

## 一. 预习思考题

1. 从化学平衡的角度说明为什么使用酞酸酐代替酞酸:

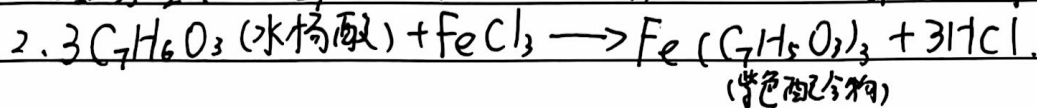
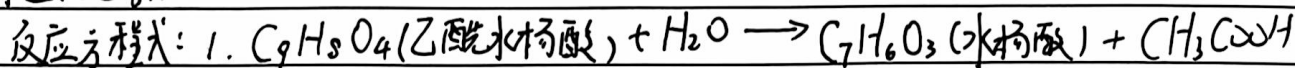
酞酸酐具有更高的反应活性, 能够更快地与水杨酸反应生成乙酐水杨酸。同时, 酞酸酐的使用可以减少反应生成的副产物水, 从而使平衡向生成乙酐水杨酸的方向移动, 提高产率。

2. 乙酐化反应中使用的对甲苯磺酸有什么作用:

对甲苯磺酸是一种强酸性催化剂, 它可以加速酯化反应的进行, 提高反应速率, 使乙酐化反应更完全。

3. 乙酐水杨酸在沸水中加热后加入三氯化铁有显色反应, 试解释之并写出反应方程式。

乙酐水杨酸在沸水中水解生成水杨酸, 水杨酸的酚羟基与三氯化铁反应生成紫色配合物。



## 二. 仪器与试剂

仪器及材料: 电子天平(感量0.01g), 150mL干燥锥形瓶, 100mL烧杯, 量筒(10mL), 移液器, 布氏漏斗, 抽滤瓶, 玻璃棒, 试管, 表面皿, 铝箔纸, 温度计, 水浴装置

试剂: 水杨酸(A.R.), 酞酸酐(A.R.), 对甲苯磺酸(A.R.), 饱和碳酸氢钠溶液, 0.1mol/L 三氯化铁溶液, 4.5mol/L 盐酸溶液, 去离子水

## 三. 实验内容和步骤

## 1. 乙酐水杨酸的制备

## ①. 称量与混合:

在150mL干燥锥形瓶中, 精确称取1.0g水杨酸, 加入2.5mL酞酸酐, 加入0.1g对甲苯磺酸作为催化剂, 充分振荡, 使反应物混合均匀。

## ②. 加热反应:

用铝箔纸盖住锥形瓶口, 防止水汽进入, 将锥形瓶置于65°C的水浴锅中,

Title/标题 乙酰水杨酸的制备

8 班 12 号

Name/姓名 王天一 Student ID/学号 2023511044 Date/日期 2024/11/15 页码 2

搅拌加热 25 分钟。

### ③. 冷却与析晶

取出锥形瓶，冷却至室温，边摇晃边慢慢加入 20 mL 去离子水（开始可滴加，防止产物以无定形态析出），然后在冰水浴中冷却 10 分钟，使晶体析出。

### ④. 过滤与洗涤

用布氏漏斗进行减压过滤，收集滤饼为粗产品，用 5 mL 冰冷的去离子水滴加在晶体上，慢慢打开真空阀，让水慢慢透过滤饼，重复洗涤 3 次，抽干，得到乙酰水杨酸粗产物。

## 2. 乙酰水杨酸的提纯

### ①. 溶解与过滤

将粗产物转移至 100 mL 烧杯，加入 12.5 mL 饱和碳酸氢钠溶液，搅拌 2 分钟，直至无  $\text{CO}_2$  气泡产生，进行减压过滤，滤出不溶的副产物聚合物。

### ②. 酸化与析晶

将滤液慢慢倒入盛有 8 mL  $4.5 \text{ mol/L}$  盐酸的 100 mL 烧杯中，搅拌均匀，乙酰水杨酸重新析出。

### ③. 冷却与过滤

在冰浴中冷却 10 分钟，使晶体结晶完全，然后进行减压过滤，用冷水洗涤滤饼 2~3 次，抽干水分。

### ④. 干燥与称量

将晶体转移到表面皿上晾干，称量产物质量，计算产率。

## 3. 乙酰水杨酸的检验

### ①. 取样测试

取少量乙酰水杨酸晶体，加入试管的 5 mL 水中，充分溶解。

### ②. 加入试剂

加入 1~2 滴  $0.1 \text{ mol/L}$  三氯化铁溶液，观察溶液颜色变化，记录实验现象。