

Exp4. 아스피린 합성과 순도 측정



아스피린의 합성





실험 목적

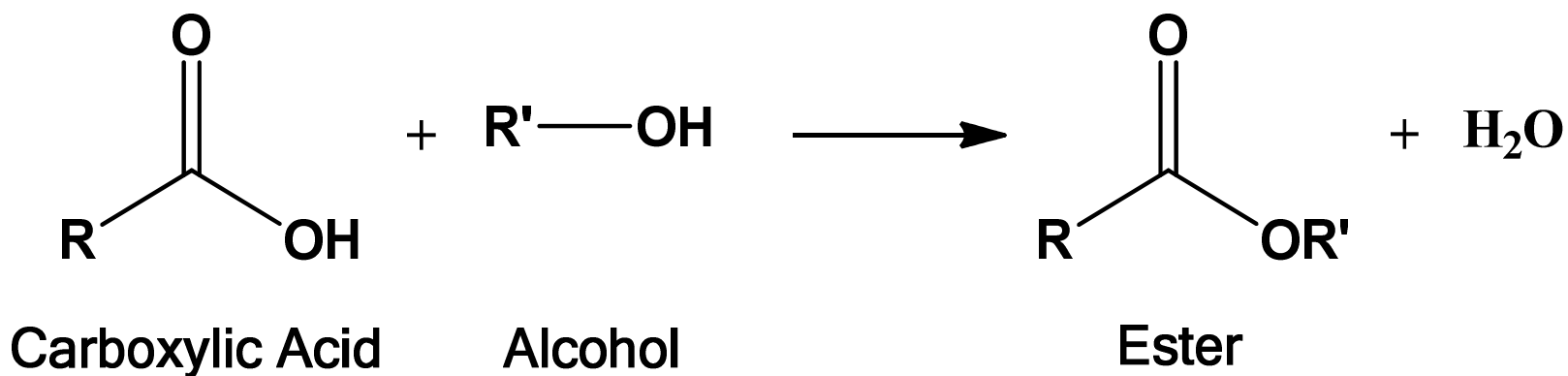
- 아스피린이 합성되는 유기반응 (에스터화 반응)을 이해한다.
- 합성한 아스피린을 통해 산·염기 적정법을 익히고, 순도를 결정한다.



실험 원리

에스터화 반응 (Esterification)

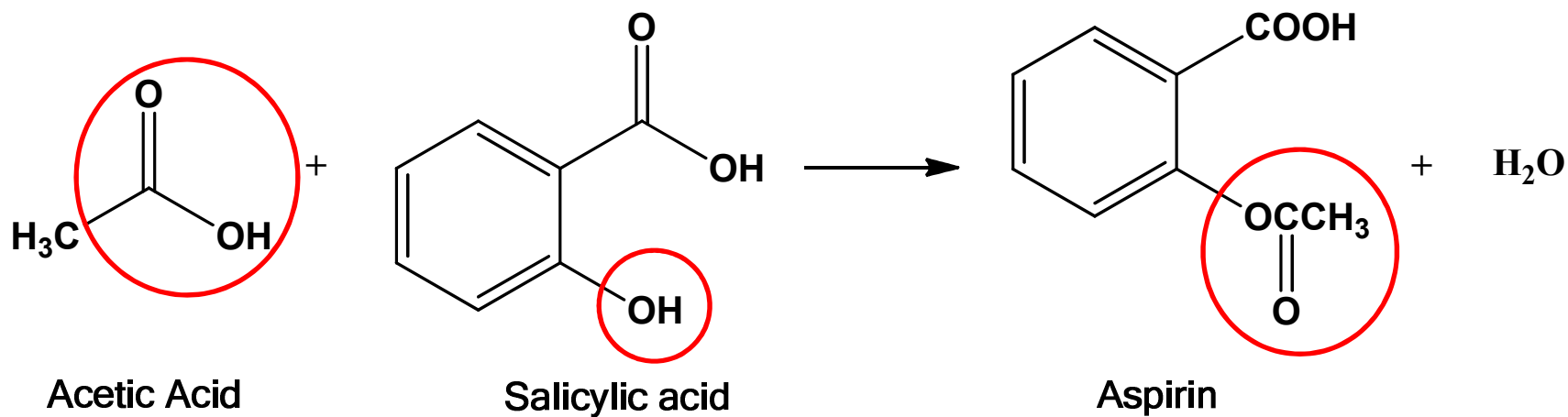
카르복시산 (Carboxylic acid)과 알코올 (Alcohol)로부터 에스터 (Ester)가 생성되는 반응





실험 원리

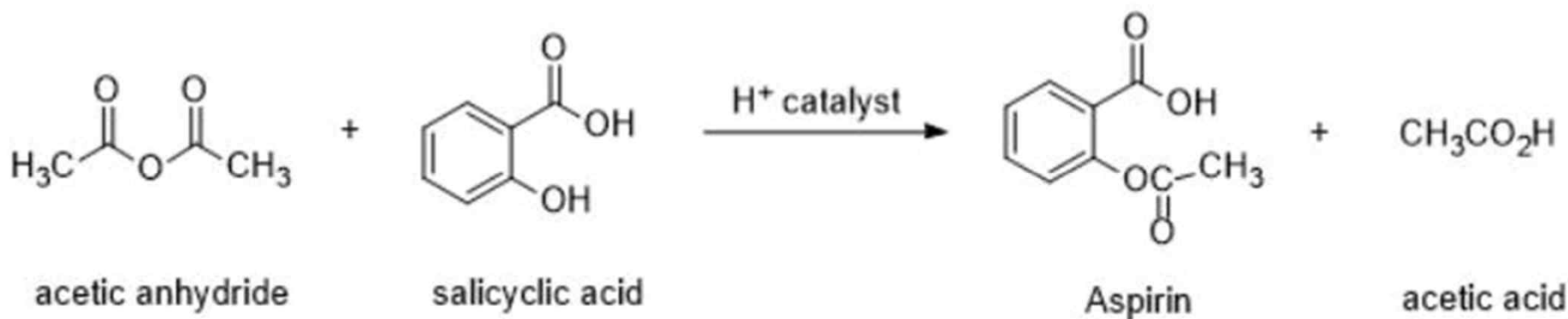
Mechanism of esterification





실험 원리

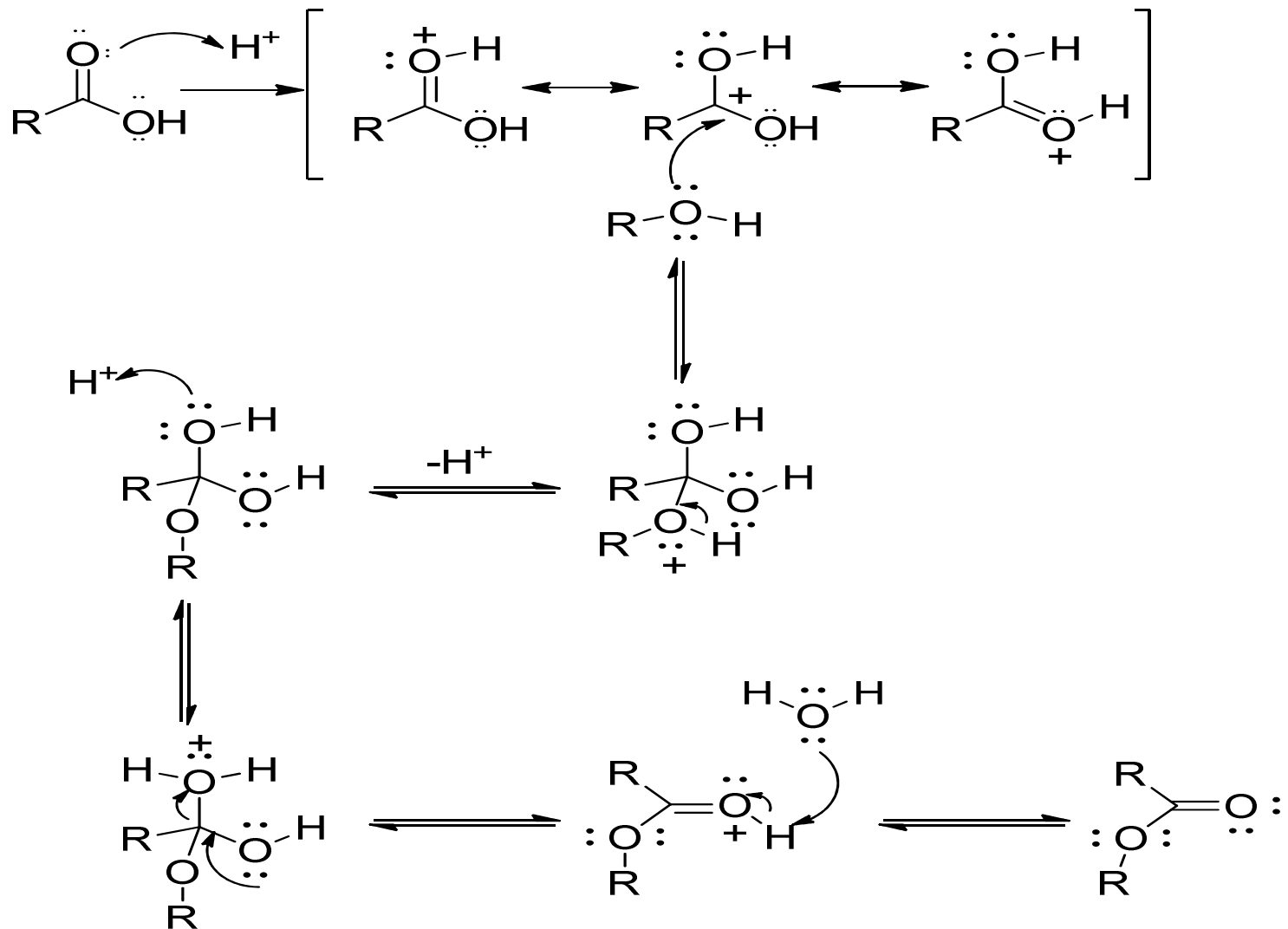
Mechanism of esterification





실험 원리

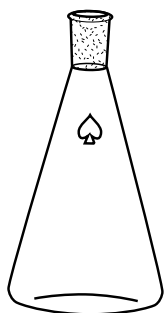
Mechanism of esterification





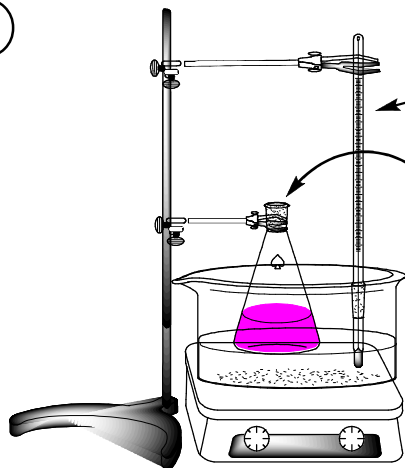
실험 방법

①



in erlenmeyer flask :
1.5 g salicyclic acid
+ 3 mL acetic anhydride
+ 3-4 drops of H_3PO_4

②



70 ~ 80 °C

2 mL water
+ 20 mL water

1. Heating 70~80°C , 10min.

2. Addition of 2 mL distilled water

3. Addition of 20 mL distilled water



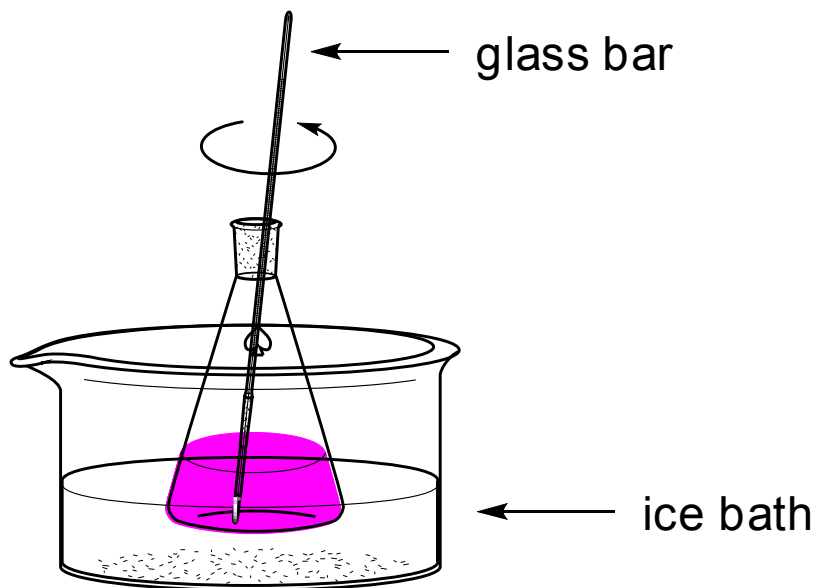
Caution !

- ① 에서 혼합물을 충분히 섞어준다.
- 아세트산 무수물과 인산은 피부에 닿지 않도록 주의!
- 과정은 모두 후드 안에서 이루어져야 한다.
- 증류수는 미리 차갑게 준비
(ice bath에 증류수 bottle 담귀두기)
- 물 첨가 시 뜨거운 증기 주의!
- 20 mL 물 첨가 시 물 중탕에서 꺼낸 후 실행한다.

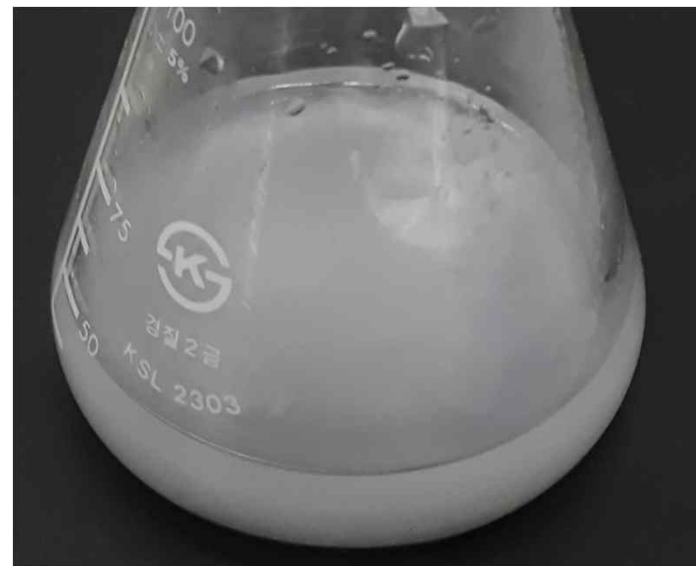


실험 방법

※ 결정이 잘 생기지 않을 때.



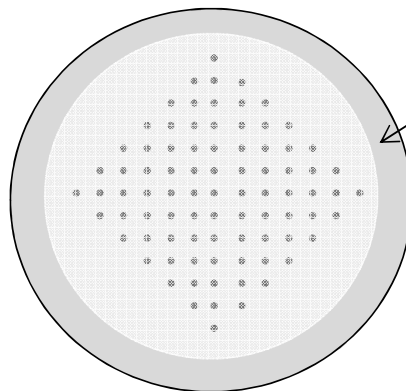
※ 결정 사진





실험 방법

3. Filtration



Filter paper

뷰흐너 깔때기의 hole만
다 덮을 수 있으면 ok

➤ 아스피린 세척 시 뷰흐너 깔때기의 가장자리를 세척해주면 가운데로 아스피린이 모인다. (손실을 줄이기 위해서)

4. Drying



주의 !

- Filter paper 와 petri dish의 합친 무게를 미리 잴 것
- Filter paper는 뷰흐너 깔대기보다 크지 않도록 할 것
- 증류수는 미리 차갑게 준비
(Ice bath에 증류수 bottle 담가두기)
- Filtration 장치 설치 시, 주의할 것
- 오븐에 넣기 전 petri dish에 자신의 분반과 이름을 쓸 것

아스피린의 순도 측정





실험 목적

- 아스피린이 합성되는 유기반응 (에스터화 반응)을 이해한다.
- 합성한 아스피린을 통해 산·염기 적정법을 익히고, 순도를 결정한다.



실험 원리

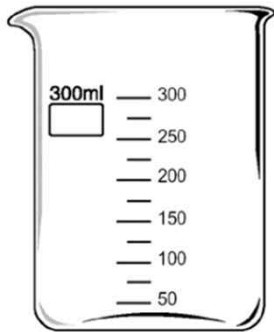
- 산-염기 적정 (Titration) : 중화반응을 이용하여 미지시료의 농도를 결정하는 분석법
- 당량점 (Equivalent point)과 종말점 (Esterification) :
 - ✓ 당량점 : 이론적으로 적정실험에서 화학양론적 반응의 완결 지점
 - ✓ 종말점 : 용액의 물리적 성질이 급격히 변하는 지점
(적정실험에서는 pH 변화로 인해 지시약의 색이 변하는 지점)

- 일차표준물질 (Primary standard) : 신뢰할 수 있고, 쉽게 정량화가 가능한 물질
(고순도, 안정성, 용매에 대한 높은 용해도)
- 표준화 (Standardization) : 적정용액 (titrant)이 일차표준물질이 아닌 경우, 대강의 농도를 만든 후, 일차표준물질로 적정하여 정확한 농도를 결정한다.
 - 0.1 M Na_2CO_3 로 표준화한 0.1 M HCl solution (조교가 준비)
 - 표준화된 0.1 M HCl로 0.1 M NaOH solution 표준화 (학생이 실험)

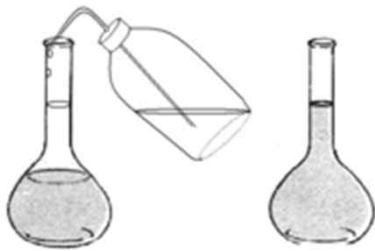


실험 방법

1) 0.1 M NaOH 용액의 제조



1.0 g의 NaOH를 비커에 칭량한다.



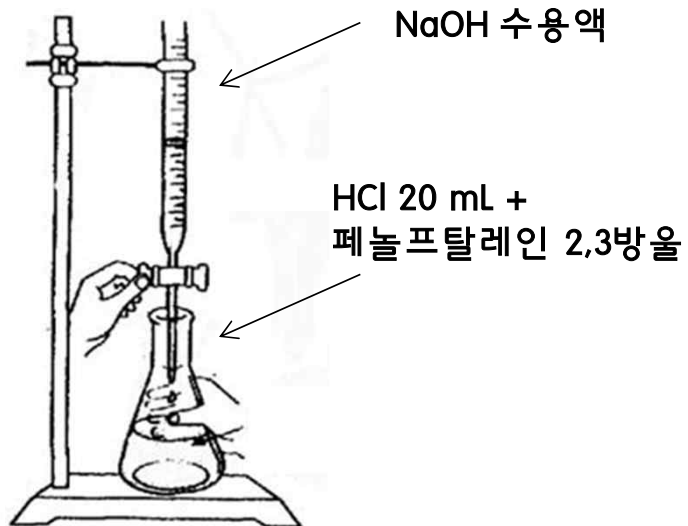
비커에 증류수를 가하여 녹인 후 volumetric flask로 옮겨 담는다.
그리고 표선까지 증류수를 채운다.

(부피 플라스크의 마개를 닫은 후, 뒤집어 섞어주고 뚜껑을 잠시
열어 기체를 빼낸다.)



실험 방법

0.1 M NaOH 용액의 표준화



페놀프탈레인 색 변화
산 → 무색
염기 → 붉은색

붉게 변한 후 20~30초간 유지되면
적정 Stop!!

3회 반복하여 NaOH 농도 결정!!

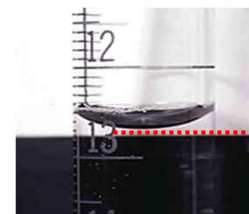
뷰렛 사용법



1. Fill a burette



2. Check the valve
remove an air
bubble



3. Take an initial
volume



주의 !

-뷰렛을 채울 시 꼭 0 mL에서 시작할
필요 없음

ex) 시작 - 12.3 mL, 종말점 - 26.2 mL

소모된 부피: $26.2 - 12.3 = 13.9$ mL

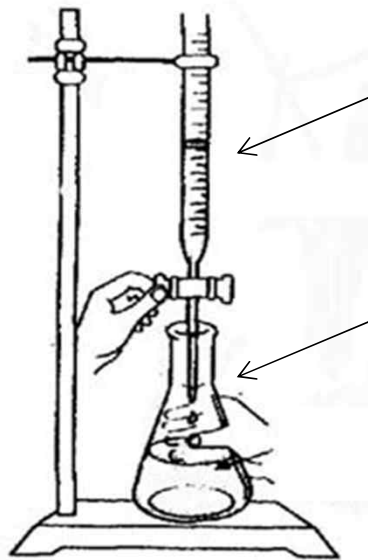
- 뷰렛 입구의 공기 빼 줄 것
- 눈금을 읽을 때는 종이를 댈 것
- 눈금과 눈을 같은 위치





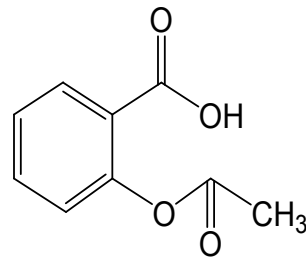
실험 방법

아스피린 직접 적정



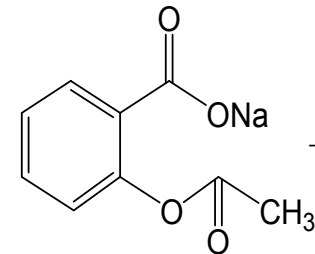
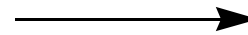
NaOH 수용액

아스피린 +
페놀프탈레인 2,3방울



Aspirin

+ NaOH



+ H₂O

- 무게 측정한 아스피린을 삼각 플라스크에 넣고 10 mL의 ethanol에 완전히 녹인 후 40 mL 증류수 첨가할 것



Tip

- NaOH 용액의 제조 시, 부피 플라스크를 흔들어 섞어준 후, 마개를 열어 가스를 빼주고, 다시 닫아준다.
- 아스피린은 EtOH에 완전히 용해시켜 사용한다.
- 적정 시, 당량점 근처에서는 시간을 두면서 한 방울씩 용액을 넣어주도록 한다.

