

阿司匹林的纯度检测及含量测定

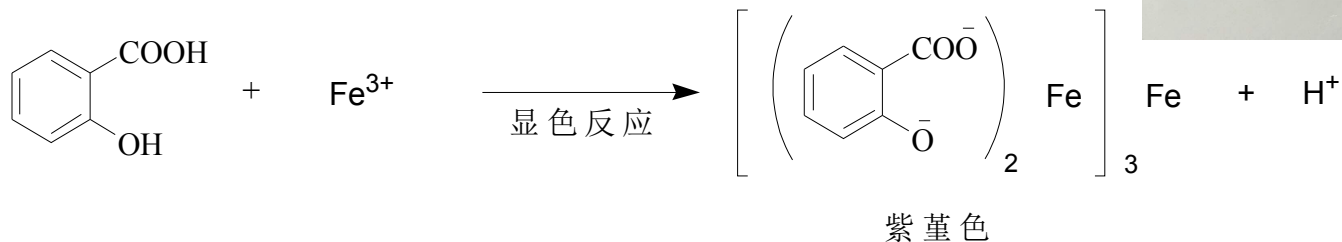
一、实验目的

1. 掌握产品纯度检测原理和方法。
2. 掌握阿司匹林含量测定的原理及方法
2. 掌握碱式滴定操作

二、基本原理

1. 游离水杨酸检查原理

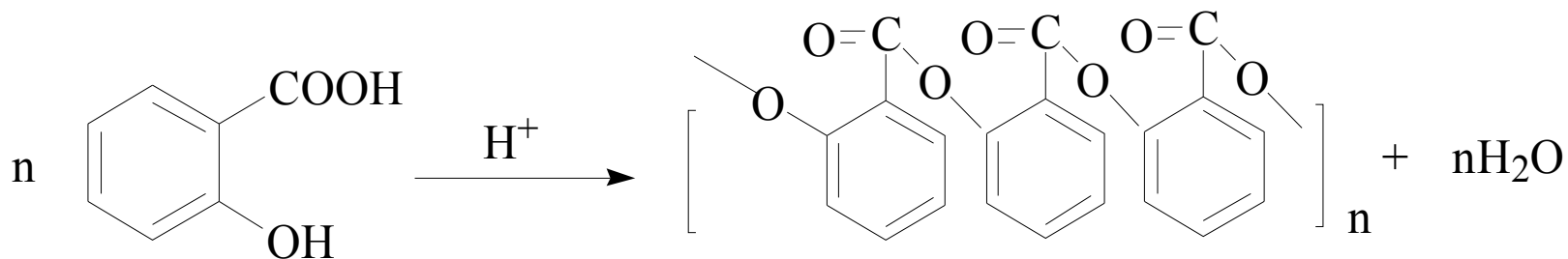
水杨酸具有酚羟基，能与含**铁离子试剂**呈现颜色反应，此性质可作为阿司匹林的纯度检验。



2. 澄清度检查原理

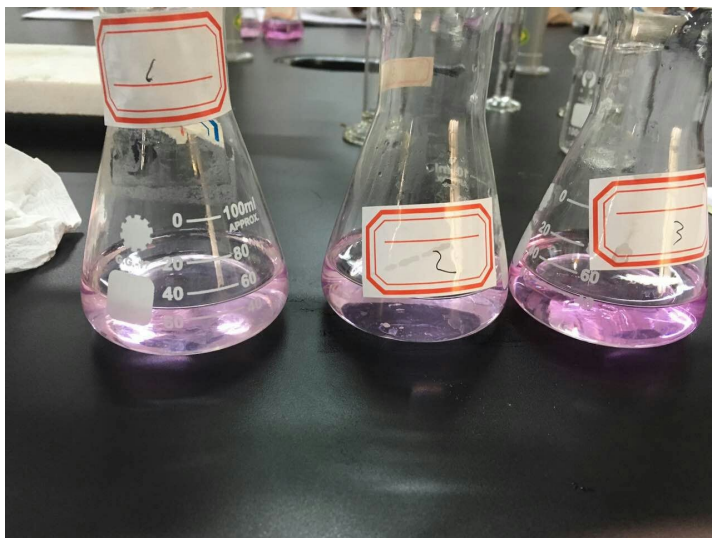
在合成阿司匹林的同时，水杨酸分子间可发生缩合反应，生成少量的聚合物（副产物）。

阿司匹林可与碳酸钠反应生成水溶性的钠盐，而作为杂质的副产物则不溶于碳酸钠溶液。



3. 阿司匹林含量测定原理

阿司匹林结构中有羧基，酸性较强，故可用氢氧化钠滴定液直接滴定。滴定生成的乙酰水杨酸钠偏碱性，故用酚酞作为指示剂。（酸碱滴定）



酸碱滴定的正确手势



三、实训用品

1. 主要仪器

比色管（50ml）、天平、碱式滴定管、锥形瓶、温度计（100℃）、量筒、铁架台、试管、大烧杯、铁架台、铁圈、电炉、试管。

2. 实训药品

碳酸钠试液、中性乙醇、酚酞指示液、0.1mol/L 的氢氧化钠滴定液

硫酸铁铵指示液：取盐酸溶液（9→100） 1ml，加硫酸铁铵指示液 2ml 后，再加水适量至 100ml

水杨酸对照液：称取水杨酸 0.1g，加水溶解，加冰醋酸 1ml，再加水使成 1000 ml，摇匀



四、实验操作

1. 阿司匹林中游离水杨酸检查（比色管）

步骤一：小烧杯取自制阿司匹林 **0.10g**，加乙醇 **1ml** 溶解后，加水 **49ml**，立即加新制的硫酸铁铵溶液 **1ml**，摇匀，倒入比色管中。

步骤二：用小烧杯取 **1ml** 水杨酸对照液，加乙醇 **1ml**，水 **48ml** 与新制的稀硫酸铁铵溶液 **1ml**，摇匀，倒入比色管中。

记录步骤一和步骤二的颜色

2、酸碱滴定

第一步：基准邻苯二甲酸氢钾（KHP 204.22 g/mol）溶液的配制

采用递减称量法，精密称取在 $105^{\circ}\text{C}\sim 110^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的基准邻苯二甲酸氢钾 3 份，每份 **0.27g**，放置于 3 个锥形瓶中，分别加 **40ml** 蒸馏水使之完全溶解。

第二步：标定过程

在邻苯二甲酸氢钾溶液中分别加 **2** 滴酚酞指示剂，用待标定的氢氧化钠溶液滴定至溶液由无色变浅红色，且 **30** 秒不褪色，即可。记下所消耗的滴定液的体积，三次的结果求平均值

五、数据处理

氢氧化钠滴定液浓度计算：

$$C_{\text{氢氧化钠}} V_{\text{氢氧化钠}} = m_{\text{邻苯二甲酸氢钾}} / M_{\text{邻苯二甲酸氢钾}}$$

C 为氢氧化钠滴定液的摩尔浓度 (mol/L)

V 为氢氧化钠滴定液消耗的体积 (L)

m 邻苯二甲酸氢钾为邻苯二甲酸氢钾取样量 (g)

M 邻苯二甲酸氢钾为邻苯二甲酸氢钾摩尔质量 =204.22 g/mol

根据 3 次 V 氢氧化钠分别计算 C 氢氧化钠，取平均值，即为氢氧化钠滴定液的摩尔浓度。

$$F = C_{\text{氢氧化钠}} / 0.1 \text{mol/L}$$

$$F = C / 0.1 \text{mol/L} = 1.003$$

	消耗 NaOH 液体 体积	邻苯二甲酸氢钠 重量	氢氧化钠浓度的 计算	氢氧化钠浓 度
样本 1	13. 62	0. 2699	C=m/M/v	0. 097
样本 2	13. 4	0. 2787		0. 1018
样本 3	13. 2	0. 2754		0. 1005
平均值	13. 41	0. 2747		0. 1003

	消耗 NaOH 液体体 积	阿司匹林的重量	阿司匹林含量的计算	阿司匹林浓度
样本 1	22.56	0.4007		0.978
样本 2	22.65	0.4008		0.9817
			阿司匹林 $\% = vTF/m \times 100\%$	
样本 3	22.6	0.403		0.9742
平均值	22.6	0.4015		0.9778