

浙江大学 实验报告

专业: 混合班

姓名: [redacted]

学号: [redacted]

日期: 2025年4月1日

地点: 紫金港化学实验中心209

课程名称: 普通化学实验(乙) 指导老师: 马海燕

成绩: 92

实验名称: 乙酰水杨酸的制备和提纯

同组学生姓名: [redacted]

一、实验目的和要求(必填)

二、实验内容和原理(必填)

三、主要仪器设备(必填)

四、操作方法与实验步骤

五、实验数据记录和处理

六、实验结果与分析(必填)

七、讨论、心得

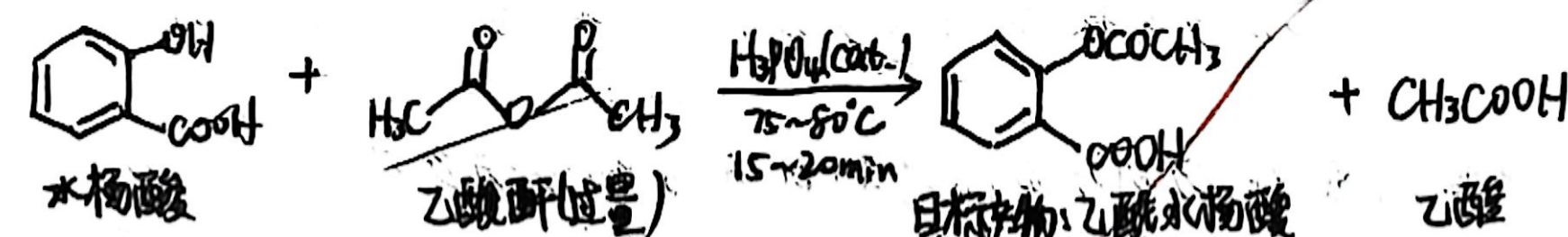
一、实验目的

- (1) 掌握利用酚类酰化反应制备乙酰水杨酸的合成方法;
- (2) 掌握减压抽滤、水浴加热、重结晶等基本操作;
- (3) 掌握乙酰水杨酸粗产品纯度的定性分析方法。

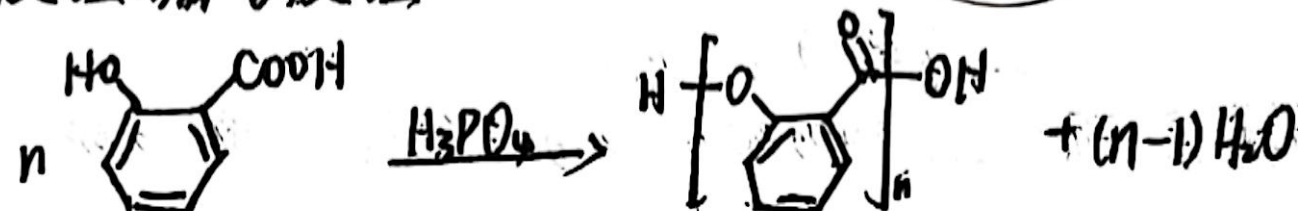
二、实验原理

1. 酰化反应制乙酰水杨酸

主反应: 酰化反应(条件: 无水、加热、酸催化)

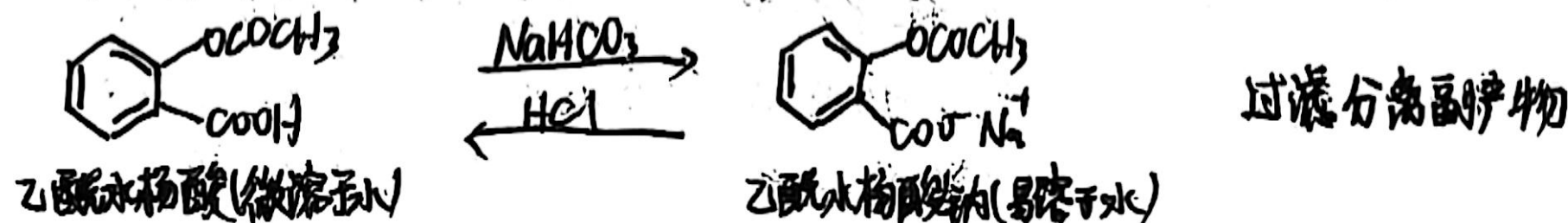


副反应: 缩合反应



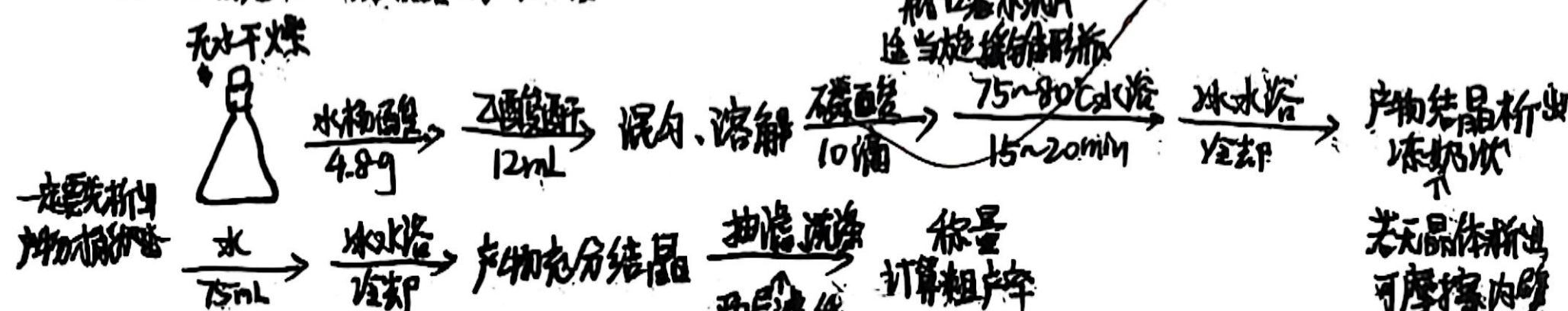
2. 乙酰水杨酸的提纯

乙酰水杨酸能与碳酸氢钠反应生成水溶性盐, 而副产物聚合物不溶于碳酸氢钠溶液, 利用这种性质上的差异, 可把聚合物从乙酰水杨酸中除去。

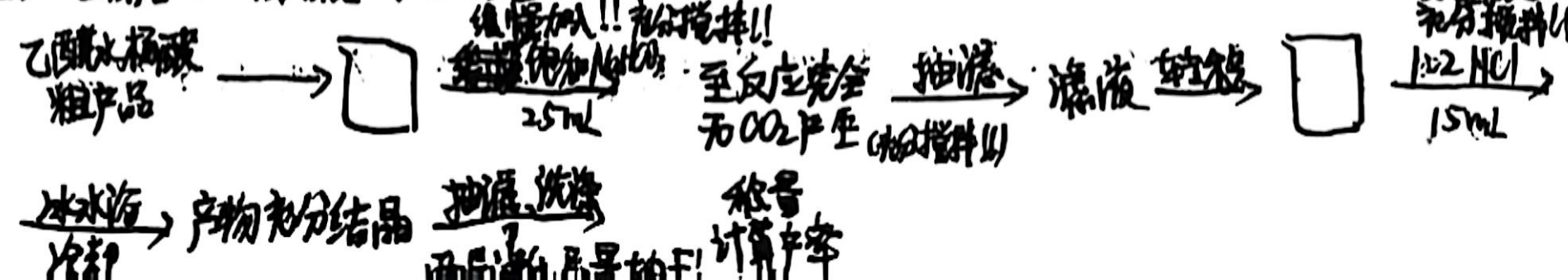


三、实验步骤

1. 乙酰水杨酸的制备



2. 乙酰水杨酸的提纯



CS 扫描全能王
3亿人都在用的扫描App

实验名称: 解热镇痛药阿司匹林的制备和提纯 姓名: 学号:

四、注意事项

1. 全程佩戴护目镜和手套
2. 乙酸酐刺激性较大, 在通风橱中用加液器取用(每次取6mL, 分两次)。
3. 乙酸酐易水解, 所用反应容器应无水干燥。
4. 取用磷酸时注意安全, 缓慢加入。
5. 一定要先用水杨酸和乙酸酐预洗后, 才可以加十滴磷酸, 以免副产物过多。
6. 一定要析出冰状的固体后才可以加水。
7. 酯化反应结束后加水时应少量多次加入, 防止乙酸酐剧烈水解导致溶液溅出。
8. 从水浴锅中操作锥形瓶时, 戴上隔热手套, 防止烫伤。

五、实验数据记录与结果

称量的水杨酸质量 $m_0 = 4.80\text{g}$ 。

粗产物为白色、块状晶体, 而终产物为白色、粉末状晶体, $m_{\text{实际}} = 3.60\text{g}$ 。

由 $M_{\text{水杨酸}} = 138.12\text{g/mol}$, $M_{\text{乙酰水杨酸}} = 180.16\text{g/mol}$ 知, $m_{\text{理论}} = m_0 \times \frac{M_{\text{乙酰水杨酸}}}{M_{\text{水杨酸}}} = 4.80 \times \frac{180.16}{138.12}\text{g} = 6.26\text{g}$

则产率 $\eta = \frac{m_{\text{实际}}}{m_{\text{理论}}} \times 100\% = \frac{3.60}{6.26} \times 100\% = 57.5\%$

使用 FeCl_3 溶液进行检验, 发现溶液呈浅紫色, 说明产品中有少量的水杨酸残留。

六、分析和讨论

本实验的终产物产率仅为57.5%, 产率较低, 结合产物中有水杨酸残留, 其可能原因为:

(1) 本实验涉及了三次抽滤操作, 分别为抽滤得到粗产品、抽滤分离不溶物以及抽滤得到最终产品。在抽滤过程中, 有部分固体残留在锥形瓶(第一次抽滤)、烧杯(第三次抽滤)、漏斗(一、三两次均有)且难以洗去, 导致产率下降。

(2) 在第二次抽滤中, 除去部分沉淀, 该沉淀即为副反应产生的聚合物与碳酸氢钠反应得到的产物。由于存在副反应, 故该实验的产率下降。

(3) 查阅资料可知, 水杨酸与乙酸酐的反应存在反应平衡, 即使乙酸酐过量, 也无法保证水杨酸被完全反应, 故终产物中仍存在水杨酸, 而水杨酸的相对分子质量小于乙酰水杨酸的相对分子质量, 故产率下降。

(4) 在得到粗产品以及得到终产物的过程中均涉及冰水浴并需要观察到固体完全析出。由于人眼难以分辨固体是否已完全析出, 且存在时间限制, 导致实际上在固体并没有完全析出的情况下就进行下一步操作, 导致部分产品损失, 产率下降。

七、思考题

1. 浓磷酸可以作为该反应的催化剂, 同时吸水。
2. 一三两次目标产物在滤纸上, 因为在一三两次抽滤中, 我们分别需要得到粗产品和终产物; 第二次目标产物在滤液中, 因为在第二次抽滤中, 我们利用了乙酰水杨酸钠的水溶性, 故目标产物在滤液中。
3. 防止乙酸酐水解。
4. 粗产品中可能存在水杨酸、水杨酸的聚合物; 最终产品中可能还有水杨酸。
5. 摩擦时可以在烧杯上产生微小的玻璃微晶, 诱导结晶; 为了使其快速结晶, 可以向其加入灰尘颗粒等充当晶核。

2025.4.3

