

日期: 2024.4
地点: 紫金港化学楼209

课程名称: 普化实验(乙) 指导老师: 陈晨 成绩: 90
实验名称: 解热镇痛药阿司匹林的合成 实验类型: 有机合成 同组学生姓名: _____

一、实验目的和要求 (必填)
三、主要仪器设备 (必填)
五、实验数据记录和处理
七、讨论、心得

二、实验内容和原理 (必填)
四、操作方法与实验步骤
六、实验结果与分析 (必填)

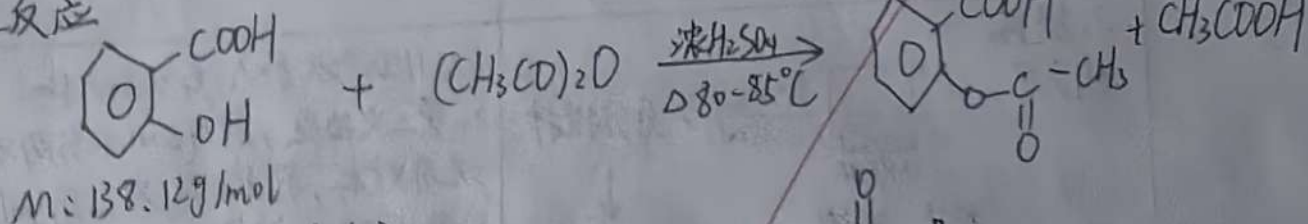
一、实验目的

1. 学习掌握利用酚类酰化反应制备乙酰水杨酸的合成方法
2. 进一步练习重结晶等基本操作

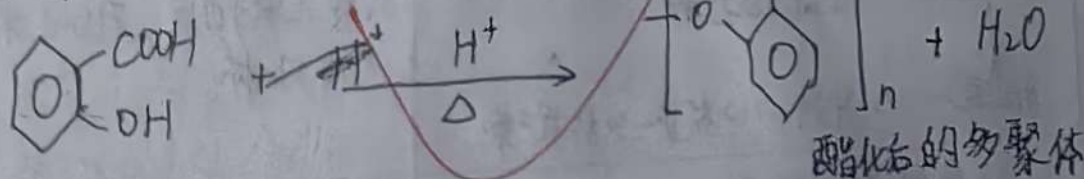
二、实验原理

1. 阿司匹林 Aspirin, 主要成分为乙酰水杨酸, 微溶于水, 易溶于乙醇, 具有解热、镇痛、抗炎及抗风湿作用, 尚有抗血小板凝聚作用

主反应



副反应 (水杨酸缩合)



2. 反应中

过量 乙酸酐 加水抽滤可除

过量 原则: 无毒、价格、副反应、易除去

3. 乙酰水杨酸与 NaHCO_3 反应生成可溶性钠盐, 而副产物不溶于 NaHCO_3 , 可利用该性质纯化


实验名称: _____

姓名: _____

学号: _____

4. 乙酰化反应不完全, 产物中含有水杨酸, 它可在纯化、重结晶过程中被除去。利用酚类与 FeCl_3 形成络合物的原理, 可检测杂质。
- 乙酰水杨酸的酚基被酰化, 不反应。

三、实验步骤

实验步骤	注意事项
<p>1. 合成</p>  <p>加入 { 水杨酸 4.8g 乙酰酐 10mL (用移液器) 浓磷酸 10 滴</p> <p>↓</p> <p>摇动溶解 (至大部分溶解)</p> <p>水浴 80-85°C → 10-15 min → 冰水浴</p> <p>↓</p> <p>抽滤 → 加入 15mL 水 (除乙酰酐) → 冷却 → 抽滤 → 固体</p> <p>↓</p> <p>洗涤 → 称重 → 计算产率</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. 保持无水, 锥形瓶保持干燥 2. 通风橱内加乙酰酐 3. 水杨酸固体分散后再加浓 H_3PO_4 4. 若晶体无法析出, 用玻璃棒摩擦锥形瓶内部 5. 必须形成冻奶状再进行后续操作 6. 抽滤, 将产品搅散后快速转移 7. 可以不洗涤, 减少损失 8. 水浴时做个纸塞 9. 无法析出用玻璃棒摩擦杯壁
<p>2. 提纯</p> <p>粗产物 → 小烧杯</p> <p>饱和 NaHCO_3 25mL → 充分搅拌</p> <p>↓</p> <p>抽滤① → 搅拌 滤液 + 15mL 1:2 盐酸 → 冷水浴</p> <p>↓</p> <p>抽滤② → 洗涤 → 称重 → 计算产率</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. NaHCO_3 分次加入, 每次加入 5mL 2. 第二次抽滤, 用约 5mL 水分两次洗涤烧杯, 转移滤液后用 5mL 水分两次洗抽滤瓶 3. 第三次抽滤, 用 5mL 水分两次洗涤烧杯
<p>3. 纯度的初步检验</p> <p>几粒晶体 5mL H_2O → 试管 1% FeCl_3 1-2 滴</p> <p>观察颜色</p>	<p>加入少量晶体即可, 否则溶解不掉会很浑浊</p>

实验名称: _____

姓名: _____

学号: _____

四、实验结果及分析

表1. 实验数据记录表

乙酰水杨酸/g	粗产品/g	终产品/g	初产率/%	终产率/%
4.80	6.08	3.74	97.3	59.8

实验现象:

(1) 加入盐酸后产物立刻析出, 同时伴有大量泡沫, 抽滤完表面有一层油状物

(2) 加入 2 滴 FeCl_3 之后搅拌, 溶液呈紫色

计算: 理论产量 = 6.25g

$$\text{初产率} = \frac{6.08\text{g}}{6.25\text{g}} \times 100\% = 97.3\%$$

$$\text{终产率} = \frac{3.74\text{g}}{6.25\text{g}} \times 100\% = 59.8\%$$

数据分析:

(1) 受化学反应限度影响, 反应不可能正向反应完全, 非常少
即使 $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$ 过量, 也有一部分水杨酸未被乙酰化

(2) $\text{H}_3\text{PO}_4 \rightleftharpoons \text{H}^+ + \text{H}_2\text{PO}_4^-$, 产生 H^+ , 在酸性且加热环境下, 水杨酸酯化缩合, 形成多聚体

该副反应消耗了很多水杨酸

(3) 初产率比终产率高是因为粗产品中有未纯化的杂质以及水

(4) 三次抽滤, 两次冰水浴析出过程, 转移样品不干净, 导致样品损耗过多, 使终产率偏低

五、实验感悟

这是化学史上的经典实验，将水杨酸乙酰化之后，就能获得更加安全、刺激性小的解热镇痛药阿司匹林，为医学进步作出了巨大贡献。我所得到的实验结果产率并不高，且纯度有待验证。这也让我感受到化学先驱探索反应条件的艰辛与不易。如今能大规模工业化生产阿司匹林，化学先驱们功不可没。

六、思考题

1. 过量的乙酸酐、 CH_3COOH 、未完全反应的水杨酸，水杨酸的聚合物
2. 第一次：获得初产品，滤饼
第二次：为分离不溶聚合物和乙酰水杨酸溶液，滤液
第三次：获得再次析出的产物，滤饼