 상각플라스크에 투입.
- 10~15분 가열 후 증류수 2mL 투입하여 아세트산 무수물 분해
- 아세트산 증기 발생 → 물증탕에서 꺼내 증류수 20mL 투입 후 냉각
- 10mm filter paper 무게 측정 후 감압 여과기로 2회 정제
- 100mm의 filter paper 무게 측정 후 완전히 10방울 건조
- 건조 후 무게 측정, 이후 1g을 상각플라스크에 넣고 15mL diethyl ether와 50°C 물증탕
- 녹으면 15mL petroleum ether를 플라스크 벽면으로 천천히 가하고 저지 않고 얼음물에 담근다.
- white needle crystal을 무게 측정 후 10mm paper에 넣고 감압 여과기로 여과, 그 후 무게 측정한 100mm paper에
- 물로 2번에 걸쳐 10방울 건조
- 건조 후 무게 측정 후 녹은점 측정

✓ 결과

살리실산 : $2498 - 56 = 2442\text{mg}$, 무수아세트산 2mL, 인산 4방울

→ 가열 10분 후 탁한 액상 (하양) → 식어주니 사라지고 투명해짐 → 증기 ↑, 실험배수

→ 2mL 증류수 투입 후 냉각 X

20mL 증류수 투입 후 많이 탁해짐

냉각 후 더 탁해지고 하얀 슬라지가 됨.

10mm f.p : 0.35g | 측정된 아스피린 증량 기량 : 3.98g

100mm f.p : 0.90g

$$\Rightarrow 3.98 - 0.35 - 0.90 = 2.73\text{g}$$

→ 1000mg (정확히) 재결정 정제화

10mm f.p 0.32g | 최종 아스피린 기량 : 0.08g 0.08g

100mm f.p 1.11g | 녹은점 : 137.5°C

2.442g

$$\text{살리실산 몰수} : \frac{2.442\text{g}}{138.12\text{g/mol}} = \frac{1.77654 \times 10^{-2}\text{mol}}{1.77654 \times 10^{-2}\text{mol}} \approx 1.76803 \times 10^{-2}\text{mol} = x$$

$$\text{아스피린 몰수} : 2.73\text{g} \times \frac{0.08\text{g}}{18} \times \frac{1}{180.152\text{g/mol}} = 1.21221 \times 10^{-2}\text{mol} = y$$

$$\Rightarrow \text{Yield} = \frac{y}{x} = 6.86\%$$