

# 2023-2 화학실험

## 아스피린의 합성

---

조교 김민준

# Contents

- 1 이론적 배경
- 2 실험 방법
- 3 결과 보고서 작성
- 4 랩노트 작성
- 5 예비 보고서 작성

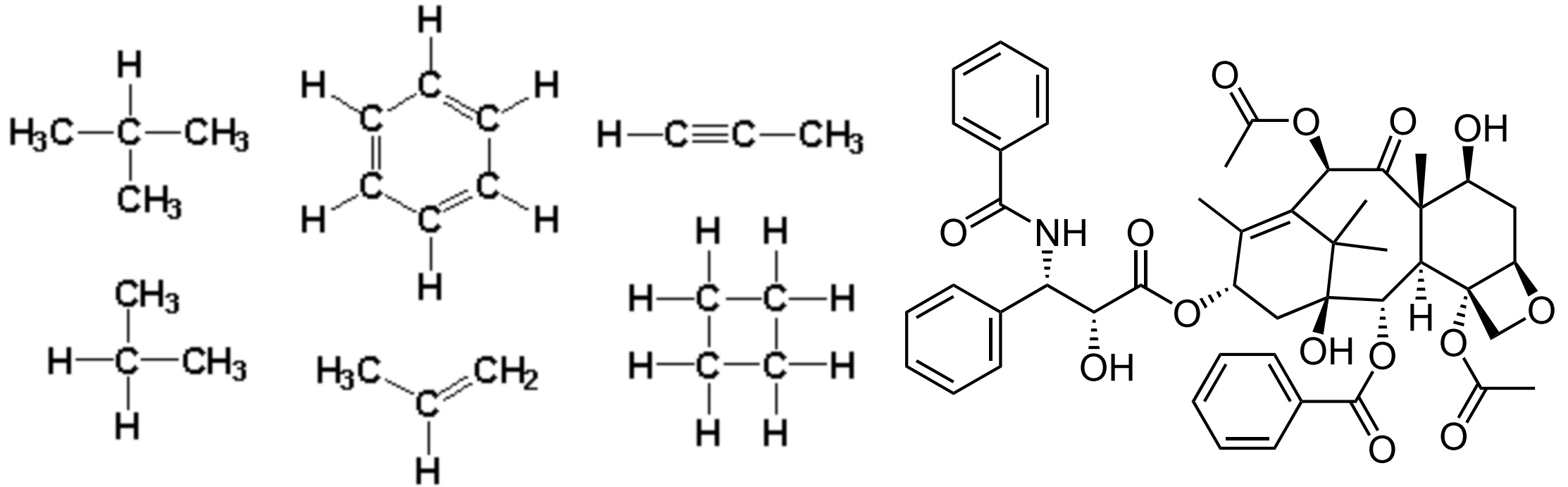


# 1

## 이론적 배경

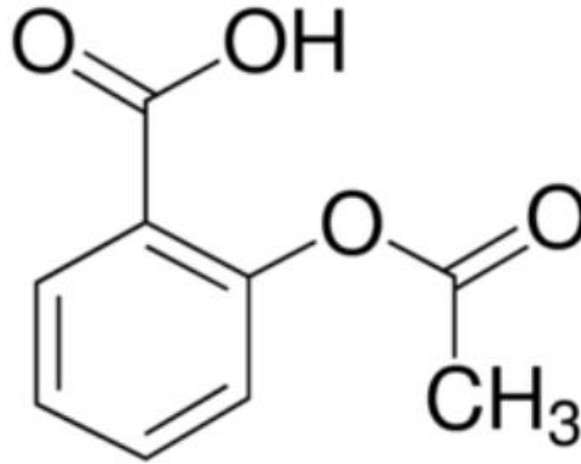
---

# 유기화합물

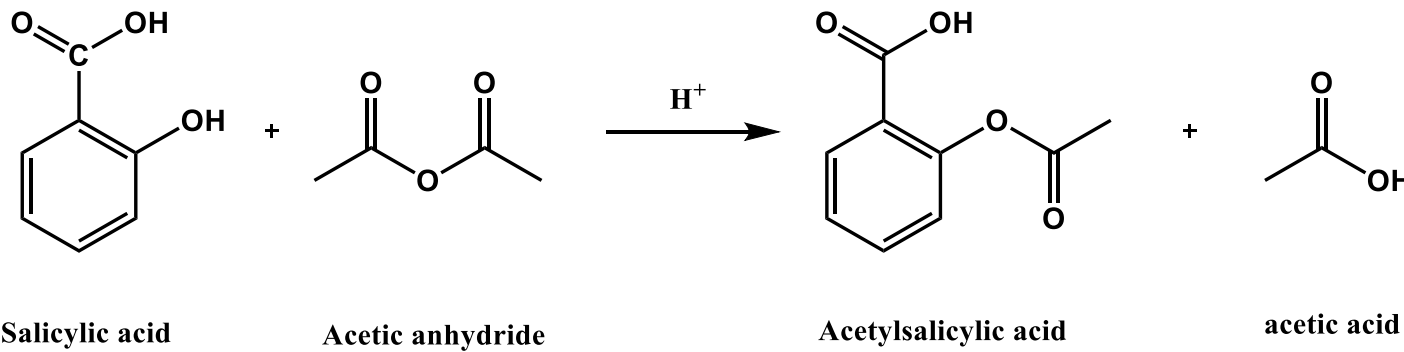


- 탄소와 수소를 기반으로 하는 탄화수소 사슬에 질소, 산소 등의 원자들이 결합된 화합물
- 쉽게 긴 사슬이나 고리화합물을 형성할 수 있음
- 제한된 종류의 원소들을 통해 아주 복잡한 구조를 형성할 수 있음

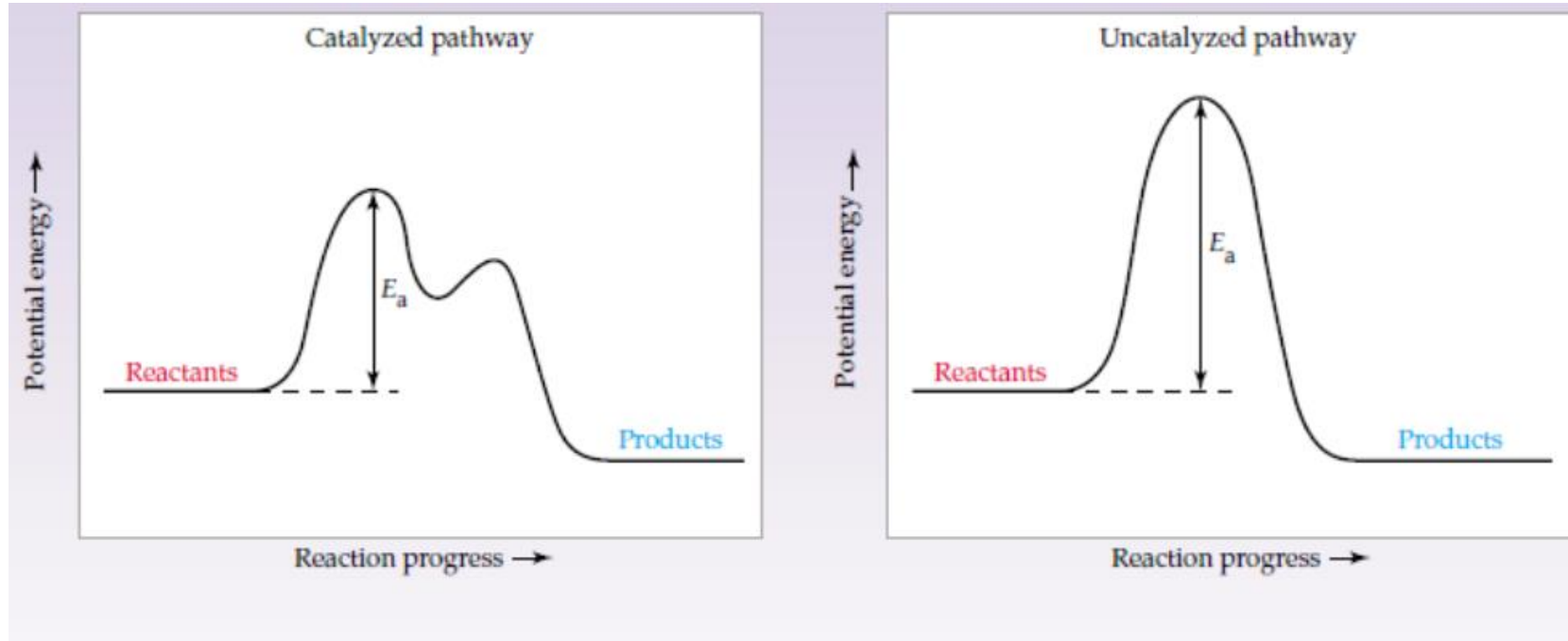
# 아스피린



- 최초로 합성된 해열/소염 진통제
- 아세틸 살리실산 (acetylsalicylic acid)



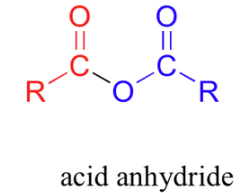
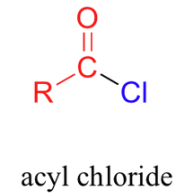
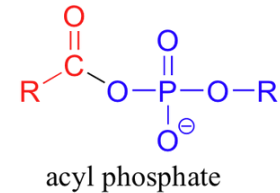
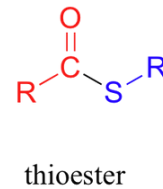
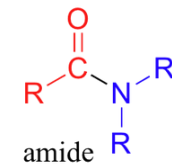
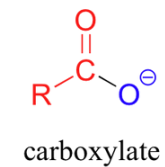
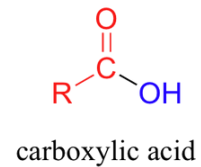
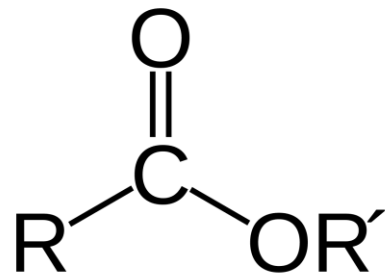
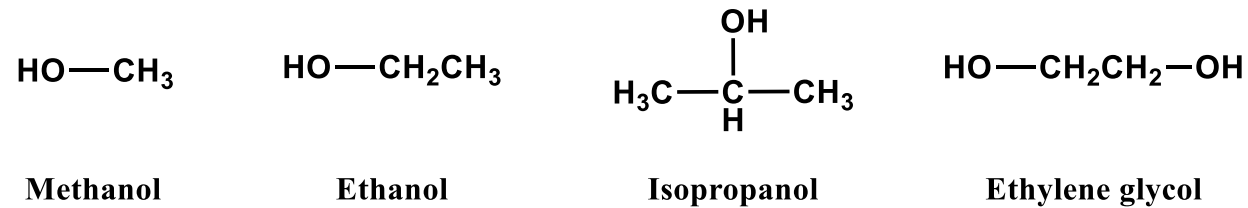
- 산 촉매 하에서 alcohol과 carboxylic acid의 esterification 반응으로 진행



- 활성화 에너지를 낮추는 방향으로 반응 경로를 바꿔 반응속도를 빠르게 함
- 반응물로 소모되지 않으므로 적은 당량만 사용

# 작용기

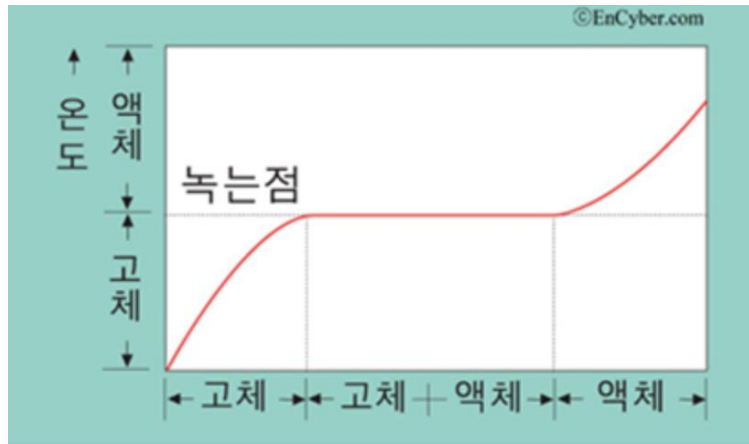
- 화합물의 반응적 특성이나 성질을 결정하는데 영향을 미치는 원자단 혹은 구조
- Example: hydroxyl group (-OH), carbonyl group (C=O), ester (-COOR), carboxylic acid (-COOH), ...



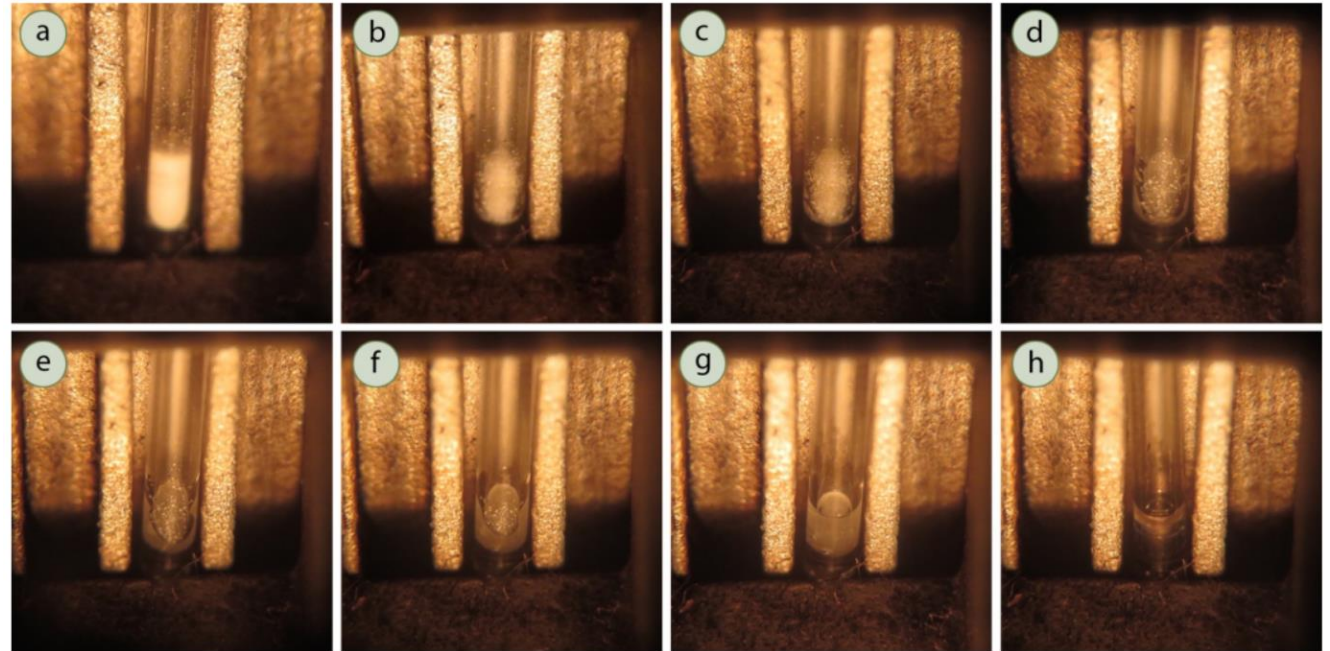


# 녹는점

- 고체에서 액체로 상변화가 일어나는 지점으로 화합물의 물리적인 성질 중 하나
- 간편하게 원하는 화합물임을 확인할 수 있는 방법



<물질의 가열곡선>





# 2

## 실험 방법

---

## 아스피린의 합성

1. 미리 물을 데운다.
2. 살리실산 2.5g과 아세트산 무수물 3mL를 건조된 50 mL 삼각 플라스크에 넣으면서 용기벽에 묻은 살리실산을 모두 씻어내고 물중탕으로 가열한다.
3. 가열하면서 85% 인산 3~4 방울을 촉매로 넣고 용액이 맑아질 때까지 80°C로 15 분 유지한다.
4. 증류수 2mL를 넣어 아세트산 무수물을 분해한다.
5. 아세트산 증기가 더 이상 발생하지 않으면 목장갑을 사용하여 플라스크를 물중탕에서 꺼내 증류수 20 mL를 넣고 실온까지 냉각한다.
6. 냉각시키며 침전이 생기는 것을 기다린다.

## 아스피린의 합성

7. 미리 오븐에 넣어 건조된 filter paper의 무게를 측정하고 생성된 침전을 감압 여과기로 걸러낸 후 5 mL의 증류수로 씻어낸다. 여과 시에 reaction mixture가 filter paper의 바깥쪽으로 벗어나지 않도록 가운데에 유리막대를 이용해 흘러보내도록 한다. (70 mm는 감압 여과시 사용, 100 mm는 오븐에서 건조 및 무게 측정용으로 사용)
8. 위 과정에서의 filtrate는 다시 2 번 반복하여 여과시킨다 (수득률 향상).
9. 여과된 아스피린을 120°C 오븐에서 10 분 이상 충분히 건조시키고 꺼내어 무게를 측정한다.
10. 이 중 1g 정도를 측정하여 기록하고 삼각 플라스크에 담는다.
11. 15 mL 가량 diethyl ether를 넣어 50°C 물중탕으로 가열하여 완전히 녹인다.
12. 15 mL의 petroleum ether를 플라스크 벽면으로 천천히 가하여 용액을 적지 말고 얼음물에 담가둔다.

## 아스피린의 합성

13. 시간이 지나 white needle crystal이 자라면 이것을 감압여과기로 여과하고 소량의 petroleum ether로 씻어 건조시킨다.
14. 질량을 재어 수득률을 계산하고, 결정의 녹는점을 측정한다.

## 실험시 유의사항

1. 산 특유의 쏘는 냄새가 강하게 나고, 휘발성이 강한 유기용매를 사용하므로 반드시 후드를 반응용기에 가까이 하여 실험할 것
2. 가지 달린 삼각 플라스크 내부의 용액을 꺼낼 때 가지 부분으로 용액을 흘리지 않도록 잡는 방향 조절
3. 실험 시 반드시 보안경 착용 및 실험복 단추 잠그기, 나이트릴 글러브 착용
4. **질량재는 것 잊지 말 것**
5. 공용으로 사용하는 용액을 **오염시키지 않도록 주의**
6. 잘 이해되지 않거나 헷갈리는 경우 망설이지 말고 **조교에게 질문**

# 3

## 결과보고서 작성

---

# 형식

- 분량 제한 없음
- 일반적인 보고서나 논문은 abstract – introduction - experimental section – results & discussion – conclusion – reference 의 형식으로 작성하나,
- 본 결과보고서의 경우 예비보고서의 내용을 **제외**한 **Results & Discussion – Assignments – Conclusion – References** 형식으로 작성할 것
  - ✓ Results & discussion 을 data & results 와 discussion으로 나누어 설명하여도 무방함 (형식 자유)
  - ✓ 앞의 abstract, intro, experimental section을 작성하여도 상관없으나, 예비보고서와 동일하게 작성하는 경우 **자기표절**임을 유의할 것
  - ✓ 자기표절 : 예비보고서/랩노트의 내용을 그대로 결과 보고서에 옮겨 적는 경우



# 결과처리

- 수득률의 계산 및 고찰
- 측정한 아스피린의 녹는점과 문헌값을 비교
- 각 실험 과정에 대한 고찰 및 개선점

$$Yield (\%) = 100\% \times \frac{\text{Moles of Reactant}}{\text{Moles of Product}}$$

## 과제 1(10점)

- 이번 실험에서 사용한 방법인 재결정 (recrystallization) 이란 무엇이고 왜 하는 것인지 (4 점),
- 대체할 수 있는 다른 방법들을 2가지 이상 원리를 포함하여 간단히 설명하여라 (6 점).

## 과제 2(10점)

- 이번 실험에서는 product의 녹는점을 측정하여 아스피린인지 아닌지 identification 하였다.
- 녹는점이 일치한 경우 이것이 확실하게 아스피린이라고 할 수 있는지 고찰하여라 (2 점).
- 그렇다면, 아스피린 (혹은 다른 유기화합들)을 확인할 수 있는 다른 방법들은 어떤 것이 있는지 대략적인 원리나 장단점을 포함하여 서술하여라 (개당 2 점).

## 과제 3(20점) – 대체과제

- (1) 이번 실험에 사용된 작용기(ester, alcohol, carboxylic acid)를 제외하고 5가지의 작용기에 대하여 특성과 합성방법에 대하여 기술하라(각 2 점).
- (2) 촉매의 종류와 상관 없이 촉매를 사용한 논문 혹은 서적을 2가지 읽고 각각에 대하여 간략히 요약하여 설명하여라 (reference에 포함시킬 것, 각 5 점).

# 4

## 랩노트 작성

---

- 특별한 형식 없이 필요한 내용이 포함되었는지 확인할 예정
- 예비보고서의 실험과정에 더하여 각 과정마다 추가되는 디테일한 것들을 기술 (10 점)
- 실험의 결과로 무엇을 얻었는지 혹은 관찰하였는지 등등 디테일하게 서술 (10 점)
  - ✓ 색 변화
  - ✓ 기포 발생
  - ✓ 측정된 수치
  - ✓ 크기나 모양, 부피, 질량의 변화

# 5

## 예비 보고서 작성

---



# 형식

- 실험목적 (3 점)
- 이론적 배경 (7 점)
- 시약/실험 절차 (7 점)
- 주의 사항 (3 점)
- 유사도가 지나치게 높은 경우 표절 여부 관계 없이 감점 예정

# Q&A

김민준

(jun4802@snu.ac.kr)

