



湖南石油化工职业技术学院  
Hunan Petrochemical Vocational Technology College

## 学生毕业设计成果

设计题目：阿司匹林中乙酰水杨酸的测定

---

专业名称：工业分析技术

---

班级名称：分析 3171 班

---

学生姓名：寇茂

---

指导教师：彭欢

---

责任领导：刘芬

---

二零一九年十月

### 学生毕业设计成果真实性承诺书

本人郑重承诺：我所递交的毕业设计材料，是本人在指导老师的指导下独立进行完成的；除文中已经注明引用的内容外，不存在有作品（产品）剽窃和抄袭他人成果的行为。对本设计的共同完成人所做出的贡献，在对应位置已以明确方式标明。若被查出有抄袭或剽窃行为，或由此所引起的法律责任，本人愿意承担一切后果。

学生（确认签字）：寇茂

签字日期：2019.10.16

### 指导教师关于学生毕业设计成果真实性审核承诺书

本人郑重承诺：已对该生递交的毕业设计材料中所涉及的内容进行了仔细严格的审核，其成果是本人在的指导下独立进行完成的；对他人成果的引用和共同完成人所做出的贡献在对应位置已以明确方式标明。不存在有作品（产品）剽窃和抄袭他人成果的行为。若查出该生所递交的材料有学术不端的行为，或由此所引起的法律责任，本人愿意承担一切责任。

指导教师（确认签字）：彭双

签字日期：2019.10.21

# 目 录

一、 选题依据.....	2
二、 分析方法.....	2
(一) 分析标准.....	2
(二) 方法原理.....	2
三、 仪器与试剂.....	2
(一) 仪器设备.....	2
(二) 试剂材料.....	3
四、 分析过程.....	3
(一) 样品前处理过程.....	3
1、阿司匹林样品的预处理.....	3
(二) 测定步骤.....	3
1、盐酸标准溶液的标定.....	3
2、氢氧化钠标准溶液的标定.....	4
3、直接滴定.....	4
4、返滴定.....	4
五、 数据记录与处理.....	5
六、 结果评价.....	8
七、 问题讨论.....	8
参考文献.....	8
致谢.....	9

# 阿司匹林中乙酰水杨酸的测定

## 一、选题依据

阿司匹林曾是国内外广泛使用的解热镇痛药，可用与轻度牙疼，头痛，神经痛，肌肉疼，风湿痛具有很好的缓解效果，也可以用于治疗感冒引起的发热。还用于外以及介入科手术治疗后预防血栓形成，特别是动脉血管、盆腔以及下肢手术等。它的主要成分是乙酰水杨酸。乙酰水杨酸是有机酸，摩尔质量为 180.16g/mol 微溶于水易溶于乙醇。由于使用范围广泛，所有测定阿司匹林中的乙酰水杨酸是具有重要意义的。

## 二、分析方法

针对阿司匹林药品，现多采用直接滴定法，返滴定法，紫外可见分光光度法等；本试验通过对有关文献的查阅以及老师的指导，最终采用直接滴定法和返滴定法进行对比两种分析方法的不同。

### (一) 分析标准

GB/T601-2002 SN/T2290-2009

### (二) 方法原理

酸碱滴定法

## 三、仪器与试剂

滴定管，250ml 锥形瓶 12 个，烧杯若干，试剂瓶二个，

### (一) 仪器设备

表 1 仪器设备

电子天平	电炉
------	----

## (二) 试剂材料

表 2 试剂材料

阿司匹林药片	浓盐酸	氢氧化钠	无水乙醇	酚酞指示剂
--------	-----	------	------	-------

## 四、分析过程

### (一) 样品前处理过程

#### 1、阿司匹林样品的预处理

因药片中一般添加硬脂酸镁，淀粉等不溶物；需现将药片进行研磨成粉状。

### (二) 测定步骤

#### 1、盐酸标准溶液的标定

移取 4.5ml 浓盐酸稀释至 500ml，称取 0.2g 碳酸钠精确至 0.0001g，加 50ml 水溶解，加 10 滴溴甲酚绿-甲基红指示剂开始滴定，溶液由绿变成暗红即为终点，煮沸两分钟冷却至室温后继续滴定至暗红色。平行测定四次做空白。



图一 盐酸的标定

## 2、氢氧化钠标准溶液的标定

称取 2g 氢氧化钠标准试剂溶于 500ml 蒸馏水中，称取邻苯二甲酸氢钾 0.75g 精确至 0.0001g，加 50ml 水，加 2 滴酚酞指示剂，由无色滴至粉红色，平行测定四次做空白。



图二 氢氧化钠的标定

## 3、直接滴定

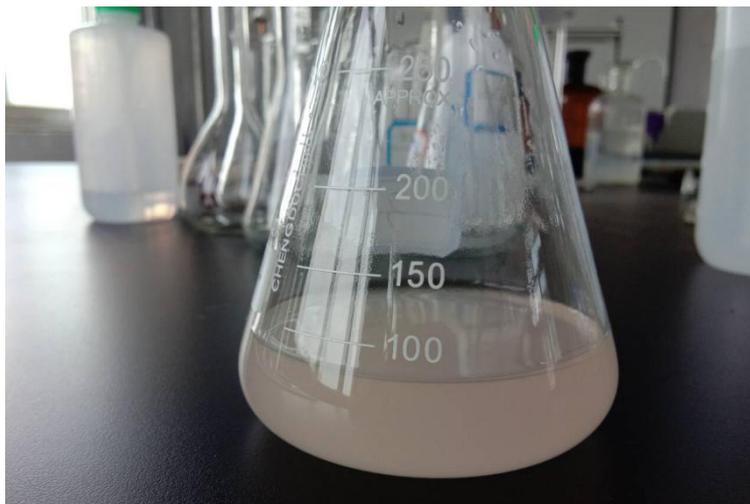
准确称取阿司匹林粉末 1.0000g 置于锥形瓶中加 20ml 冷却至 10℃ 以下的中性乙醇溶液充分溶解样品加 3 滴酚酞指示剂用已标定氢氧化钠溶液进行滴定至粉红色，30s 不褪色，平行测定六次。



图三 直接滴定法测阿司匹林中乙酰水杨酸

## 4、返滴定

用移液管准确移取 20.00ml 0.1mol/L 氢氧化钠于锥形瓶中，加入 20ml 蒸馏水，在电炉上加热至有白气冒出，冷却后加 3 滴酚酞指示剂，用 0.1mol/L 的盐酸标准溶液滴定至红色刚刚消失为终点，平行测定六次。



图四 返滴定法测阿司匹林中乙酰水杨酸

## 五、数据记录与处理

表 1 盐酸标准溶液的标定数据记录

内容/次数	1	2	3	4
称量瓶和基准物的质量 1	17.7922	17.5917	17.3831	17.1692
称量瓶和基准物的质量 2	17.5917	17.3831	17.1692	17.9518
基准物的质量 m(g)	0.2005	0.2086	0.2139	0.2174
消耗盐酸的体积 V (ml)	30.80	32.10	32.86	32.48
空白消耗盐酸的体积 V <sub>0</sub> (ml)	0.02			
盐酸标准溶液的浓度 C(mol/L)	0.12292	0.12270	0.12291	0.12260
盐酸标准溶液的平均浓度 C (mol/L)	0.1228			
相对平均偏差 (%)	0.24			

表 2 氢氧化钠标准溶液的标定数据

内容/次数	1	2	3	4
-------	---	---	---	---

称量瓶和基准物的质量 1	27.9539	27.1765	26.4165	25.6499
称量瓶和基准物的质量 2	27.1765	26.4165	25.6499	24.8856
基准物的质量 m(g)	0.7774	0.7600	0.7666	0.7643
消耗氢氧化钠的体积 V (ml)	38.30	37.44	37.80	37.66
空白消耗氢氧化钠的体积 V <sub>0</sub> (ml)	0.02			
氢氧化钠标准溶液的浓度 C(mol/L)	0.099443	0.099452	0.099359	0.099429
氢氧化钠标准溶液的平均 浓度 (mol/L)	0.09942			
相对平均偏差(%)	0.031			

表 3 阿司匹林中乙酰水杨酸的测定：（直接滴定）

内容/次数	1	2	3	4	5	6
称量瓶和基准物的质量 1	26.0885	24.9913	23.9895	27.3854	26.3527	25.2945
称量瓶和基准物的质量 2	24.9913	23.9895	22.9234	26.3527	25.2945	24.2777
基准物的质量 m(g)	1.0975	1.0018	1.0661	1.0327	1.0582	1.0168
消耗氢氧化钠的体积 V (ml)	22.30	20.24	21.78	21.06	21.62	20.80
空白消耗氢氧化钠的体	0.00					

积 $V_0$ (ml)						
样品中乙酰水杨酸的含量 $w$ (%)	36.644	36.545	36.592	36.527	36.594	36.640
样品中乙酰水杨酸的平均含量 (%)	36.59					
相对平均偏差 (%)	0.099					

表 4 阿司匹林中乙酰水杨酸的测定数据(返滴定法)

内容/次数	1	2	3	4	5	6
称量瓶和基准物的质量 1	28.7533	28.3158	27.8637	27.4225	26.9708	26.5243
称量瓶和基准物的质量 2	28.3158	27.8637	27.4225	26.9708	26.5243	26.0885
基准物的质量 $m$ (g)	0.4375	0.4521	0.4412	0.4517	0.4465	0.4358
消耗盐酸的体积 $V$ (ml)	19.82	20.20	19.94	20.08	20.02	19.80
空白消耗盐酸的体积 $V_0$ (ml)	0.00					

样品中乙酰水杨酸的含量 w(%)	31.932	29.811	31.201	30.133	30.633	31.943
样品中乙酰水杨酸的平均含量(%)	30.94					
相对平均偏差(%)	2.4					

## 六、结果评价

本次实验将阿司匹林中乙酰水杨酸的测定方法（直接滴定和返滴定）进行对比，结果相差较大，通过对样品的反复测定，返滴定法的数据依然偏差较大。经过探究分析可能在返滴定法中存在乙酰水杨酸不能完全水解的情况。

## 七、问题讨论

返滴定法与直接滴定法的区别？

1. 直接滴定法：符合滴定条件的物质（反应定量完全、反应速度快、有适宜的指示剂）盐酸滴定氢氧化钠等。
2. 返滴定法：操作困难，预处理时间长，对操作者有较高的要求。

## 参考文献

- [1] 李继睿，王织云，石慧. 工业分析技术[M]. 湖南大学出版社. 2016（08）
- [2] GB/T 601-2002 氢氧化钠标准溶液标定方法
- [3] GB/T 601-2002 盐酸标准溶液标定方法

## 致谢

我历时将近一个月时间终于把这篇毕业设计写完了，在这段充满奋斗的历程中，带给我的学生生涯无限的激情和收获。在毕业设计的制作过程中遇到了无数的困难和障碍，都在同学和老师的帮助下度过了。在校图书馆查找资料的时候，图书馆的老师给我提供了很多方面的支持与帮助，尤其要强烈感谢我的毕业设计指导老师—彭欢老师，没有她对我进行了不厌其烦的指导和帮助，无私的为我进行毕业设计的修改和改进，就没有我这篇毕业设计的最终完成。在此，我向指导和帮助过我的老师们表示最衷心的感谢！

同时，我也要感谢本毕业设计所引用的各位学者的专著，如果没有这些学者的研究成果的启发和帮助，我将无法完成本次毕业设计的最终写作。至此，我也要感谢我的朋友和同学，他们在我写毕业设计的过程中给予我了很多有用的素材，也在毕业设计的排版和撰写过程中提供热情的帮助！金无足赤，人无完人。由于我的学术水平有限，所做毕业设计难免有不足之处，恳请各位老师和同学批评和指正！