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. 값 싼 살리실산의 알코올기를 에스터화 반응시키면 아스피린을 합성할 수 있다. 하지만 이렇게 만들어진 아스피린은 불순물을 포함하므로 재결정을 통해 정제한 후 사용해야한다. 본 실험에서는 아스피린을 합성한 후 순도와 수득률을 계산하여 화학반응을 통해 만들어지는 의약품에 대한이해도를 높인다.[1]

B. 살리실산과 무수아세트산 반응

아세트산 $CH_3(COOH)$ 과 살리실산($C_6H_4(OH)COOH$) 이 반응하면 가수분해되어 H_2O 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

* alexist@snu.ac.kr

은 아래와 같다.

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

C. 재결정 정제화

II. EXPERIMENTAL

A. 실험 과정

물중탕에 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. 미리물중탕을 위해 가열한 후 삼각플라스크에 살리실산 2.5g과 아세트산 무수물 3mL를 넣는다. 이후에 물중탕하면서 인산을 투입하고 75°C에서 15분 가열한다. 이후에 증류수 2mL

를 투입하면서 남아있는 물질을 분해시킨다. 증기가 나타나지 않을때 증류수 20mL를 넣고 10 20°C까지 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°C 5분간 건조시킨 뒤무게를 측정한다. 1g을 15mL 다이에틸 에터와 함께 삼각플라스크에 담고 50°C에서 물중탕한다. 녹지 않는 물질은 다이에틸 에터를 더 투입하여 녹인다. 에터 15mL를 가한 뒤얼음물에 담군다. 이 때 용액을 섞지 않도록 주의한다. 하얀바늘 형태의 결정을 거르고 에터로 씻고 건조한다. 이후에 수득률을 계산한 뒤 결정의 녹는 점을 측정한다.

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

B. 유의 사항

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

III. REFERENCE

[1] 김. (2010, August 1). 아스피린의 합성. In *일반화학* 실험 (1th ed., p.p. 203-204).