

阿司匹林的制备



制作成员

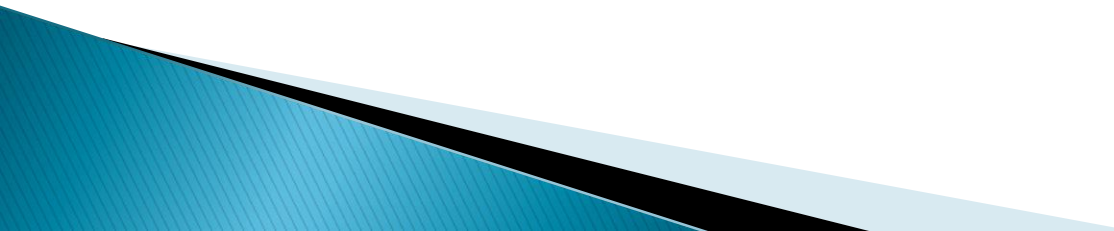
组长： **XXX** 负责编辑ppt 文字内容

副组长： **XXX** 负责拍摄ppt 的图片

组员： **XXX** 负责编辑ppt 的图片

组员： **XXX、XXX、XXX、.....**
(负责查找资料与提供意见)

实验目录（按评分标准）

- 1、 实验目的
 - 2、 实验器材
 - 3、 操作步骤
 - 4、 计算产率
 - 5、 注意事项
- 

实验目的

- 1、通过本实验，掌握酰化反应原理及基本操作技术
- 2、掌握抽滤、结晶、精制等基本方法

实验原理

利用醋酐在硫酸催化下形成乙酰正离子，
进攻水杨酸中的酚羟基氧，从而完成乙
酰化反应。

实验器材

1、试药

2、仪器与器具

试药



浓硫酸



水杨酸 (原料)



50%乙醇



无水乙醇



醋酐

仪器

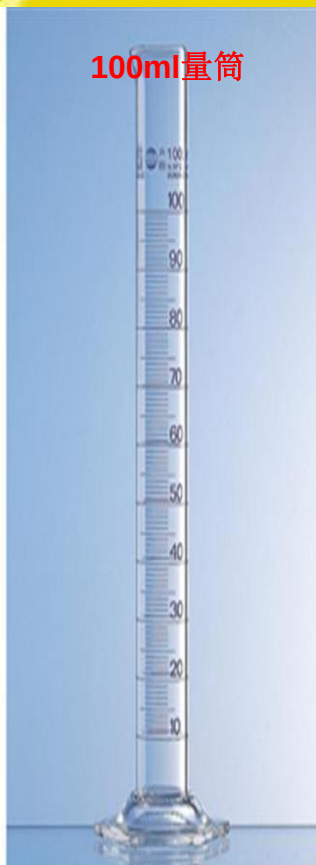
10ml量筒



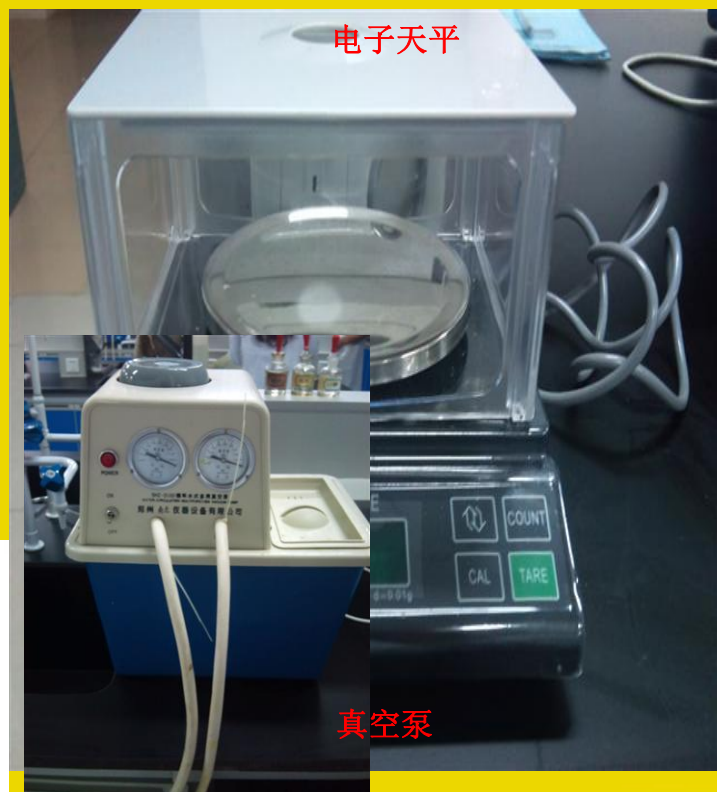
20ml量筒



100ml量筒



电子天平

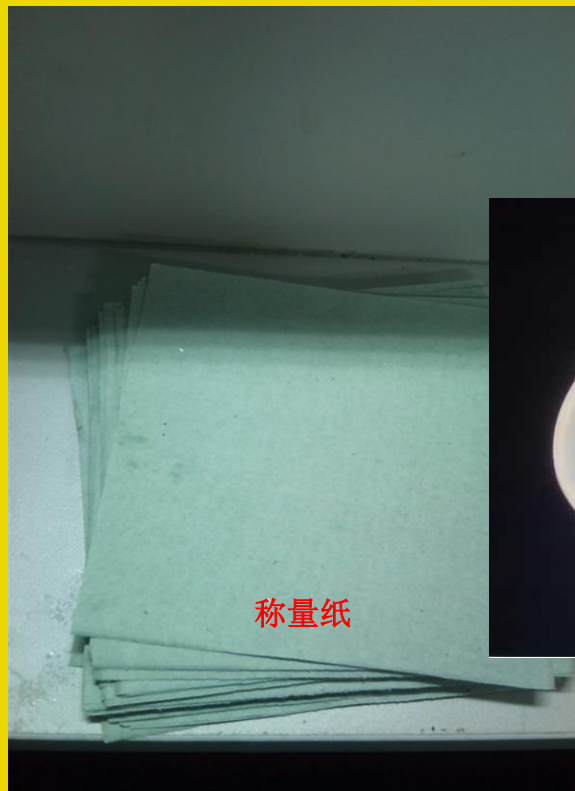


真空泵

仪器



洗瓶



称量纸

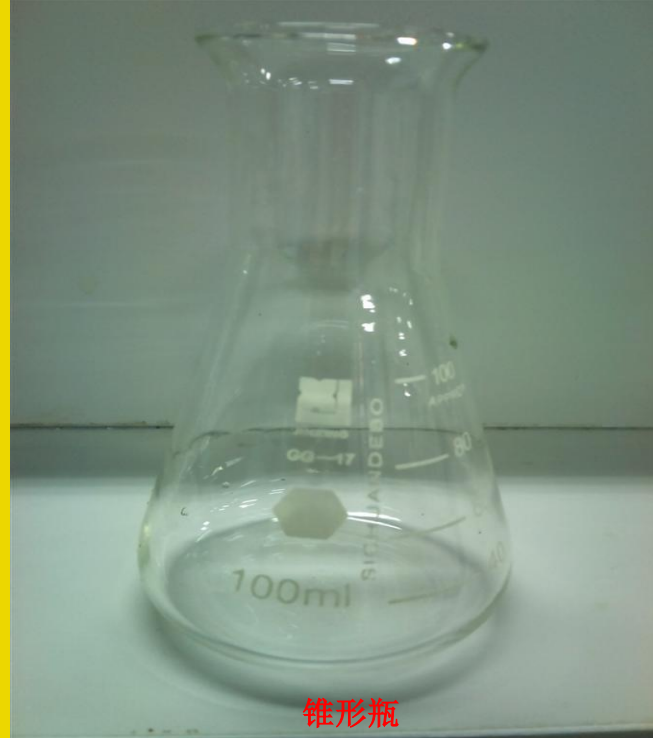


水浴锅

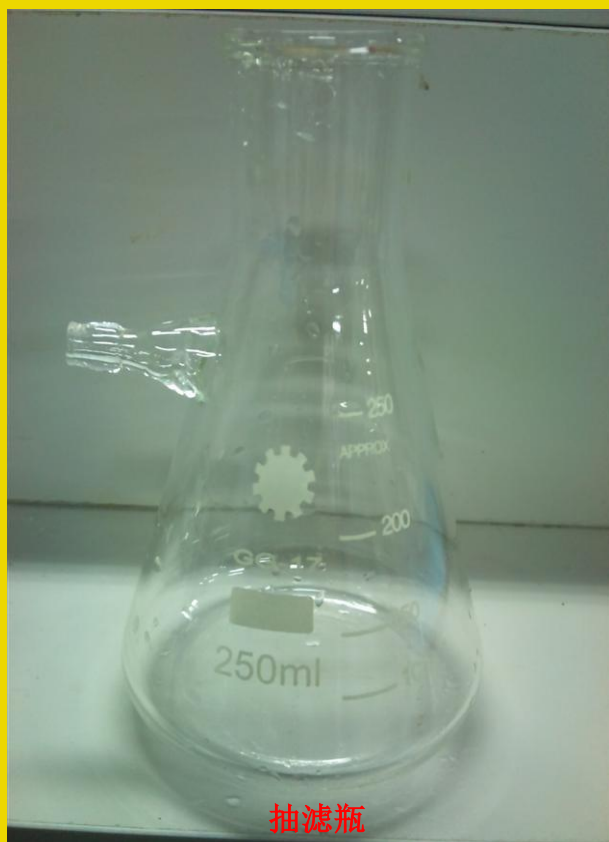


滤纸

仪器



锥形瓶



抽滤瓶



布氏漏斗



玻璃皿

仪器



玻璃棒



温度计



操作步骤:

- 1、酰化** 取品**5.0g+8ml醋酐+5滴浓H₂SO₄** → 轻摇溶解 水浴加热至50-60℃ (10min)
冷却至室温，待晶体析出，加纯化水**90ml**,用玻棒轻轻搅拌，冷却至大量晶体完全析出。
- 2、抽滤** 先湿润滤纸，边倒待滤结晶溶液边抽滤，得到的固体用**18ml**纯化水分三次洗涤,抽干得到粗品并进行称量，记录数据。
- 3、精制** 将所得粗品倒入**100ml**锥形瓶中，加无水乙醇**18ml**，水浴微热溶解；另用**100ml**锥形瓶装**48ml**纯化水加热至**60℃**，将粗品乙醇液倒入热水中，放至冷却至室温，针状晶体完全析出，进行抽滤；用**50%乙醇 3-6ml**洗涤2次，抽干得到精品，称重，记录数据。
- 4、计算收率** 产率=实际产量 (g) / 理论产量 (g) × 100%



倒入锥形瓶



8ml 醋酐



倒入锥形瓶

酰化



称品5.0g



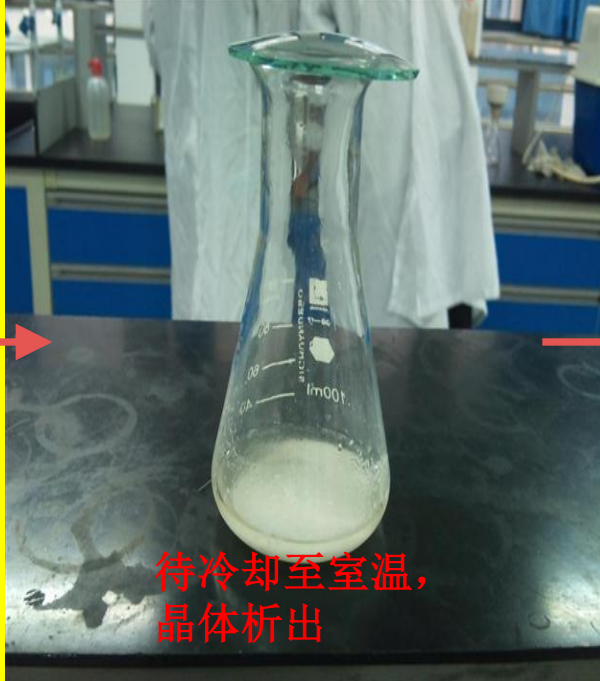
轻轻地振摇



滴加5滴浓硫酸



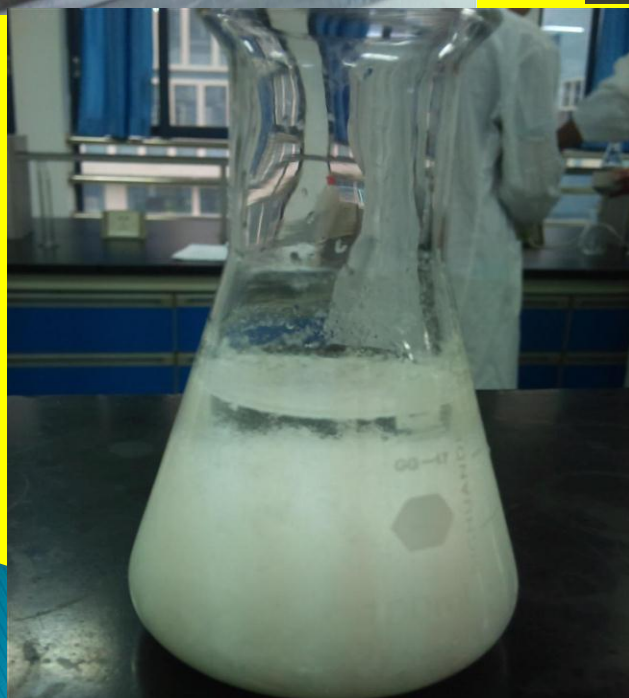
水浴加热到 $50-60^{\circ}\text{C}$,
并振摇10min



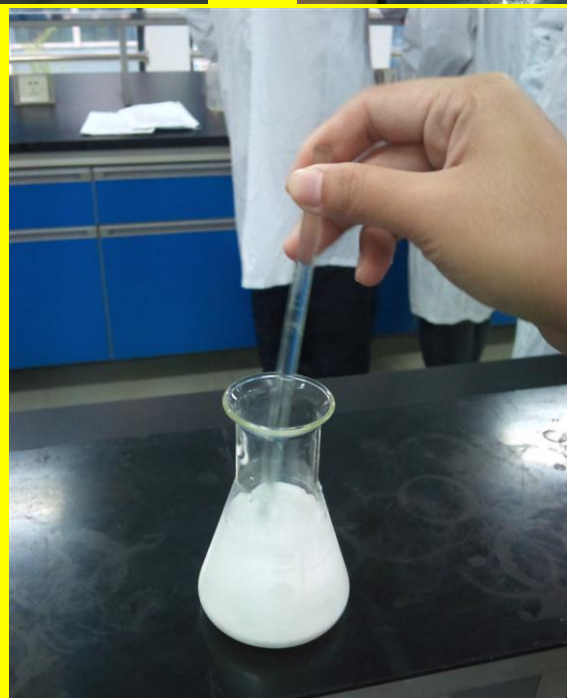
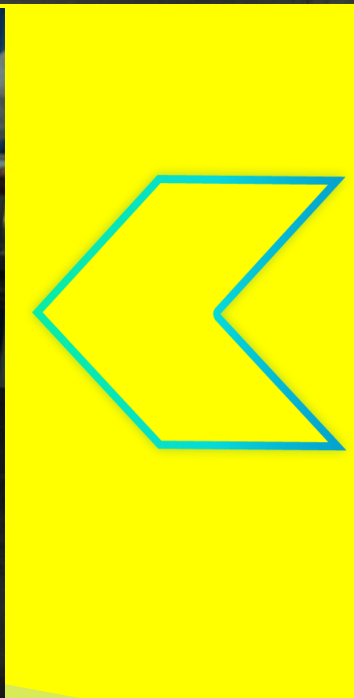
待冷却至室温,
晶体析出



加90ml纯化水



冷却至大量结晶析出

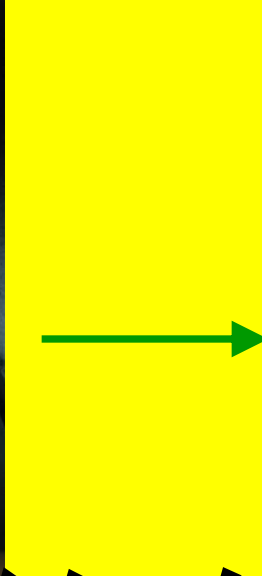


用玻棒轻轻搅拌



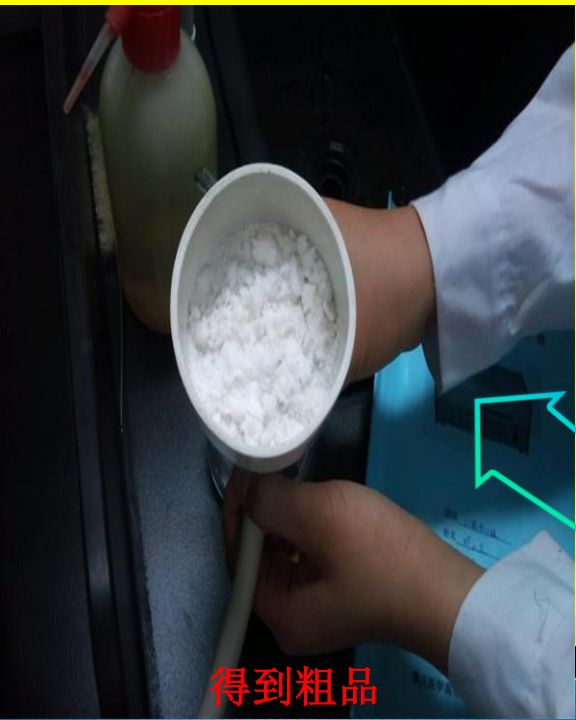


先用纯化水湿润滤纸



将待滤结晶溶液倒入漏斗，
进行抽滤

抽滤

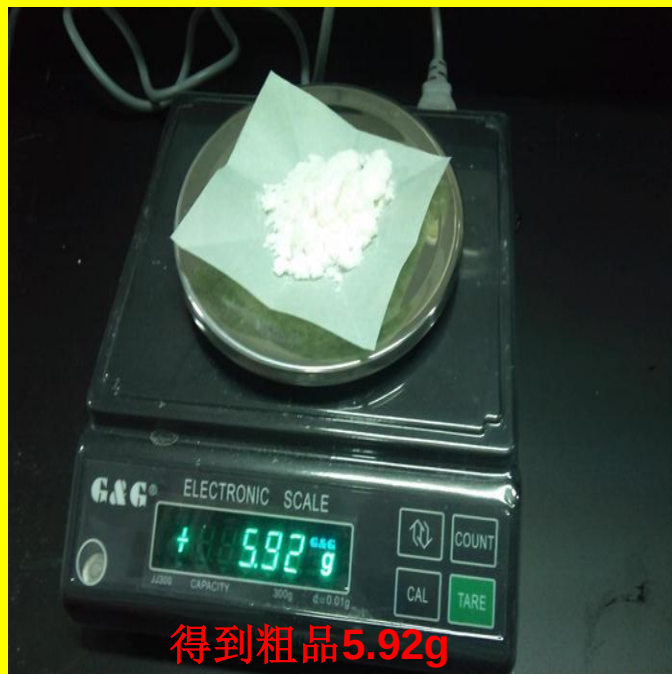


得到粗品



用18ml纯化水分三次洗涤，
并进行抽滤





得到粗品5.92g



精制



倒入锥形瓶



水浴微热溶解



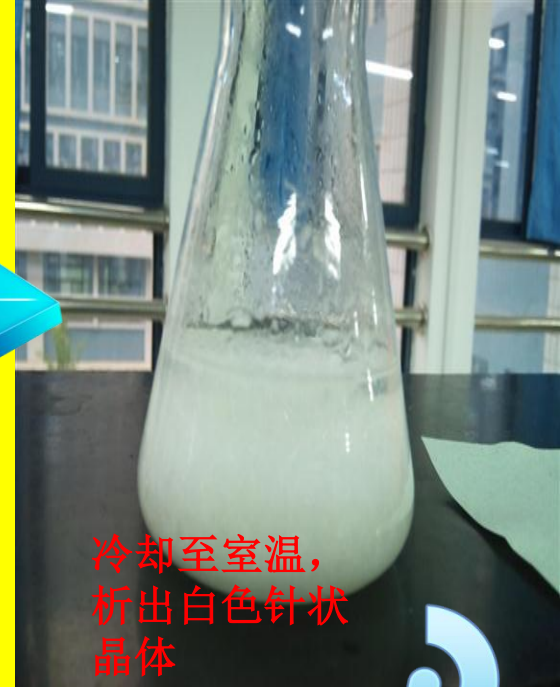
加入18ml
无水乙醇



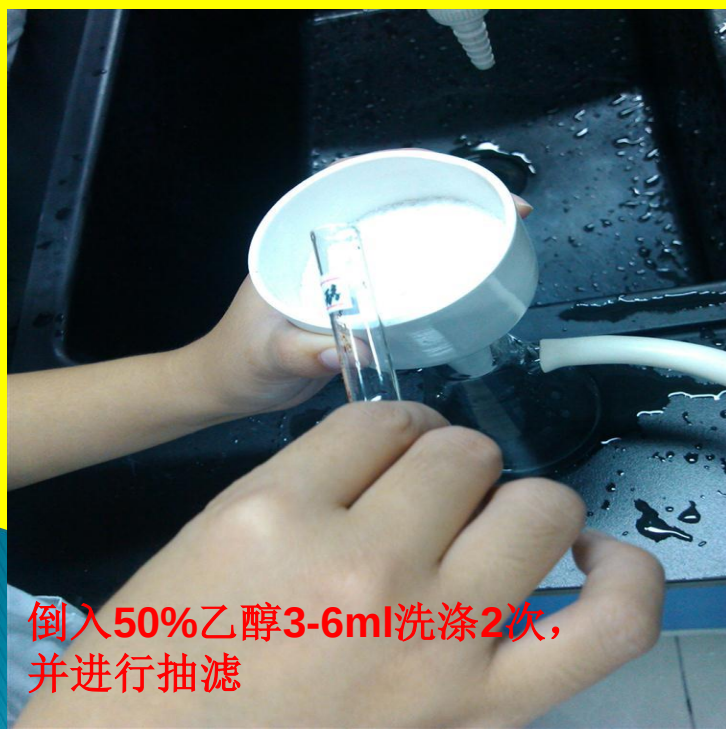
48ml纯化水加热至60℃



将粗品乙醇液
倒入热水中



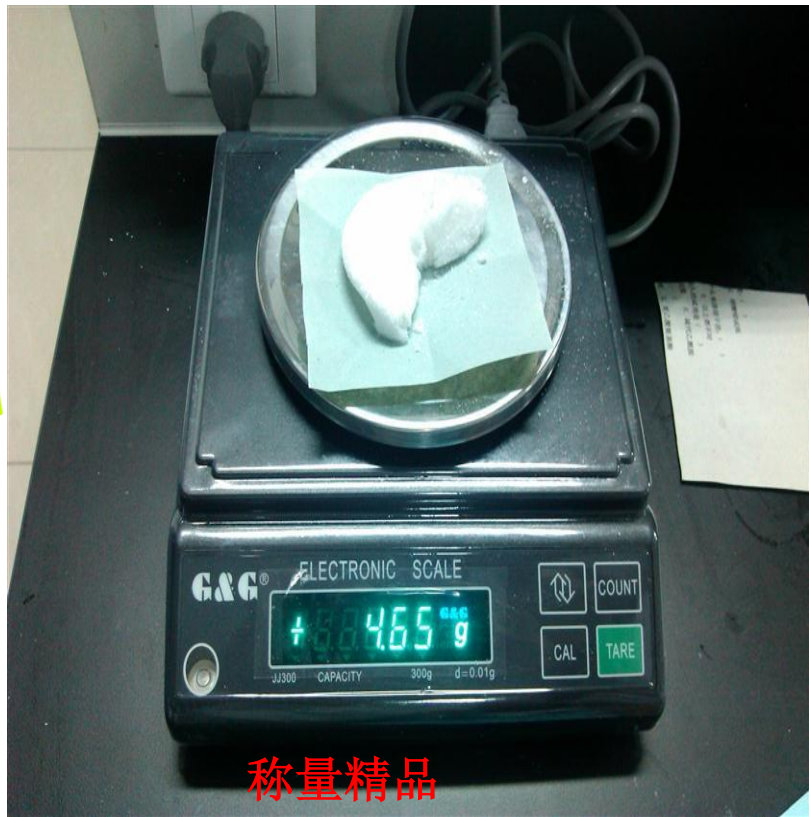
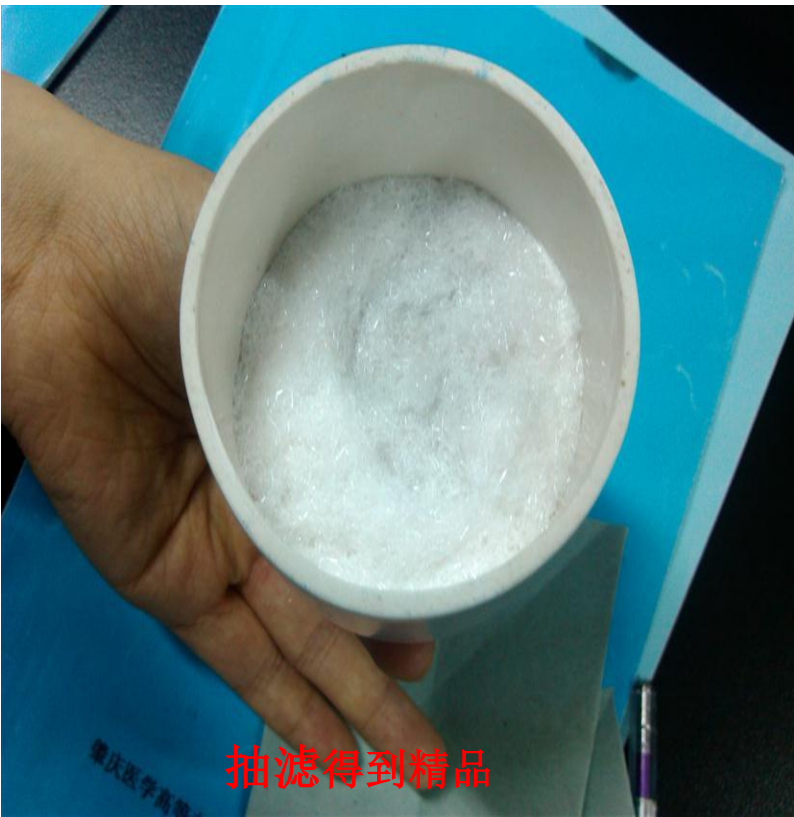
冷却至室温，
析出白色针状
晶体



倒入50%乙醇3-6ml洗涤2次，
并进行抽滤

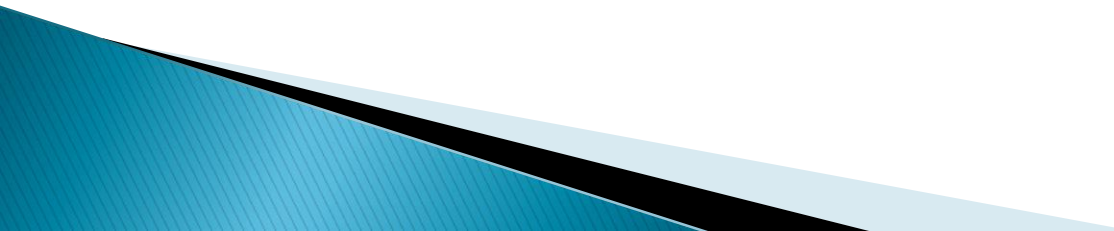


抽滤



计算产率:

$$\text{产率} = \text{实际产量 (g)} / \text{理论产量 (g)} \times 100\%$$

$$\text{理论产量} = 5.0 \times 180.16 / 138.12$$


注意事项

- ▶ 1、酰化时所用仪器必须干燥无水
- ▶ 2、刚开始时加入原料和反应物时，勿将固体沾附至瓶颈壁上
- ▶ 3、水浴加热时应避免水蒸气进入锥形瓶中，以防醋酐和生成的阿司匹林水解。同时反应温度不宜过高，否则会增加副产物（乙酰水杨酰水杨酸酯、水杨酰水杨酸酯等）的生成
- ▶ 4、水浴加热反应时若有结晶析出仍继续在50–60℃反应，一定保持10min
- ▶ 5、抽滤后得到的固体，在洗涤时，应先停止减压，用玻璃棒轻轻地将固体拔松，用约5ml水浸湿结晶，再打开减压阀抽滤

谢谢观赏