

浙江大学 实验报告

专业: 混合班

姓名: [REDACTED]

学号: [REDACTED]

日期: 2025年5月20日

地点: 紫金港化学实验中心409

课程名称: 普通化学实验(乙)

指导老师: 车海燕

成绩: 100

实验名称: 阿司匹林的纯度分析(熔点及含量测定)

实验类型: [REDACTED]

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、实验结果与讨论 (必填)

七、讨论、心得

一、实验目的

(1) 掌握熔点测定的基本方法;

(2) 掌握酸碱滴定分析法测定乙酰水杨酸的方法。

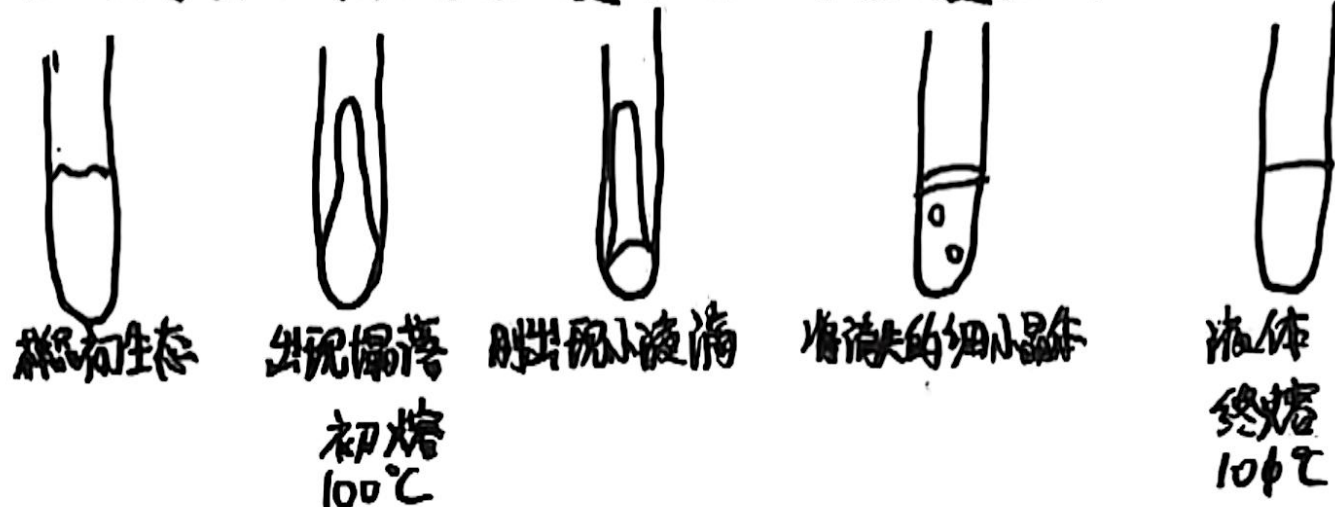
二、实验原理

乙酰水杨酸是有机弱酸 ($pK=3.5$), 可用NaOH标准溶液直接滴定, 测定其含量:



熔点: 物质固、液两相在标准大气压下达到平衡时的温度

熔程(熔距): 初熔温度和全熔温度差值



熔点: $100 \sim 101^{\circ}\text{C}$

熔程: 1°C

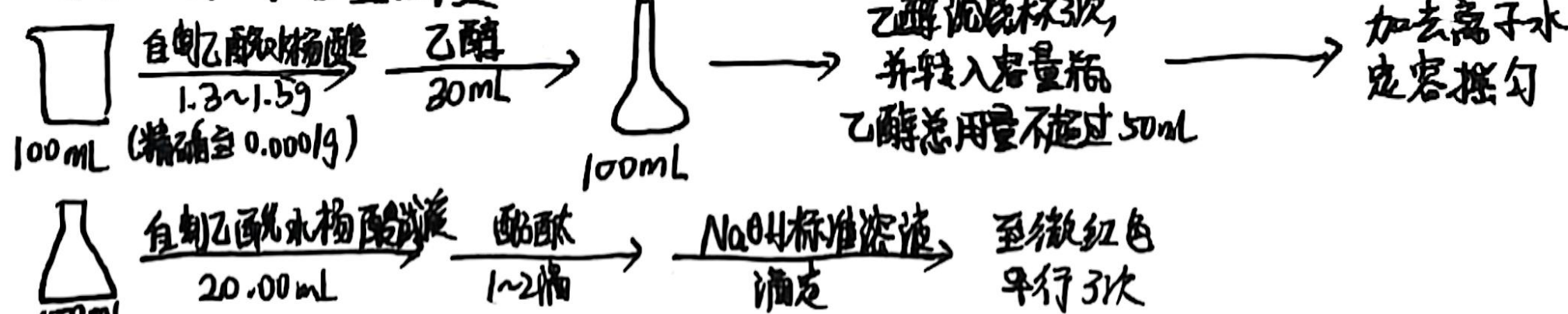
纯物质有固定的熔点, 熔程一般在 $0.5 \sim 1^{\circ}\text{C}$; 不纯物质熔点降低, 熔程变长。

常压下, 乙酰水杨酸熔点的文献值为 $133 \sim 135^{\circ}\text{C}$ 。

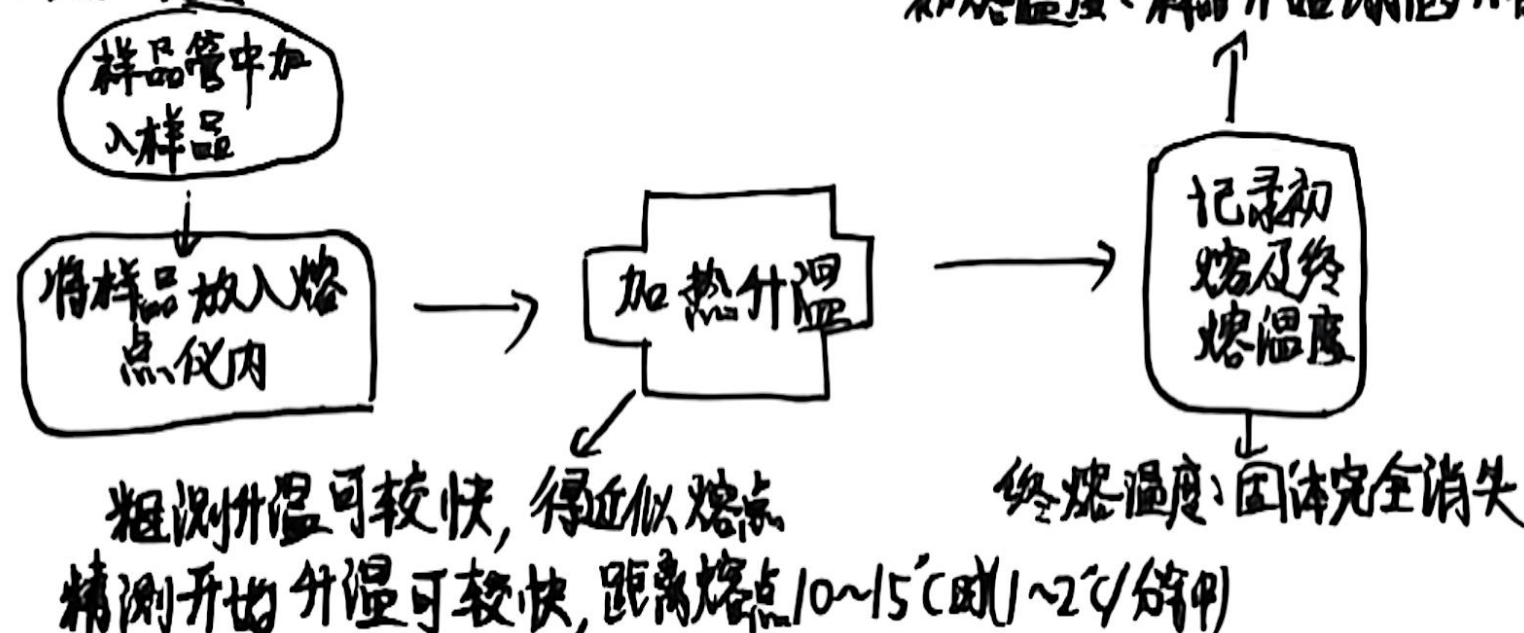
本实验采用WPR目视熔点仪测定自制乙酰水杨酸的熔点。

三、实验步骤

1. 阿司匹林的含量测定



2. 熔点测定



实验名称: 阿司匹林的纯度分析(熔点及含量测定)

学号: .

3. 操作步骤

- (1) 打开电源开关。
- (2) 输入所需的升温速率 V 和起始温度 T , 速率选择参考右图。
- (3) 按下“预置”键, 仪器进入快速升温状态。
- (4) 待炉内温度 T 出现“-”时, 表明当前温度与设定温度已经平衡, 即可进行熔点测量。
- (5) 将装有待测物质的毛细管从顶端小孔插入到油浴管中。
- (6) 按“升温”键, 仪器根据设定的升温速率进入匀速升温阶段。
- (7) 当观察到样品刚开始熔化时, 按下对应样品的初熔键, 初熔即被存储并显示; 当观察到样品完全熔化呈全透明时, 按下对应样品的终熔键, 终熔即被存储并显示。
- (8) 再次测量时按“预置”键返回。

| 速率选择 | 起始温度低 |
|----------|-------|
| 0.5℃/min | 3℃ |
| 1℃/min | ≥5℃ |
| 1.5℃/min | ≥6℃ |
| 3℃/min | ≥9℃ |

四、注意事项

1. 熔点测定可同时测定3份样品。
2. 样品须在干燥和洁净的磁钵中碾碎, 用自由落体敲击毛细管使样品填充紧密, 填充高度应一致。
3. 毛细管插入油浴管前应将其外面沾污的物质清除, 以免把油浴弄脏。
4. 插入及取出毛细管时必须小心谨慎, 切勿折断。

五、实验数据记录与结果

表1 乙酰水杨酸含量的测定

| 记录项目 | 1 | 2 | 3 |
|------------------------------------|-------|--------|-------|
| 编号 | | | |
| $m_{\text{样品}}/g$ | | 1.3604 | |
| $V_{\text{NaOH}}/\text{mL}$ | 0.35 | 0.43 | 0.52 |
| $V_{\text{NaOH}}/\text{mL}$ | 14.57 | 14.80 | 14.83 |
| $\Delta V_{\text{NaOH}}/\text{mL}$ | 14.22 | 14.37 | 14.31 |
| $w/\%$ | 98.21 | 99.24 | 98.83 |
| $\bar{w}/\%$ | | 98.76 | |
| 相对平均偏差 $\bar{d}_r/\%$ | | 0.37 | |

表2 乙酰水杨酸熔点的测定

| 序号 | 初熔/℃ | 终熔/℃ | 熔程/℃ |
|-----|-------|-------|------|
| 第一次 | 133.1 | 135.4 | 2.3 |
| 第二次 | 132.7 | 134.8 | 2.1 |
| 第三次 | 132.4 | 134.2 | 1.8 |

其中, 表1的 $w_1 = \frac{C_{\text{NaOH}} \cdot \Delta V_{\text{NaOH}} \cdot M \times 5}{m_{\text{样品}}} \times 100\% = \frac{14.22 \times 10^{-3} \times 0.1043 \times 180.157 \times 5}{1.3604} \times 100\% = 98.21\%$

同理可得 $w_2 = 99.24\%$; $w_3 = 98.83\%$

$$\bar{w} = \frac{w_1 + w_2 + w_3}{3} = \frac{98.21 + 99.24 + 98.83}{3} \% = 98.76\%$$

$$\bar{d}_r = \frac{\frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 |w_i - \bar{w}|}{\bar{w}} \times 100\% = \frac{0.55 + 0.48 + 0.07}{3 \times 98.76} \times 100\% = 0.37\%$$



实验名称: 阿司匹林的纯度分析(熔点及含量测定) 姓名:

学号:

六、分析和讨论

1. 本次实验测得乙酰水杨酸的含量约为98.76%,但由于乙酰水杨酸中残留的水杨酸也会与NaOH发生1:1的反应,实际的纯度应低于98.76%,说明乙酰水杨酸中含有一定的杂质。
2. 将乙酰水杨酸三次测得的数据取平均值可知,本次实验中乙酰水杨酸的初熔点约为132.7°C,终熔点约为134.8°C,熔程为2.1°C,而纯乙酰水杨酸的初熔点在133~135°C,且熔程一般在0.5~1°C,说明由于杂质的存在,乙酰水杨酸样品的熔点会降低,且熔程会延长。
3. 由于滴定时间较长,可能导致空气中的二氧化碳进入锥形瓶,从而与NaOH发生反应,这会导致乙酰水杨酸的纯度偏高。
4. 同时,由于人的观察是存在偏差的,且对初熔终熔的判断也有偏差,可能导致乙酰水杨酸的初熔点、终熔点及熔程也存在偏差。
火容全2、火容全分析较少、不美

七、思考题

1. 毛细管须保持洁净,否则其附带的杂质会导致试样的熔点偏低、熔程变长;样品需要研磨尽可能细,且装填需要尽可能紧密,否则会导致熔点偏高;加热不宜过快,否则会导致熔点偏高、熔程变长。
2. 用无水乙醇作溶剂溶解乙酰水杨酸样品后再定容,且滴定应当缓慢进行,防止因酸碱反应过快而加速乙酰水杨酸的水解。
3. 有影响。由于水杨酸也能与NaOH发生1:1的酸碱中和反应,因此消耗的NaOH的量将偏大,导致试样纯度测定结果偏高。
4. 薄层色谱法;密度法;H-NMR法。

2025.8.29

