

浙江大学 实验报告

专业：混合班
姓名：张弛
学号：3240103480
日期：25/3.11
地点：X207

课程名称: 普化实验(乙) 指导老师: 赵玲丽 成绩:

实验名称: 解热镇痛药阿司匹林 实验类型: 合成 同组学生姓名:

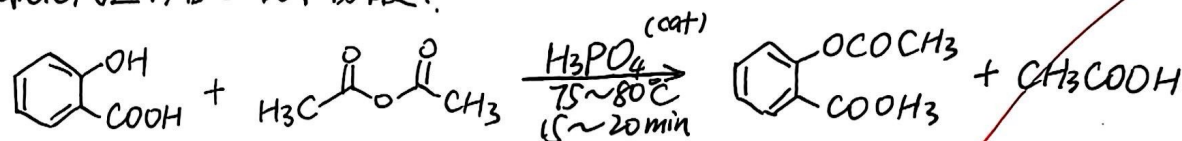
- | | |
|---------------|---------------|
| 一、实验目的和要求（必填） | 二、实验内容和原理（必填） |
| 三、主要仪器设备（必填） | 四、操作方法与实验步骤 |
| 五、实验数据记录和处理 | 六、实验结果与分析（必填） |
| 七、讨论、心得 | |

一、目的

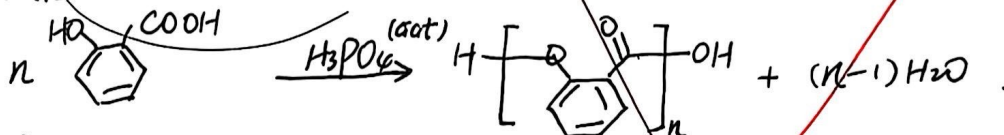
1. 掌握利用酞美酰化反应制备乙酰水杨酸的合成方法.
2. 掌握减压抽滤、水浴加热、重结晶等基本操作.

二、原理

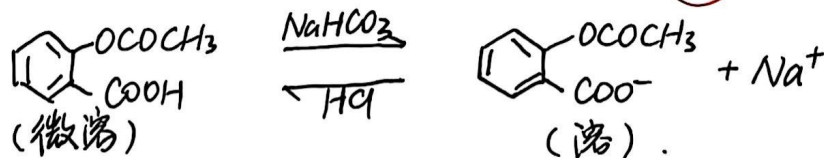
1. 酰化反应制备乙酰水杨酸:



副反应:

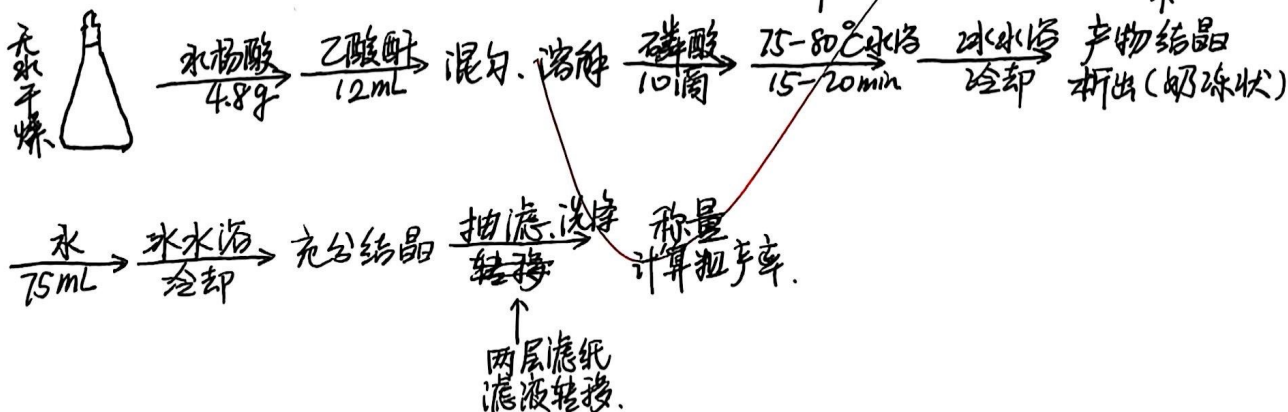


2. 提纯



三、实验步骤

八、制备



实验名称: 解热镇痛药阿司匹林的合成 姓名: 张弛 学号: 3240103480

2. 提纯

粗产品 \rightarrow $\boxed{\text{E}}$ $\xrightarrow[25\text{mL}]{\text{饱和NaHCO}_3}$ $\xrightarrow[\text{无CO}_2\text{产生}]{\text{至反应完全}}$ $\xrightarrow{\text{抽滤}}$ 滤液 $\xrightarrow{\text{洗涤}}$ $\boxed{\text{E}}$ $\xrightarrow[15\text{mL}]{1:2\text{HCl}}$

如果聚合度高, 可以直接用玻璃棒夹出.

$\xrightarrow[\text{冷却}]{\text{冰水浴}}$ 充分结晶 $\xrightarrow[\text{洗涤}]{\text{抽滤}}$ 称量 \rightarrow 计算产率.

四. 注意事项

1. 全程佩戴护目镜和手套.
2. 乙酸酐在通风橱中用加液器取用.
3. 乙酸酐易水解, 反应容器无水干燥.
4. 取用磷酸应注意安全, 缓慢加入.
5. 水杨酸和乙酸酐预混后, 才能加磷酸, 以免副产品过多.
6. 一定析出奶冻状固体后才可加水.
7. 酰化后加水应分多次少量加入, 防止剧烈水解致溶液溅出.
8. 从水浴锅中操作锥形瓶时, 戴上隔热手套, 防烫伤.

五. 数据和结果分析

水杨酸: ~~4.8g~~ $\frac{4.80\text{g}}{4.80\text{g}}$ 理论产物质量: $m_{\text{理论}} = 4.80\text{g} \times \frac{180.16}{138.12} = \underline{6.26\text{g}}$

络产物为较规则几何晶体, 表面有较明显反光, 但总体看去是白色粉末状.

实际称量得到 $m_{\text{实}} = 3.64\text{g}$. 计算产率 $y = \frac{m_{\text{实}}}{m_{\text{理论}}} = \frac{3.64}{6.26} \times 100\% = \underline{58\%}$.

六. 分析和讨论

① 定性分析纯度:

取少许产物 \rightarrow \bigcup $\xrightarrow[5\text{mL}]{\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}}$ $\xrightarrow[1\sim 2\text{滴}]{1\% \text{FeCl}_3 \text{ 溶液}}$ 观察溶液变化.

(米粒大小)

溶液呈浅黄色: 这说明产物中仍含有少量水杨酸, 因为 Fe^{3+} 本身呈黄色, 若完全不含水杨酸, 则溶液应呈黄色更深, 而正是因为呈紫红色与黄色综合后, 整体呈浅黄.

经验: 说明在第一步反应时, 反应不够充分. 这有可能是因为反应物原本温度较低, 升温到 80°C 所需要的时间久, 可适当延长第一步反应时间.

对比: 对比产物纯度高的同学的产物, 可以发现我的产物纯度远低于纯度高的同学.

② 产率分析:

1. 在整个流程中, 出现过多以次固体转移的操作, 每次不可避免地在滤纸上留下大量残留, 从而造成了产物的损失.

2. 在过滤完的洗涤操作中, 两次用去离子水去洗, 可能导致水杨产物溶于水而被洗去 (乙酰水杨酸微溶于水).

实验名称: 解热镇痛药阿司匹林合成 姓名: 张弛 学号: 3240103480

七、思考题

1. 作催化剂, 使最佳反应温度降到 80°C , 大大减少了副反应的进行. ~~加快反应速率~~
2. 第一次是将析出的晶体粗产物分离出来, 所以取滤饼 (在滤纸上)
第二次是加入 NaHCO_3 后滤去副产物, 所以取滤液.
第三次是加入 HCl 后产物再次析出, 所以取滤饼.
3. 乙酸酐易水解, 而水解产物乙酸无法与水杨酸反应生成阿司匹林;
且阿司匹林微溶于水, 若干燥仪器, 可导致产率下降.

装

订

线