

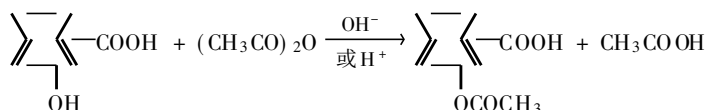
2003 年全国高中学生化学竞赛(冬令营)实验试题

湖北省化学化工学会命题组

乙酰水杨酸的合成、检验及纯度分析

一、实验原理和内容

乙酰水杨酸(Aspirin)是一种常用的解热镇痛、抗风湿类药物,广泛应用于临床治疗和预防心脑血管疾病,近年来还不断发现它的新用途,它可由水杨酸和乙酸酐反应得到:



乙酰水杨酸的 $\text{p}K_{\text{a}} = 3.49$, 其含量可用 NaOH 标准溶液直接滴定。

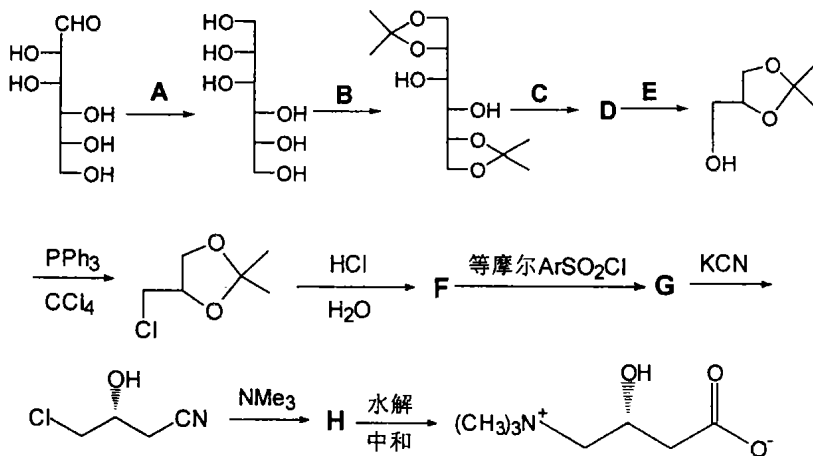
本实验内容包括:

- 1、由水杨酸和乙酸酐在碱催化下合成乙酰水杨酸;
- 2、标定 NaOH 标准溶液的浓度;
- 3、定性检验合成的产品;
- 4、用自己标定的 NaOH 标准溶液直接滴定以测定产品的纯度;
- 5、回答问题并完成实验报告。

二、实验仪器、试剂及材料

1、个人使用仪器

试管	15 × 150 mm	2 支	不锈钢水浴锅	1 个
烧杯	100 mL	2 个	不锈钢勺	1 支
	250 mL	1 个	量筒 10 mL	1 个
温度计	150℃	1 支	50 mL	1 个
石棉网		1 个	玻璃棒 18 cm	1 支
小漏斗、抽滤瓶	50 mL	1 套	煤气灯	1 个
锥形瓶	250 mL	3 个	碱式滴定管(A 级) 50 mL	1 支
培养皿	6 cm ~ 8 cm	1 个	蒸馏水洗瓶	1 个
滴定管架		1 套	称量瓶	2 个



(参考答案见第 4 期)

2、公用仪器

电子天平(万分之一, 百分之一, 2 人共用); 吸量管 1 mL~ 2 mL; 洗耳球; 不锈钢托盘; 减压水泵; 称量用手套; 小滤纸; 产品回收瓶。

3、试剂及材料(每实验台 1 套)

水杨酸(A. R)	无水碳酸钠(A. R)
乙酸酐(A. R, 新蒸)	FeCl ₃ 水溶液(20 g•L ⁻¹ , 滴瓶)
NaOH 溶液(约 0.1 mol•L ⁻¹ , 分单双号, 每人固定使用其中一种)	
邻苯二甲酸氢钾(G. R)	酚酞指示剂(2 g•L ⁻¹ , 滴瓶)
95% 乙醇(A. R, 已调至对酚酞指示剂显中性) 95% 乙醇(已调至对酚酞指示剂显中性, 洗瓶)	
NaOH 溶液(100g•L ⁻¹ , 用滴管加入)	盐酸(1+ 3) (滴瓶)
蒸馏水	冰块(2 块/人)

4、物理性质及常数

水杨酸: 相对分子质量 138. 12, 微溶于冷水, 易溶于热水、乙醇, 熔程 157℃~ 159℃, p*K*_{a1}= 2. 98, p*K*_{a2}= 13. 1。
乙酰水杨酸: 相对分子质量 180. 15, 微溶于水, 易溶于乙醇, 熔点 135℃, 可溶于 NaOH 等碱性溶液, 在碱溶液和沸水中水解。
乙酸酐: 相对分子质量 102. 09, 在水中慢慢水解生成乙酸, 溶于乙醇、醚, 沸点 139℃, *d*₄²⁰= 1. 0820, 有刺激性。
邻苯二甲酸氢钾: 相对分子质量 204. 22, 白色结晶粉末, 溶于水, 微溶于乙醇。

三、操作步骤

1、乙酰水杨酸的合成

向 15× 150 mm 的干燥试管中加入 1. 00 g 干燥的水杨酸(A, 监考人签字) 和 0. 05 g 无水碳酸钠(已称好), 用干燥的吸量管加入 0. 90 mL 乙酸酐, 放入 80℃~ 85℃的水浴(250 mL 烧杯) 中, 不断摇动试管, 直至水杨酸完全溶解, 再维持 10 min。事先在 100 mL 烧杯中加入 12 mL 冷水和 4 滴盐酸溶液(1+ 3), 趁热将试管中的反应物倒入在不断搅拌下的烧杯中, 然后置入冰水浴中冷却 15 min。小心压碎晶体, 用小漏斗(用夹子夹稳, 防翻倒) 抽滤收集产品(此处应注意设法提高产量), 并用冷水洗涤产品 3 次(每次约 2 mL), 尽可能抽滤干, 将产品转入已称重(精确至 0. 01 g, B, 监考人签字) 和标记的干燥培养皿中, 压碎摊开。由监考人分批用托盘集中后放入烘箱, 在 95℃下干燥 50 min, 称量产品(C g, 精确至 0. 01 g, 监考人签字), 记录产品外观(D, 监考人签字), 计算产率(计算式及结果, E)。

2、NaOH 溶液(约 0.1 mol•L⁻¹) 的标定

采用递减称量法, 准确称取邻苯二甲酸氢钾 3 份, 每份 0. 35 g~ 0. 45 g(A, 监考人签字), 分别置于 250 mL 锥形瓶中, 加入约 30 mL 蒸馏水, 溶解后, 加入适量酚酞指示剂, 用 NaOH 标准溶液(约 0.1 mol•L⁻¹, 注意单双号, 并记录编号 B) 滴定至溶液呈微红色, 30 秒内不褪色即为终点。记录所消耗 NaOH 溶液的体积(B, 监考人签字), 计算 NaOH 溶液的浓度 C 和标定结果的相对平均偏差 D(要有计算式)。

3、合成产品的定性检验

取少许乙酰水杨酸产品(约半个米粒大小), 加入约 4 mL 水和 2 滴 FeCl₃溶液(20 g•L⁻¹), 振摇并记录溶液颜色的变化(A, 监考人签字), 随后在沸水浴中放置 1 min~ 2 min, 记录颜色变化 B, 写出产物在沸水浴中水解的化学反应式并简要叙述其颜色变化理由。继续加入 2~ 3 滴 NaOH 溶液(100 g•L⁻¹), 记录现象 C 并简要解释其原因。

4、乙酰水杨酸的纯度分析(平行测定 3 份)

采用递减称量法, 准确称取自制的乙酰水杨酸 3 份, 每份约 0. 25 g(A, 监考人签字), 分别置于 250 mL 锥形瓶中, 加入 25 mL 95% 乙醇(已调至对酚酞指示剂显中性), 摇动使其溶解, 再向其中加入适量酚酞指示剂, 用自己标定的 NaOH 溶液滴定至出现微红色, 30 秒钟不变色为终点(在不断摇动下较快地进行滴定), 分别记录所消耗 NaOH 溶液的体积(B, 监考人签字)。根据所消耗 NaOH 溶液的体积, 分别计算乙酰水杨酸的质量分数(%) C、平均质量分数 C。

四、在实验报告纸上回答下列问题

- 1、写出用碱滴定乙酰水杨酸的反应式。
- 2、在上述滴定过程中, 为防止乙酰基在滴定过程中水解, 应如何正确操作?
- 3、列出标定 NaOH 溶液浓度和测定乙酰水杨酸质量分数的计算式。