

## 實驗(十一)

### 常用止痛藥主要成分的分離和鑑定

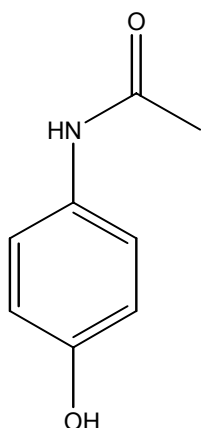
#### 學生工作紙

#### 目的

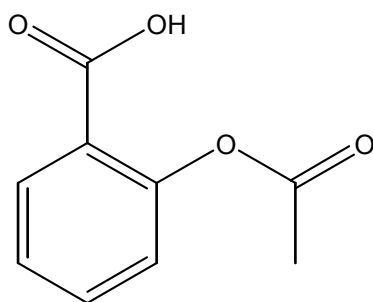
1. 分離一種不用處方可買到的止痛藥的主要成分。
2. 鑑定它的成分。

#### 背景資料

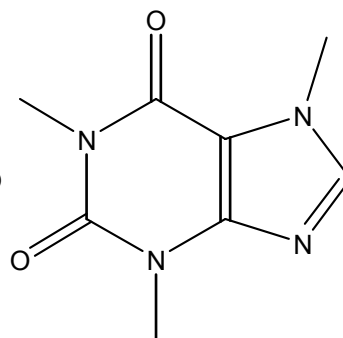
本實驗旨在練習分離常見止痛藥成分的技術。止痛藥常見的成分有醋氨酚、阿士匹靈和咖啡因，它們的結構如下：



醋氨酚  
(4-羥基乙醯苯胺)  
熔點 170 °C



阿士匹靈  
(乙醯水楊酸)  
熔點 135 °C



咖啡因  
熔點 238 °C

此外，黏結劑常用來防止藥丸在儲存或吞嚥過程中碎裂。黏結劑主要的成分是澱粉、微晶型纖維素和硅，它們均不溶於水和一般的有機溶劑。

另外，醋氨酚、阿士匹靈和咖啡因在不同溶劑中有不同的溶解度，例如：阿士匹靈和咖啡因溶於二氯甲烷，但醋氨酚則不溶，由此，把止痛丸溶於二氯甲烷然後過濾，便可把醋氨酚（和黏結劑）從成分中分離出來。醋氨酚可溶於乙醇，因此，利用相同的技術，便可把醋氨酚與黏結劑分離。

從結構來看，阿士匹靈是酸而咖啡因是鹼，它們相應的共軛鹼和共軛酸均易溶於水但不溶於二氯甲烷。此外，水和二氯甲烷不相溶。因此，要分離上述溶液中的阿士匹靈和咖啡因，可加入酸使與咖啡因反應生成水溶性鹽，而阿士匹靈則留在

實驗(十一)  
常用止痛藥主要成分的分離和鑑定

二氯甲烷液層中；或加入鹼，使與阿士匹靈反應生成水溶性鹽，而咖啡因則留在二氯甲烷液層中。本實驗會採用第二種方法分離阿士匹靈和咖啡因。

實驗所得產物會用熔點測定法和薄層色層分析法 (TLC) 來鑑定。

### 安全措施

當處理化學藥品時必須小心，不要讓皮膚沾上化學藥品。應按照老師的指導，來處理化學廢物、破爛玻璃用品及剩餘的物料。




必須戴上安全眼鏡

本實驗所使用的化學藥品的安全資料，可翻閱 << 物質安全數據手冊 (MSDS) >>。詳情請諮詢老師。

### 所用的物料和儀器

4:1 (v/v) 乙酸 1-丁酯/乙酸混合物	 易燃	 腐蝕性	 有害 / 刺激性		
3M 氫氧化鈉溶液	 腐蝕性	3M 氫氨酸	 腐蝕性	 有害 / 刺激性	
碘	 腐蝕性	 氧化性	二氯甲烷	 有害 / 刺激性	 有毒
乙醇	 易燃	 有害 / 刺激性	無水 MgSO <sub>4</sub>		
研钵和研棒			燒杯		
熔點管			薄層色層分析 (TLC) 板		
止痛丸			pH 試紙		
試管			錐形瓶		
TLC 室			分液漏斗		
熔點測定器			水冷凝器 ( 非必要 )		

### 實驗步驟

 有關本實驗的照片可在以下網站取得 <http://www.chem.cuhk.edu.hk/ssc.htm>。

- 阿士匹靈／咖啡因與醋氨酚／黏結劑的分離

用研钵把兩粒止痛丸磨成很幼細粉末，把粉末放入一錐形瓶中，然後加入 10 cm<sup>3</sup> 二氯甲烷。把錐形瓶放入用燒杯盛載約 30 °C 的暖水中一段短時間後（注意：二氯甲烷的沸點只有 40 °C），過濾溶液。
- 阿士匹靈與咖啡因的分離

把第(1)部分所獲得的濾液加入分液漏斗中，再加入 8 cm<sup>3</sup> 3 M 氫氧化鈉溶液，然後把混合物徹底搖勻。收集水溶液層後，在有機溶液中再加入 1 cm<sup>3</sup> 水，搖勻，再收集水溶液層使與剛才收集的混合一起。
- 阿士匹靈的提取和分離

把 6~9 cm<sup>3</sup> 3 M 氫氨酸逐滴加入第(2)部所得的氫氧化鈉水溶液層，不時用 pH 試紙測試溶液，直至溶液的 pH 約為 3。當生成一懸浮物後，用冰浴把混合物冷卻，讓結晶析出。把混合物過濾並用冰水沖洗固體，把固體完全乾燥後，稱取所得固體的質量。
- 醋氨酚的提取和分離（選擇步驟）

把第(1)部分的固體殘餘物放入一錐形瓶中，加入 8 cm<sup>3</sup> 乙醇並把混合物煮沸 1-2 分鐘。把混合物過濾。用燒杯盛載濾液並放在熱水浴中將溶劑完全蒸發。稱取所得固體的質量。
- 咖啡因的提取和分離（選擇步驟）

加入約 0.5 g 無水 MgSO<sub>4</sub> 粉末於第(2)部分所提取的有機溶液中，直至乾燥劑不再黏結凝集在一起。旋動溶液混合物約 30 秒以完成乾燥過程，然後過濾混合物。用蒸餾法把溶液的溶劑去除，稱取所得固體的質量。
- 測定熔點

測定由實驗分離出來的成分的熔點。
- 薄層色層分析法

用甲醇把標準的和分離出來的成分溶解在不同試管中（各為約 0.05g 樣本溶解於 3 cm<sup>3</sup> 甲醇），用乙酸 1-丁酯／乙酸混合物作為流動相進行薄層色層分析法。當薄層色層分析板發展完成後，把分析板取出，讓流動相蒸發後，把薄層色層分析板（TLC 板）放入碘室（裝有碘固體的 TLC 室）。

---

## 思考題

- 如何從熔點的測定來決定樣本是否純淨？
- 醋氨酚雖然沒有羧基，但仍具有微酸性。請對此作簡略解釋。
- 用一化學方程式指出怎樣用水楊酸製造阿士匹靈。

參考書目

J. C. Gilbert and S. F. Martin, *Experimental Organic Chemistry*, 2<sup>nd</sup> Ed., Saunders College Publishing, New York, 1998, pp. 135~153, 633~635.

---

---