

药物化学

班级：药学六班

组员：利醒民 38

黄秀云 45

董丽娟 47

洪晓宇 52

指导老师：曾赞昀

阿司匹林的重结晶

- 阿司匹林
- 中文名称：乙酰水杨酸
- 分子式： $C_9H_8O_4$
- 分子量：180

一、实验目的

- 1、掌握配制饱和溶液、抽气过滤、趁热过滤的方法。
- 2、熟悉重结晶法提纯有机化合物的原理和方法。
- 3、了解重结晶的意义。

二、基本原理

从有机化学合成得到的固体粗产物往往含有未反应的原料、副产物及杂质，必须加以分离纯化。提纯固体有机物最常用的方法之一就是重结晶，其原理是利用混合物中各组分在某种溶剂中的溶解度不同，或在同一种溶剂中不同温度时的溶解度不同，而使它们相互分离。

溶剂的选择：

“相似相溶”：溶质往往易溶于结构与其相似的溶剂中。一般来说，极性的溶剂溶解极性固体，非极性溶剂溶解非极性固体。

适宜的溶剂应符合以下条

件：

1. 与被提纯的有机物不起反应；
2. 对被提纯的有机物应易溶于热的溶剂中，而在冷溶剂中几乎不溶；
3. 对杂质的溶解度很大（杂质留在母液中不随被提纯物的晶体析出，以便分离）或很小（趁热过滤除去杂质）；
4. 冷却能得到较好的结晶；
5. 溶剂的沸点适中；
6. 价廉易得，毒性低，回收率高，操作安全。

三、实验仪器

▣ 1. 主要仪器

- ▣ 天平、布氏漏斗、滤纸、锥形瓶、水浴锅、温度计（100℃）、量筒、烧杯。

▣ 2. 实训药品

- ▣ 蒸馏水
- ▣ 95 % 乙醇

一般基本步骤

一定量固体混合物

放入一定量的溶剂中

固体不能全部溶解，是一个过饱和溶液

加热后，溶解度增大，溶液变为饱和溶液

加热使固体全部溶解

趁热过滤

冷却析晶

去除杂质

随温度下降，溶解度下降，固体慢慢析出

抽气过滤

较纯固体

四、实验操作

步骤一：粗品 → 150ml 锥形瓶 → 30ml 95% 乙醇
→ 水浴加热溶解

步骤二：取 75ml 水 → 150ml 锥形瓶 加热至 70℃

步骤三：步骤一的乙醇溶液 $\xrightarrow{\text{倒入}}$ 步骤二热水中
(如果有固体析出则加热至澄清)

步骤四：冷却 1h → 晶体析出后 → 抽滤 → 用
10ml 50% 乙醇洗滤饼 → 抽干 → 晾干 → 称重
→ 计算产率

五、产率计算

$$\text{产率} = \frac{\text{实际产量 (称量)}}{\text{理论产量 (计算)}} \times 100\%$$

$$\text{理论产量: } 10.0124 \text{ m 阿司匹林} \\ \frac{\quad}{138.12} = \frac{\quad}{180.16}$$

解得 m 阿司匹林 = 13.0599g

实际产量: 4.8074g

4.8074

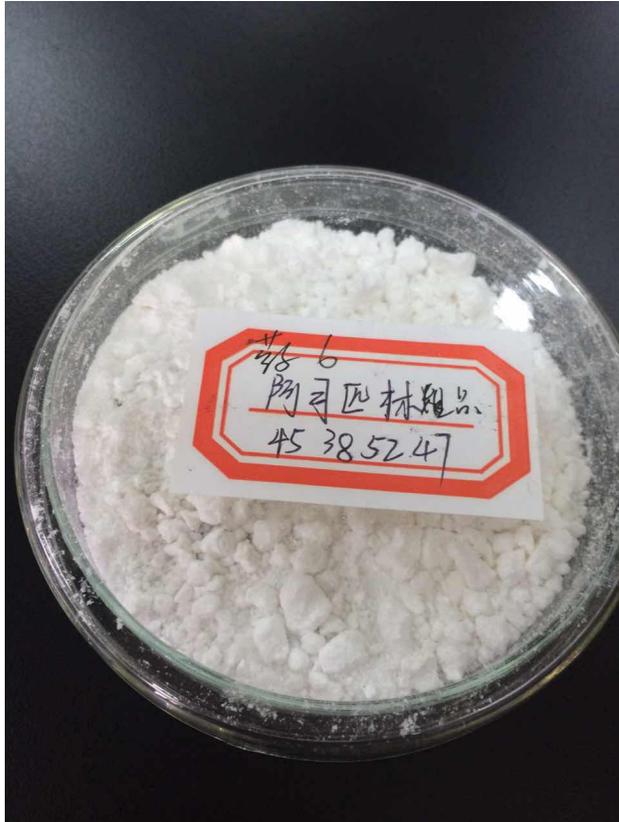
产率: $\frac{\quad}{\quad}$

$\times 100\% = 36.80\%$

13.0599

实验现象

阿司匹林粗品



阿司匹林精制



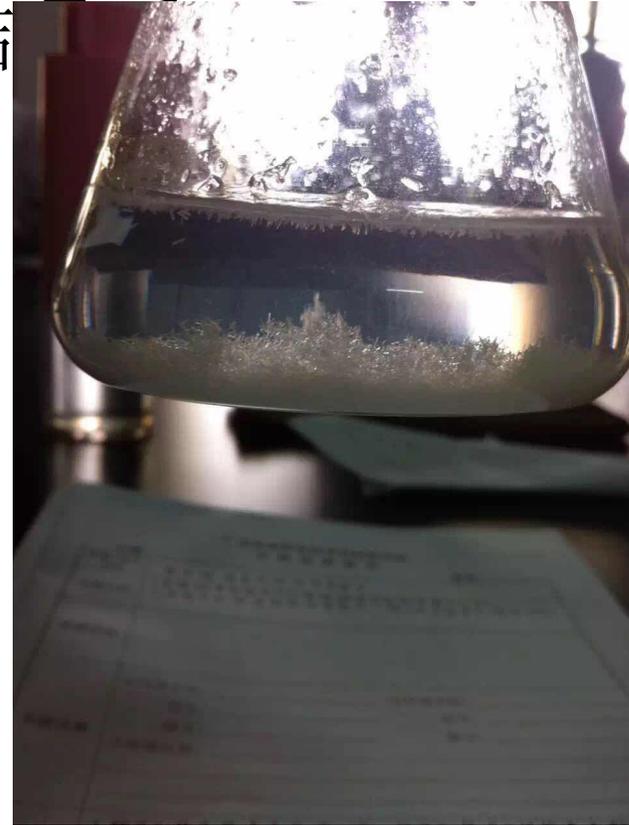
实验现象

前



重结晶

重结



思考题 ???

1. 为什么选用乙醇 - 水为溶剂进行重结晶？在精制过程中，为什么要使滤渣温度自然下降？若下降太快会出现什么情况？

答：乙醇 - 水为溶剂，不会和阿司匹林发生反应；被提纯的阿司匹林易溶于热的乙醇 - 水溶剂中，而不溶于冷的乙醇 - 水溶剂中；对杂质的溶解度很大或很小；能得到较好的结晶；溶剂的沸点适中；价廉易得，毒性低，回收率高，操作安全

避免形成的结晶会很细，表面积大，吸附的杂质多

如果快速冷却，就会在短时间内析出大量微小晶体，形成胶状沉淀，不利于过滤；另外滤液自然冷却是让其自然结晶，温度降太快结晶速度快，中间易裹进去杂质。

2. 两步抽滤分别要去除什么杂质？

答：第一步：除去溶解度较小的杂质

第二步：除去溶解度比阿司匹林大的杂质

注意：在重结晶的时候自然冷却。

如果快速冷却，就会在短时间内析出大量微小晶体，形成胶状沉淀，不利于过滤。

另外滤液自然冷却是让其自然结晶，温度降太快结晶速度快，中间易裹进去杂质。

小结：分析产率低的原因？

水杨酸与乙酸酐混合后没有及时加入浓硫酸并加热，发生较多副反应；水杨酸分子之间有可能发生缩合反应