

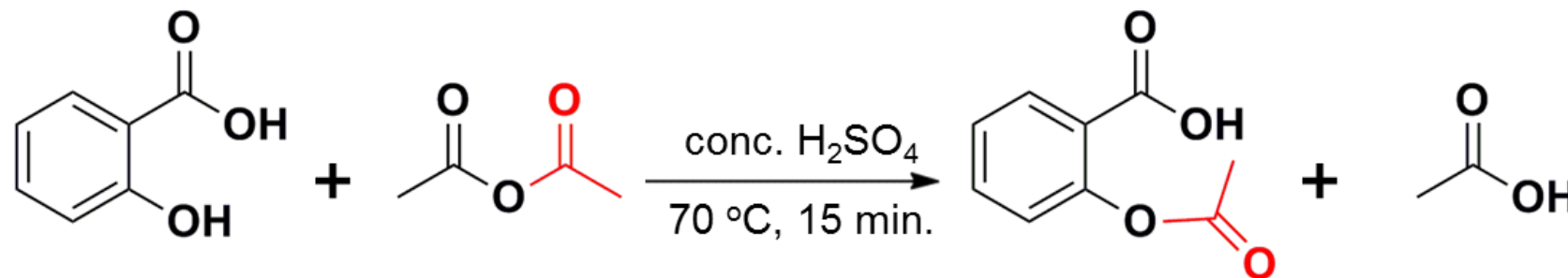
E12 阿斯匹靈之製備及其性質反應

實驗目的及原理

- ▶ 實驗目的：
製備**阿斯匹靈 (aspirin)** 並研究催化對反應速率的影響、
探討**阿斯匹靈**的性質。

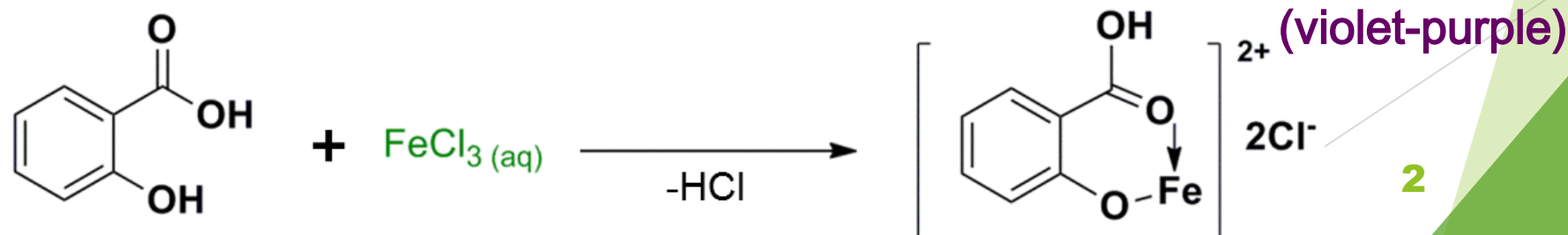
- ▶ 實驗原理：

- **阿斯匹靈**可由**柳酸**與**醋酸酐**進行酯化反應來合成：



salicylic acid acetic anhydride aspirin (acetylsalicylic acid)

- 多數酚類能與**鐵離子**形成有色化合物：



實驗流程

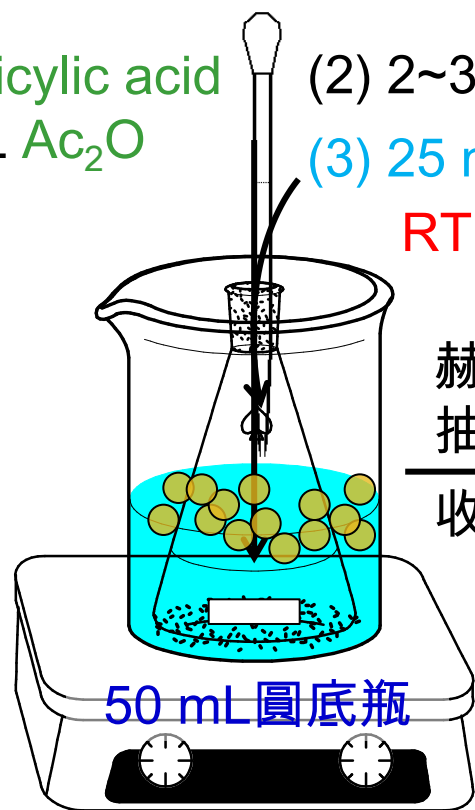
II. Aspirin

(1) 1 g salicylic acid
2.5 mL Ac_2O

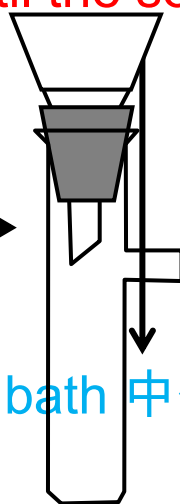
(2) 2~3 滴 conc. H_2SO_4

(3) 25 mL ice water

RT, stir until the solid precipitated



赫氏漏斗
抽氣過濾
收集結晶

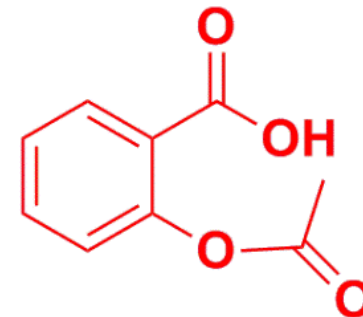


以 3 mL 95%
EtOH 再結晶

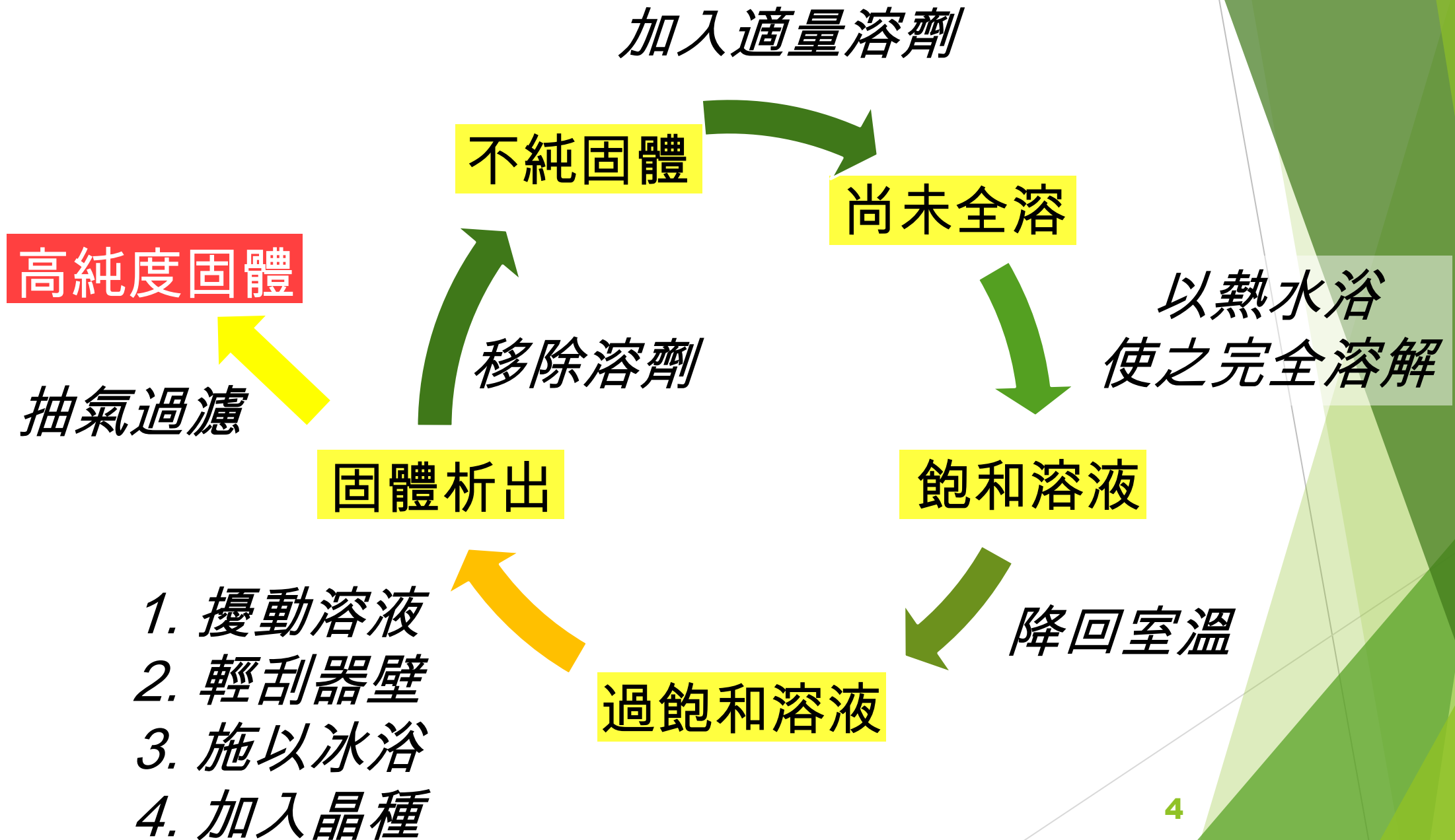
攪拌至固體
全部溶解

(4) ice bath 中使結晶完全

留少量再結晶前產物做試驗III

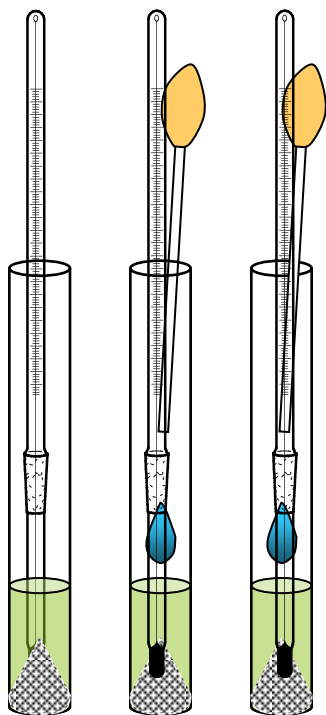


Weight, yield, and
m.p. (*lit.* 135 °C)



實驗流程

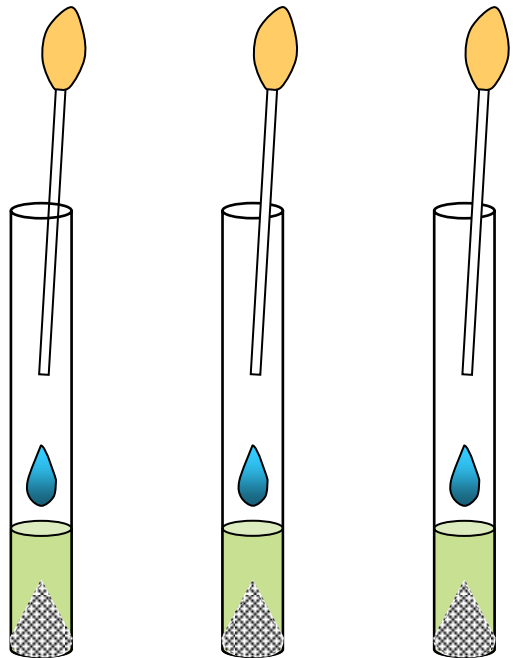
I. Reaction rate



- ▶ Add 0.25 g **salicylic acid** into each tube, then add 0.5 mL **Ac₂O** into each tube.
- ▶ Observation:
 - ▶ 1° Add 0.05 g sodium acetate
 - ▶ 2° Add 1 drop pyridine
 - ▶ 3° Add 1 drop conc. H₂SO_{4(aq)}
- ▶ 記錄溫度上升 4°C 所需的時間。
(若 5 分鐘仍無法上升 4°C 則可停止)

實驗流程

III. Test for phenols



柳酸

再結晶前

再結晶後

阿司匹靈

- Add small amount salicylic acid, before recrystallized aspirin and recrystallized aspirin into each tube.
- TA will add 1 drop 3% $\text{FeCl}_{3(aq)}$ into each tube.
- Record the color change.

注意事項

- ▶ 先做 (二) 及準備 (三)，利用空檔再做步驟 (一)。
- ▶ 室溫下若無結晶則不加水直接冰浴，還是沒有結晶的話可能須要重做。
- ▶ 醋酸酐為刺激性及腐蝕性液體，取藥時須在 hood 內進行，小心不要吸到。
- ▶ 濃硫酸有腐蝕性，小心取用。
- ▶ 吡啶具毒性、易燃且氣味不好，在 hood 中使用。
- ▶ 實驗結束，離開前小試管須清洗乾淨。
- ▶ 滴管丟棄前需先清洗。
- ▶ 倒有機不含鹵廢液桶及無機酸性廢液。

實驗數據

- ▶ 催化劑測試的時間 3 組
(超過 5 分鐘就寫 『 > 5 分鐘 』)
- ▶ 酚類測試的試管 3 支
簽數據時助教來滴 $FeCl_{3(aq)}$
- ▶ 再結晶前 & 後的阿斯匹靈的熔點
- ▶ 再結晶後的產物 & 重量

結果 & 誤差討論

- ▶ 實驗觀察討論
- ▶ 產物熔點

數據分析

- ▶ 計算產率

- 酸性廢液
- 有機不含鹵廢液