

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 1

一. 预习思考题

1. 从化学平衡的角度说明为什么使用醋酸酐代替醋酸:

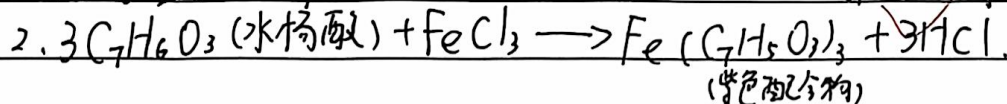
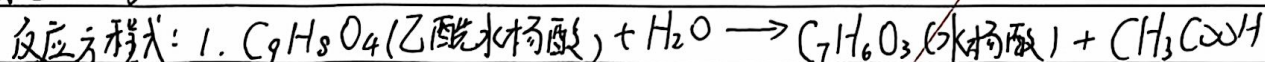
醋酸酐具有更高的反应活性, 能够更快地与水杨酸反应生成乙酰水杨酸。同时, 醋酸酐的使用可以减少反应生成的副产物水, 从而使平衡向生成乙酰水杨酸的方向移动, 提高产率。

2. 乙酰化反应中使用到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, 使乙酰化反应更完全。

3. 乙酰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。

乙酰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, 冰浴装置

试剂: 水杨酸 (A.R.), 醋酸酐 (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. 乙酰水杨酸的制备

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 醋酸酐, 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,

SIGNATURE/签字

张恩翔

DATE/日期

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20mL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5mL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100mL烧杯，加入12.5mL饱和碳酸氢钠溶液，搅拌几分钟，直至无CO₂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8mL 4.5mol/L盐酸的100mL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。

现象与方程式呢？

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5mL水中，充分溶解。

②. 加入试剂

加入1~2滴0.1mol/L三氯化铁溶液，观察溶液颜色变化，记录实验现象。

四. 实验数据与现象

最终产物质量：1.08g，产率为 $\frac{1.08g}{1.304g} \times 100\% \approx 82.8\%$

检验：加入三氯化铁溶液后，溶液仅见微量紫色，说明产品纯度较高。

标题/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 3

五. 思考题:

1. 以醋酸酐为原料制备乙酰水杨酸的反应中有哪些副产物, 如何除去?

副产物: 主要有醋酸和水杨酸之间的缩合产物(聚合物), 以及未反应完全的水杨酸
除去方法: 聚合物副产物: 不溶于碳酸氢钠, 可通过碳酸氢钠溶液处理并萃取。

未反应的水杨酸: 在重结晶和纯化过程中除去, 可通过三氯化铁检验确认。

2. 写出两种鉴定本实验产品纯度的实验方法。

三氯化铁检验: 纯净的乙酰水杨酸不与 $FeCl_3$ 发生显色反应, 而水杨酸会产生紫色, 故可用于检验水杨酸杂质。

熔点测定: 纯净的乙酰水杨酸熔点为 $135^{\circ}C$, 测定产品的熔点并与标准溶液比较, 可判断纯度。

六. 分析与讨论

本实验中产物损失可能的原因包括:

- ①. 反应不完全: 尽管反应进行了 25 分钟, 但水杨酸仍未完全转化。
- ②. 水杨酸分子之间可能发生缩合反应生成聚合物副产物, 导致有效产物的减少。
- ③. 在过滤、洗涤和转移过程中, 晶体可能粘附在器壁或者滤纸上, 导致质量损失。

环境与安全考虑:

①. 绿色化学原则: 尽管醋酸酐的原子经济性较低, 但它提高了反应的效率, 减少了能源和时间的消耗, 从整体上看, 选择最有效的反应路径有助于减少资源的浪费。

②. 安全操作重要性: 实验中涉及了腐蚀性试剂, 严格遵守安全操作流程, 确保了实验的顺利进行和人员的安全。