

# 阿司匹林的合成及红外 光谱法表征

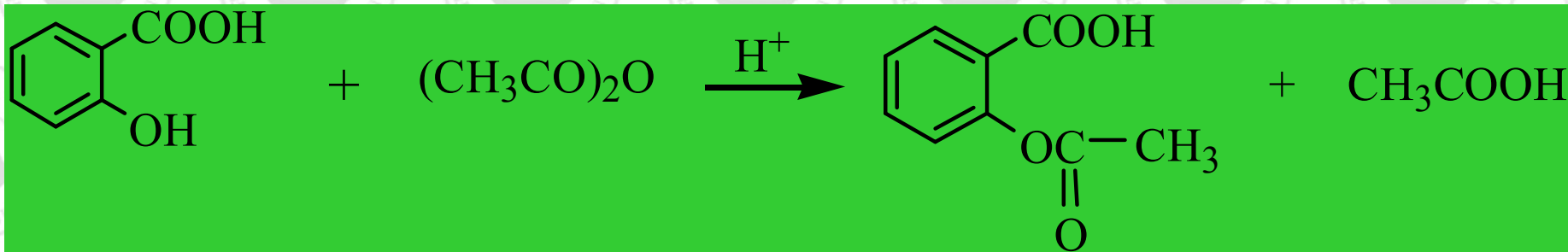
乙酰水杨酸俗称阿司匹林，为重要的医药。具有退热、镇痛、抗风湿等作用。

## 实验目的：

- 1. 学习用乙酸酐作酰基化试剂制乙酰水杨酸的实验方法，了解反应原理。
- 2. 掌握回流装置的安装和使用。
- 3. 学习重结晶原理及基本操作。
- 4. 学习利用光谱法对合成产物进行表征。

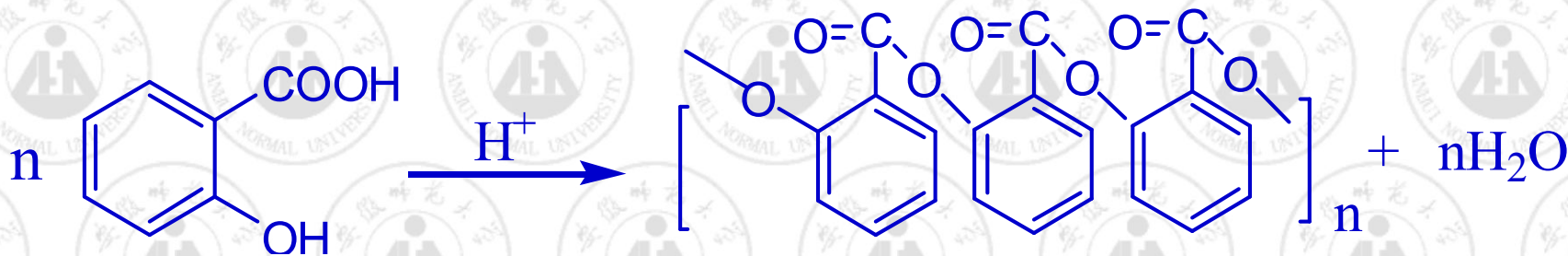
## 基本原理:

乙酰水杨酸是水杨酸（邻羟基苯甲酸）和乙酰酐，在少量浓硫酸（或干燥的氯化氢，有机强酸等）催化下，脱水而制得的。



## 副反应:

在生成乙酰水杨酸的同时，水杨酸分子间可发生缩合反应，生成少量的聚合物。



乙酰水杨酸能与碳酸氢钠反应生成水溶性钠盐，而其副产物聚合物不能溶于碳酸氢钠溶液。利用这种性质上的差别，可纯化阿司匹林。



100 mL锥形瓶  
(干燥)

加入

乙酸酐 (4.5 mL)

水杨酸 (3.15g)

滴加 5d浓硫酸

水浴加热

20分钟

稍冷,搅拌下倒入  
100 mL冰水中

瓶内温度在70℃左右

析出结晶、抽滤

粗产品

重结晶

趁热过滤, 冷却

产物

95%乙醇和水1:1

抽滤, 干燥

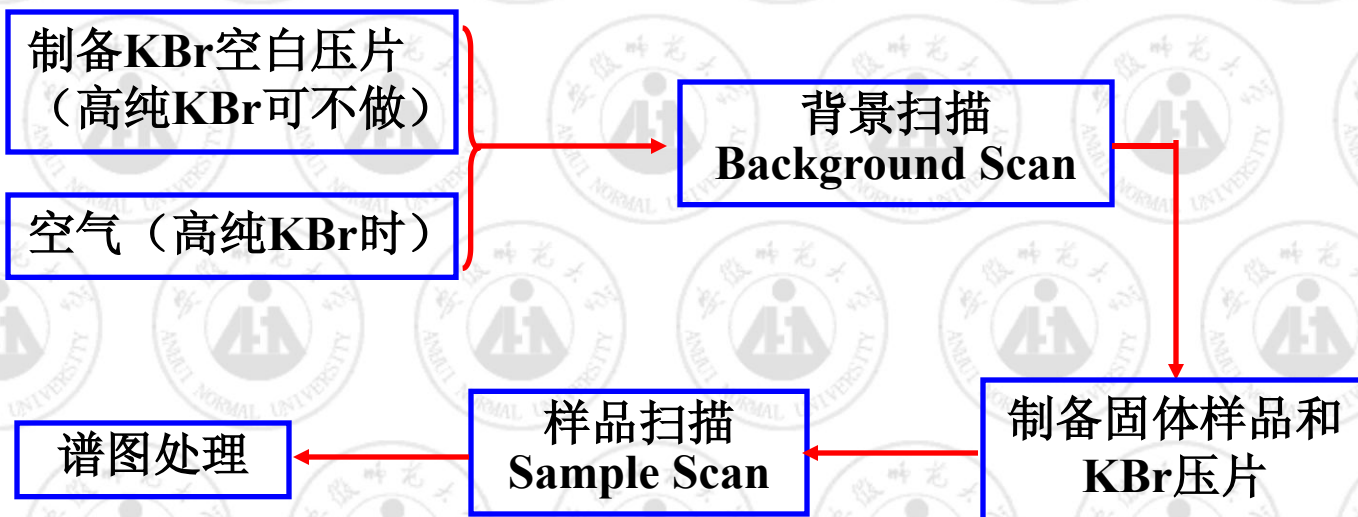
# 阿斯匹林的红外光谱表征



FTIR-8400S红外光谱仪（日本，岛津公司）

# 样品的测定 (KBr压片法)

## 固体样品测定流程示意:

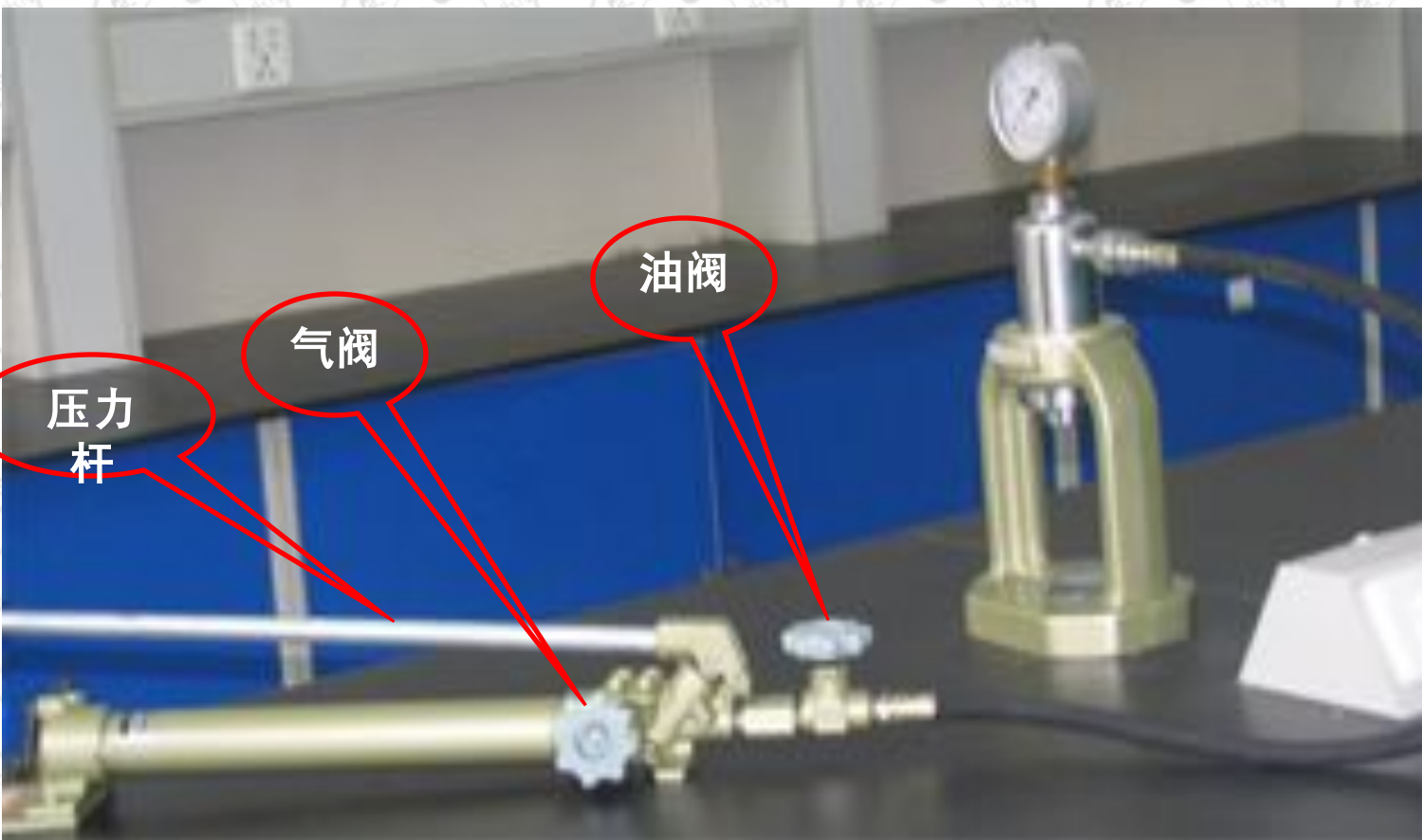




# KBr压片的制备（以制备Aspirin样品为例）





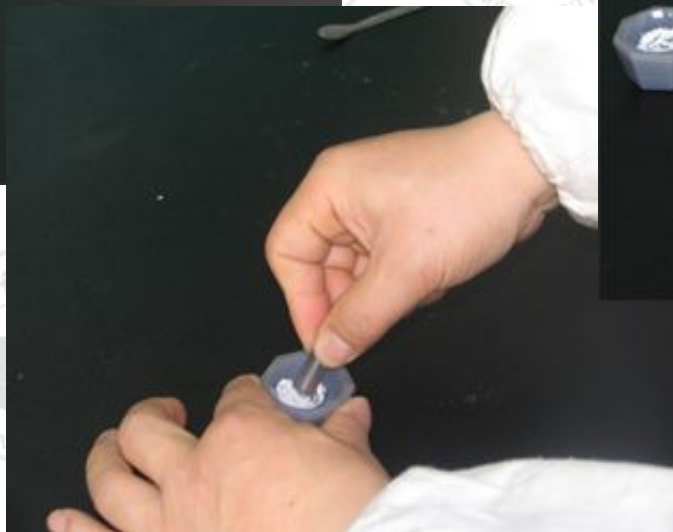


压力杆

气阀

油阀

手动液压机



取0.2~0.4克KBr，在玛瑙研钵中充分研细，然后取2~4毫克Aspirin，即样品的量约为KBr的1%（此操作在红外灯下进行）



**在底座上先放一个样品底座（硅碳钢圆柱，光滑干净面向上），再将压片框架平稳的套在样品底座露出部分上。**



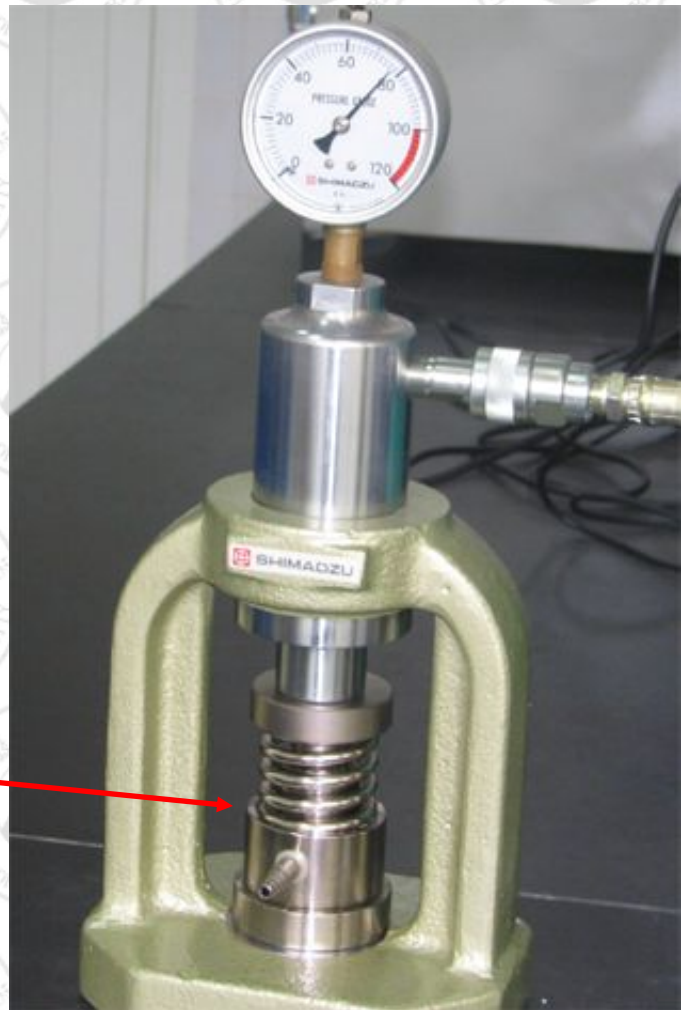


将充分研磨的样品和KBr混合粉末倒入样品框架中，注意尽量不要散落到侧壁上，用药匙柄将药品调节铺平后放上第二个样品底座，此时光滑面向下。





**套上保护外套，放上弹簧，最后插入模压杆。**

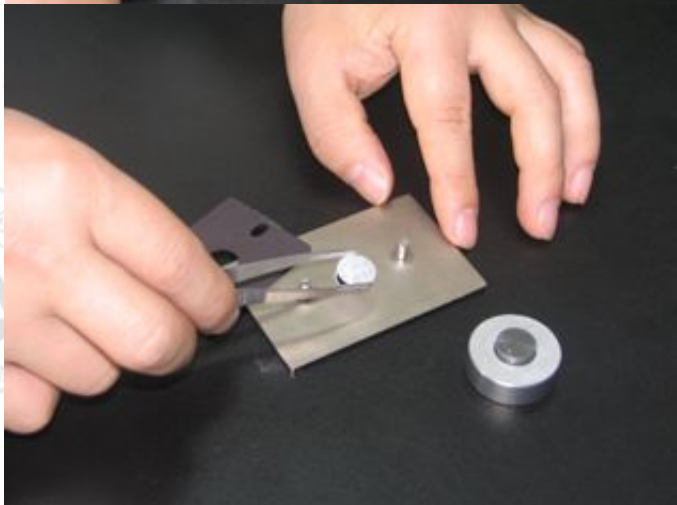
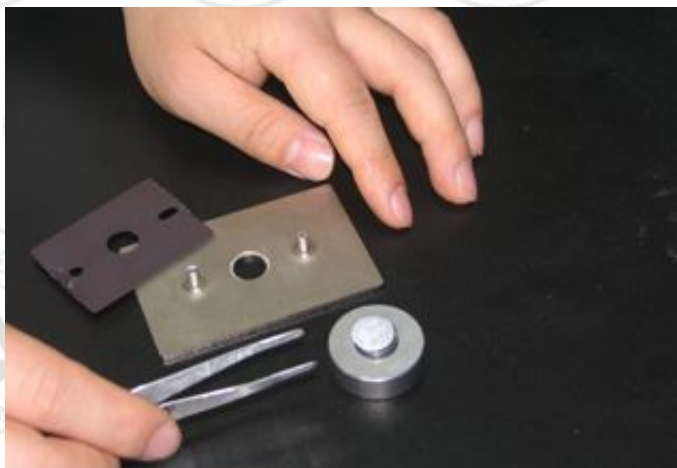


**用手掌按紧模压杆，放在手动液压机上，打开液压油阀，关闭气阀（顺时针到转不动），用压杆增压，直到表头示数达80KN，稳定5分钟左右。**





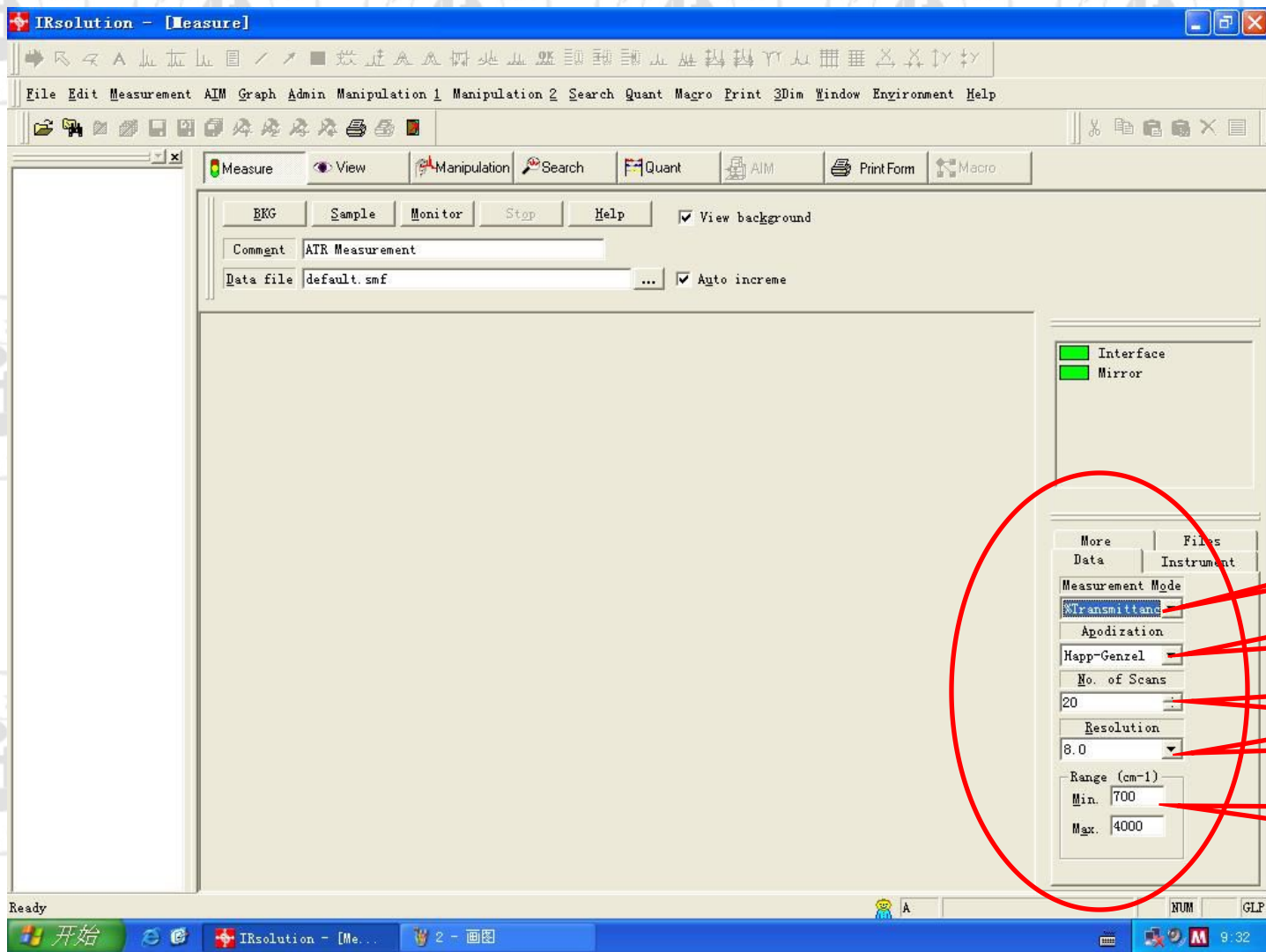
打开气阀，从液压机上取下制片模具，将样品底座和样品框架一同取出，放到模压底座上，套上保护外套，插入模压冲杆。将整个装置再放到液压机上轻压，听到“铛”的响声即停。



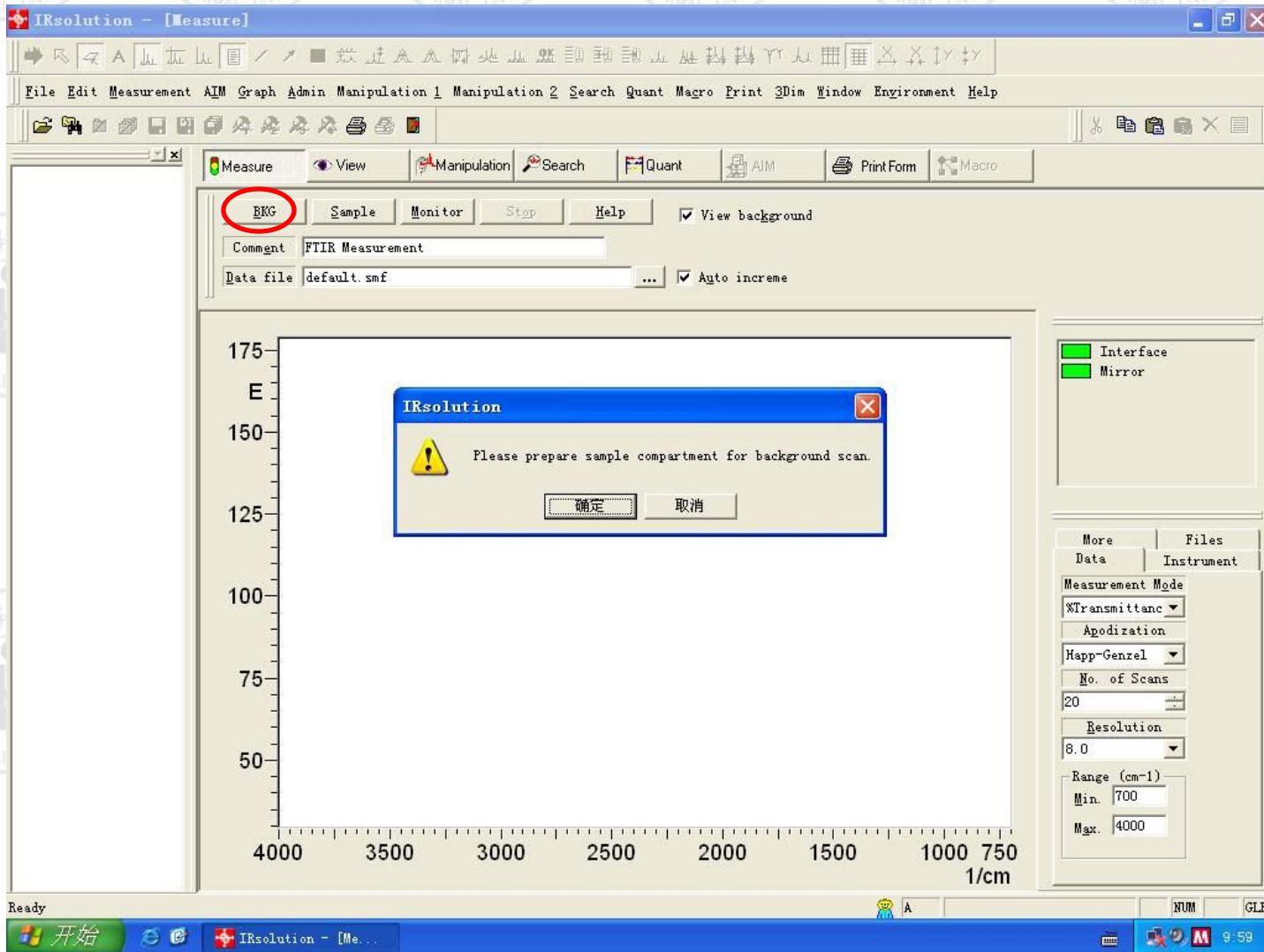
**将制片装置取下拆除，用镊子取下样片放入样品架的样品腔中，用磁片固定好，插入到仪器的样品槽中。**



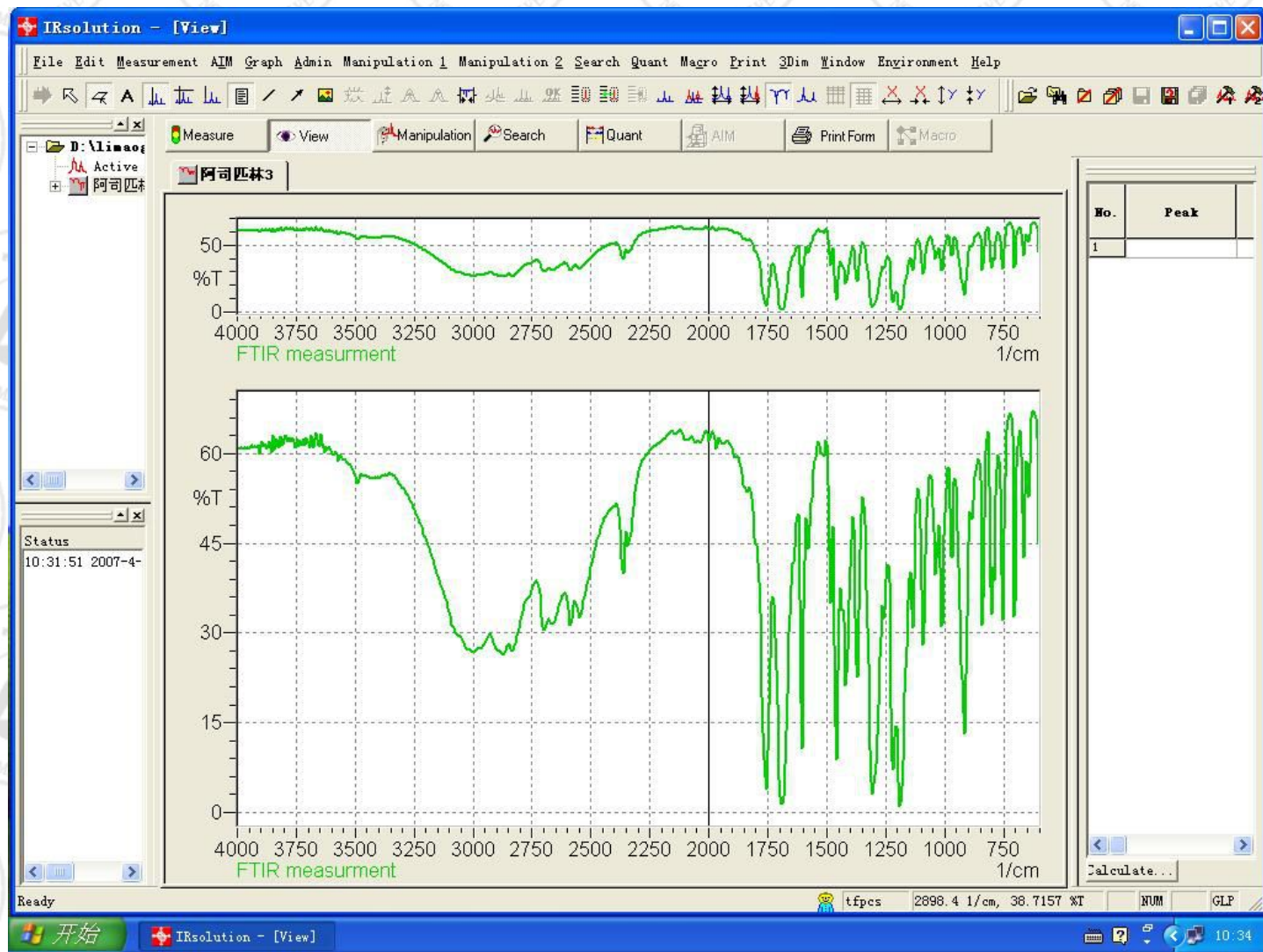
# 样品测定



在“Measure”状态下，根据需要逐项设置参数。



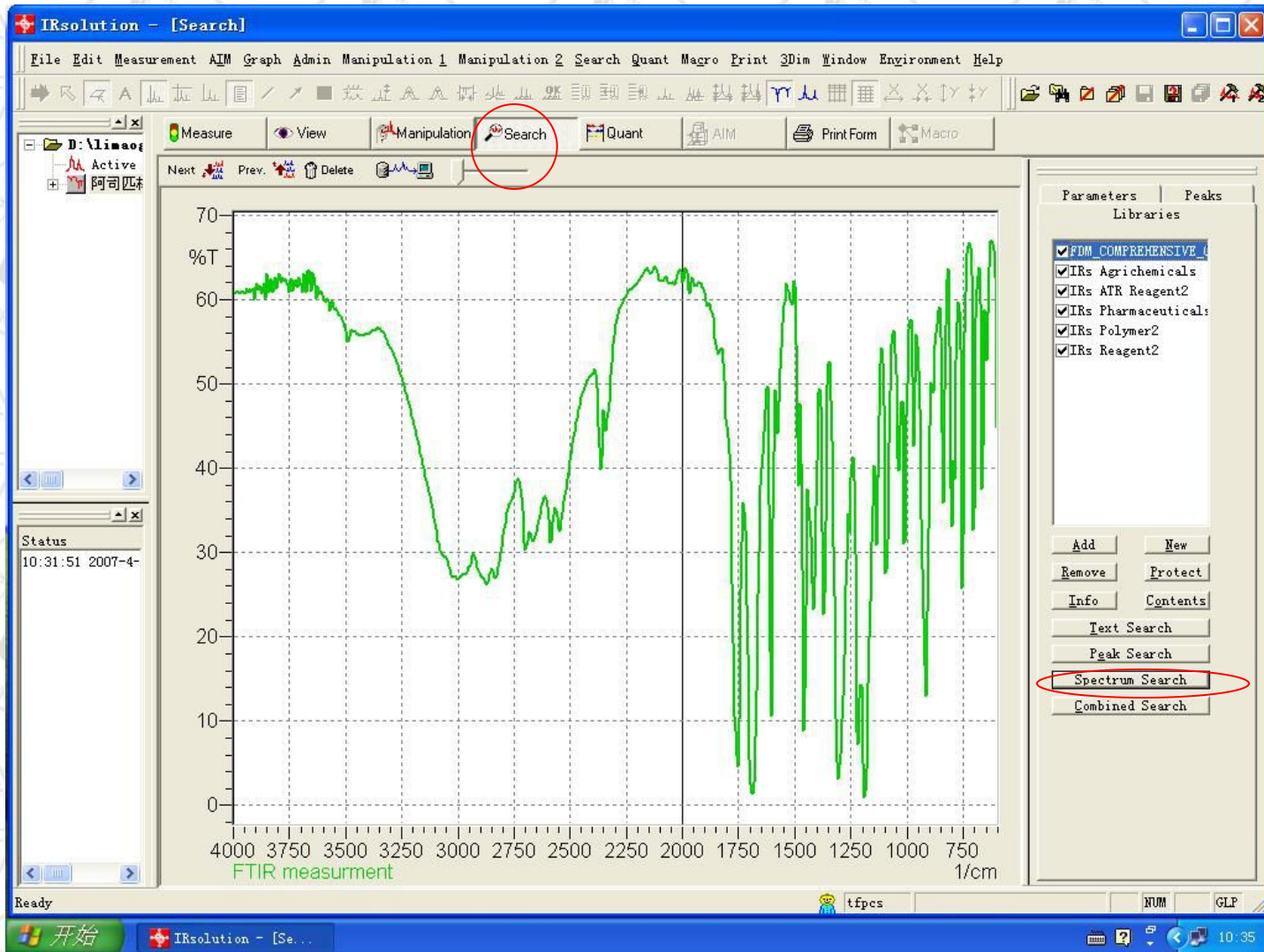
放入空白KBr片或以空气为背景，点击“BKG”，做背景扫描。



样品扫描结束后，得到Aspirin的红外谱图，点击主菜单，选择“Save as”进行保存。

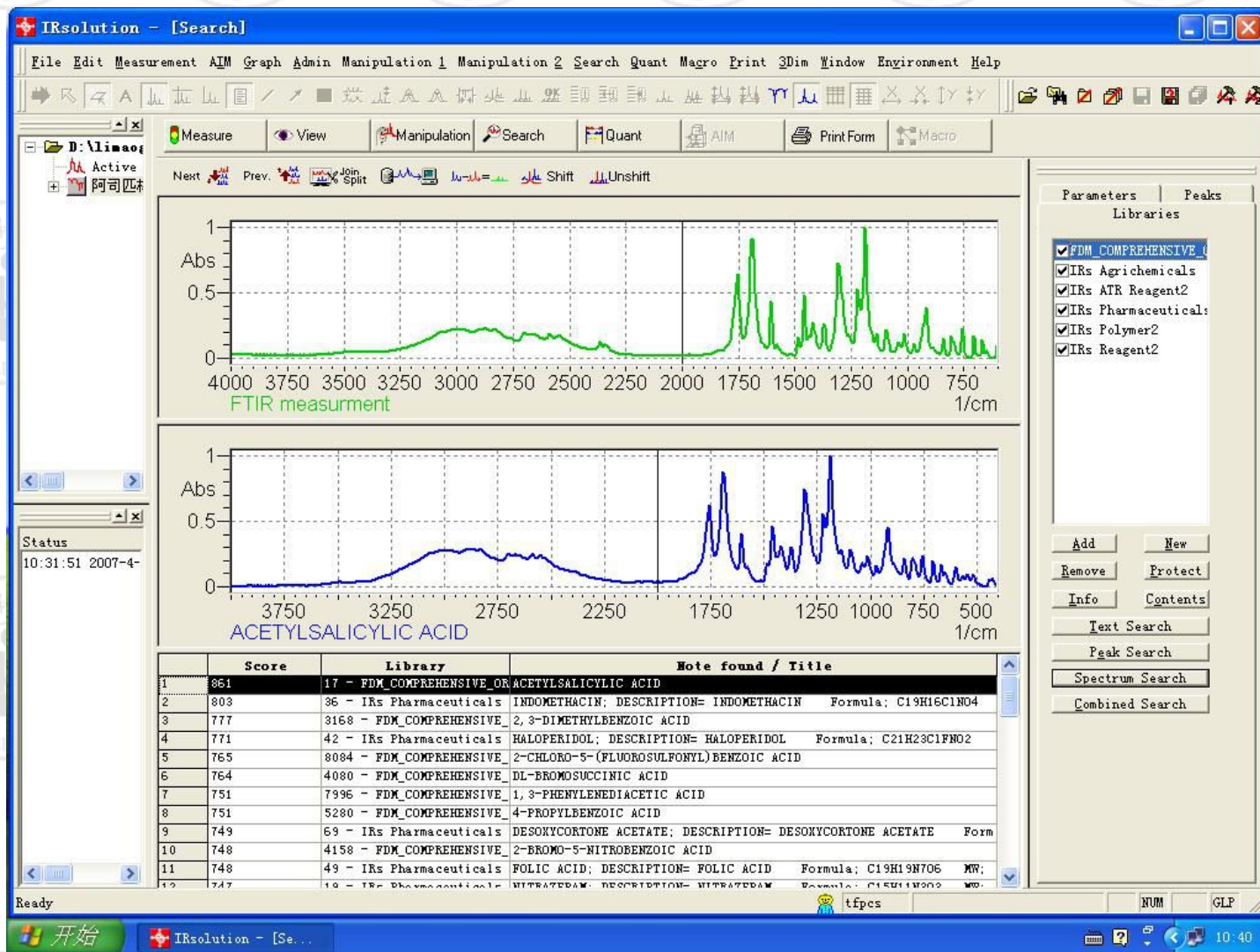


# 谱图处理

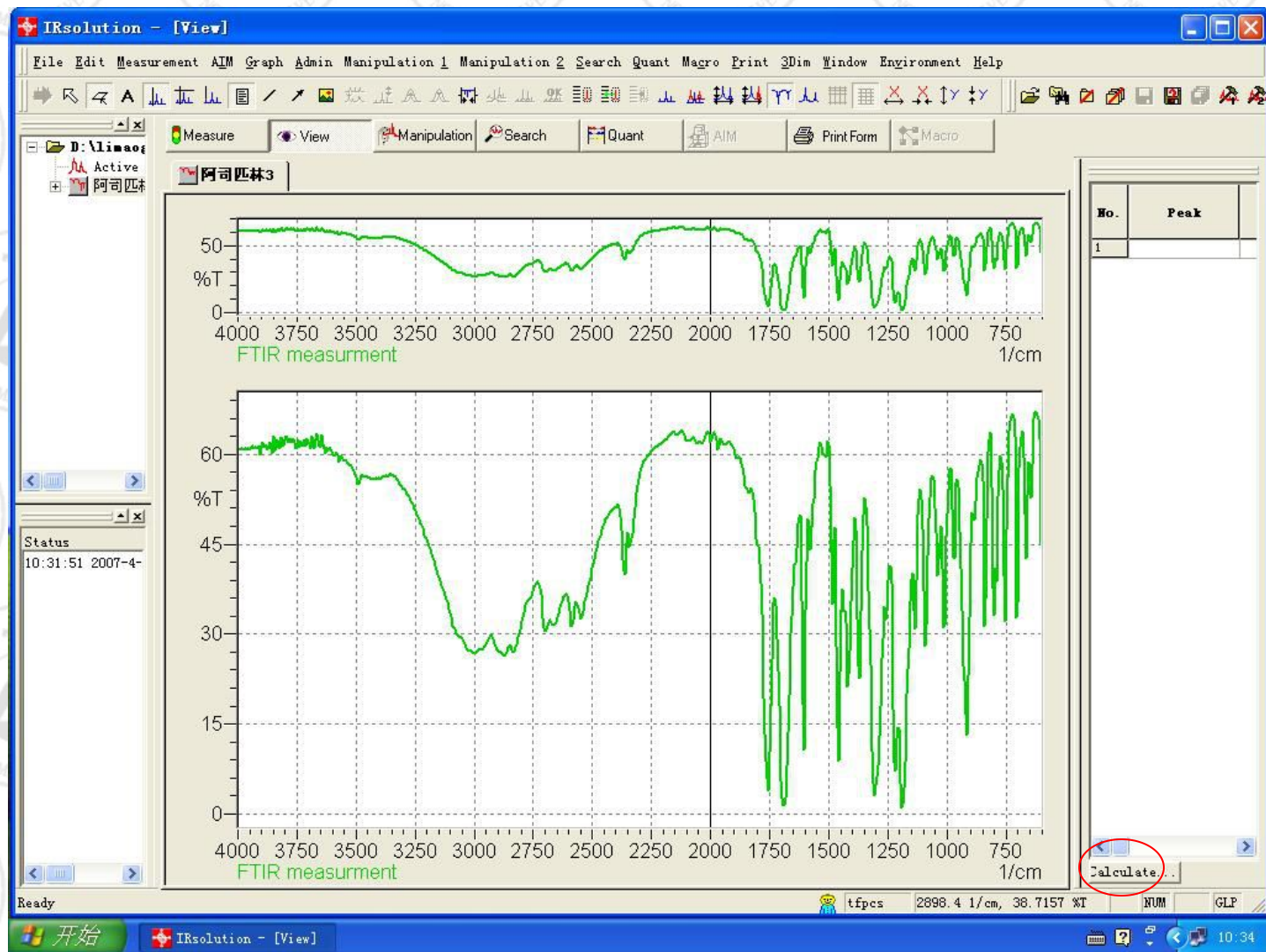


谱库搜索：点功能菜单的“Search”，可以选择“Spectrum Search”方式进行搜索。





搜索结果分三部分，最上面显示样品图谱，最下面是结果报告的详细信息，中间显示选中结果的标准图谱。



回到“View”状态下，点右下的“Calculate”，可以进行峰值表操作。



