

日期: 2024
地点: 紫金港化学实验中心

课程名称: 普化实验(乙) 指导老师: 陈晨 成绩: 90
实验名称: 乙酰水杨酸阿司匹林的合成 实验类型: 有机合成 同组学生姓名: _____

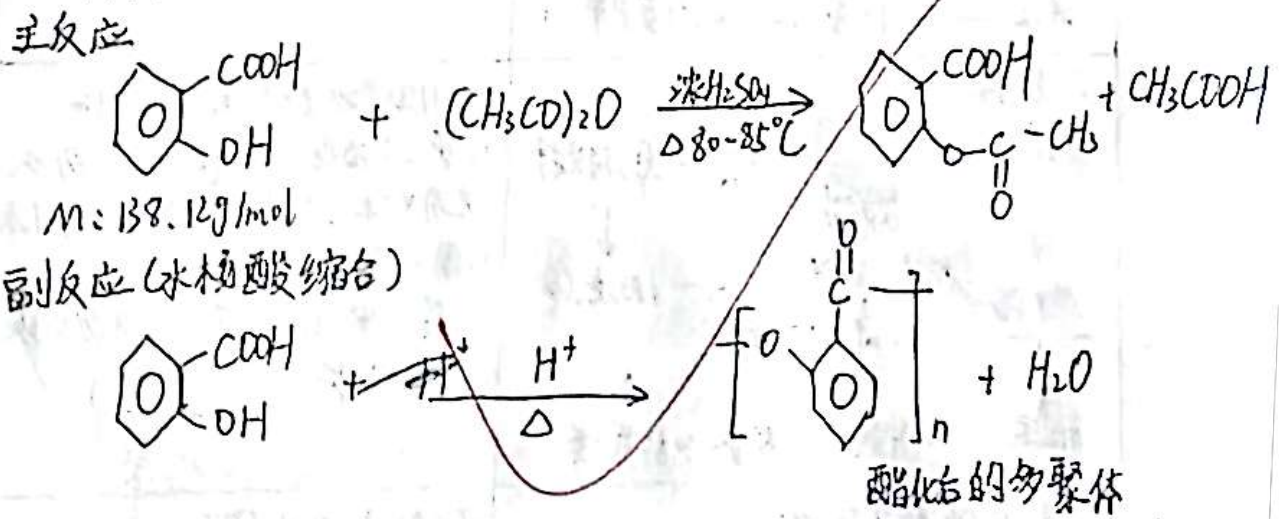
- 一、实验目的和原理 (必填)
- 二、实验内容和原理 (必填)
- 三、主要仪器设备 (必填)
- 四、操作方法与实验步骤
- 五、实验数据记录和处理
- 六、实验结果与分析 (必填)
- 七、讨论、心得

一、实验目的

- 1. 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



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

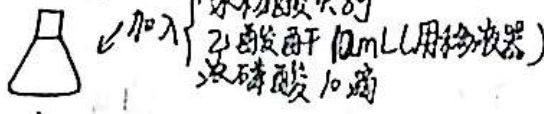

3. 乙酰水杨酸与 NaHCO_3 反应生成可溶性钠盐, 而副产物不溶于 NaHCO_3 , 可利用该性质纯化

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>将反应物溶解 (至大部分溶解) $\xrightarrow[80-85^\circ C]{\text{水浴}}$ 10-15 min $\xrightarrow{\text{水浴}}$</p> <p>抽滤 $\xrightarrow[\text{冷却}]{\text{冰水}}$ 加入 15mL 水 (除乙酸酐) $\xleftarrow{\text{至反应物呈冻胶状}}$</p> <p>↓ 固体</p> <p>洗涤 \rightarrow 称重 \rightarrow 计算产率</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. 保持无水, 锥形瓶保持干燥 2. 通风橱内加乙酸酐 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. 必须形成冻胶状再进行后续操作 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 \rightarrow  $\xrightarrow[25mL]{\text{饱和 } NaHCO_3}$ 充分搅拌</p> <p>↓</p> <p>冷水浴 $\xleftarrow{\text{搅拌}}$ 滤液 + 15mL 1:2 盐酸 $\xleftarrow{\text{抽滤②}}$</p> <p>↓</p> <p>抽滤① \rightarrow 洗涤 \rightarrow 称重 \rightarrow 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 $\xrightarrow{5mL H_2O}$ 试管 $\xrightarrow[1-2 \text{滴}]{1\% FeCl_3}$</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、实验结果分析

表1. 实验数据记录表

乙酰水杨酸/g	粗品/g	终品/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, 抽滤完全后有一层油状物
- (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初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. 过量的乙酰酐、 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