

# 浙江大学 实验报告

专业: 混合班  
姓名: 张弛  
学号: 3240107480  
日期: 2015.4.29  
地点:

课程名称: 普化实验(2) 指导老师: 赵玲丽 成绩:   
实验名称: 阿司匹林纯度分析 实验类型: 同组学生姓名:

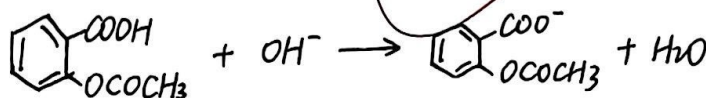
- 一、实验目的和要求(必填)
- 二、实验内容和原理(必填)
- 三、主要仪器设备(必填)
- 四、操作方法与实验步骤
- 五、实验数据记录和处理
- 六、实验结果与分析(必填)
- 七、讨论、心得

## 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

1. 滴定: 乙酰水杨酸  $pK_a=3.5$ . 可用 NaOH 标准溶液直接测定



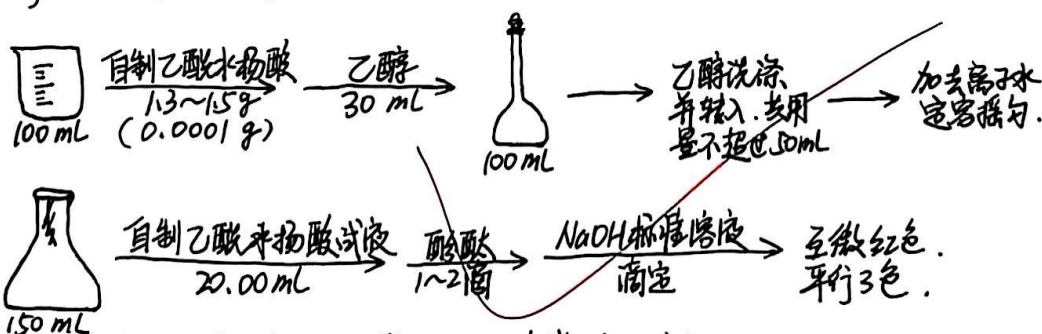
### 2. 测定熔点:

熔点 — 物质固液两相在标准大气压下达平衡时的温度。  
熔程(熔距) — 初熔温度和全熔温度差值。

本实验采用 WRR 目视熔点仪测定自制乙酰水杨酸的熔点: 在一个油浴循环管中, 通过高倍率的放大镜观察毛细管内样品的熔化过程, 温度检测采用直接入油浴管中贴紧毛细管底部铂电阻作探头, 所测得温度信号经放大显示。

## 三、实验步骤

### 1. 阿司匹林含量测定



2. 熔点测定: 样品管中加入样品  $\rightarrow$  将样品放入熔点仪内  $\rightarrow$  加热升温  $\rightarrow$  记录初熔及终熔温度
- 粗略可快  
精确在 10~15°C 时 1~2 分钟

实验名称: \_\_\_\_\_ 姓名: 张 坤 学号: 3240103480

#### 四. 注意事项

1. 熔点测定可同时测定3份样品
2. 样品须在干燥洁净的强钵中碾碎, 用自由落体敲击毛细管使样品填充紧实, 高度一致.
3. 毛细管插入油浴管前应将其外面沾有的物质清除, 以免把油沾弄脏
4. 插入及取出毛细管时必须小心, 防止折断.

#### 五. 数据记录与分析

$$C_{NaOH} = 0.1042 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$$

项目	1	2	3
$M_{\text{样品}}/\text{g}$		1.4870	
$V_{\text{初}}/\text{mL}$	0.32	0.49	0.55
$V_{\text{末}}/\text{mL}$	16.21	16.40	16.45
$V_{NaOH}/\text{mL}$	15.89	15.91	15.90
$W/\%$	100.3	100.4	100.4
$\bar{W}/\%$		100.4	
$d_r/\%$		0.03	

表1: 样品中阿司匹林含量测定

$$W = 5 \times \frac{C_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot M}{m_{\text{样品}}} \times 100\%$$

$$W_1 = 5 \times \frac{0.1042 \times 15.89 \times 10^{-3} \times 180.16}{1.4870} = 100.3\%$$

$$W_2 = 5 \times \frac{0.1042 \times 15.91 \times 10^{-3} \times 180.16}{1.4870} = 100.4\%$$

$$W_3 = 5 \times \frac{0.1042 \times 15.90 \times 10^{-3} \times 180.16}{1.4870} = 100.4\%$$

$$\bar{d}_r = \frac{1}{3\bar{W}} \sum_{i=1}^3 |W_i - \bar{W}| = 0.03\%$$

项目	1	2	3
初熔/ $^{\circ}\text{C}$	132.6	132.7	132.6
终熔/ $^{\circ}\text{C}$	134.0	133.9	134.0
熔程/ $^{\circ}\text{C}$	1.4	1.2	1.4

表2: 阿司匹林样品熔点测定

#### 六. 实验结果分析

##### 1. 含量测定结果分析:

- 结果表明, 样品中阿司匹林含量大于100%, 这是由于阿司匹林中可能含有杂质为水杨酸, 能与NaOH以1:2的比例反应, 因此该结果并不准确, 需进一步用其他方式来测定
- 从平行性来看, 三次滴定平行性较好, 相对平均偏差仅0.03%, 可以认为, 单从滴定结果来看, 是可靠的.

##### 2. 熔点分析:

- 熔程约1.7 $^{\circ}\text{C}$ , 超出了0.5~1 $^{\circ}\text{C}$ 的纯物质熔程, 可以断定样品纯度不高.
- 初、终熔点与文献值接近, 可以认为阿司匹林为样品主要成分.

##### 3. 其他误差分析:

- 在熔点测定时, 由于装样时未装实, 样品内存在大量气泡, 导致无法准确判断初熔点.

实验名称: \_\_\_\_\_ 姓名: 张弛 学号: 3240103480

### 七、思考题

1. ①样品一定要装填紧实。(采取自由落体的方式).  
②毛细管放入前应~~11~~擦净后放入, 避免污染.  
③升温速率不宜也快.
2. 事实上在酸性环境下, 乙酰水杨酸水解程度很小而可以忽略.
3. 有影响, 纯度会偏大, 甚至超过100%. 原因是水杨酸能以 1:2 与 NaOH 反应.

装

订

线