

中国化学会第21届全国高中学生化学竞赛(决赛)实验试题

利用废聚酯饮料瓶回收对苯二甲酸

一、实验目的

目前市场上大量碳酸饮料、矿泉水、食用油等产品包装瓶几乎都是用 PET(聚对苯二甲酸乙二醇酯,简称聚酯)制做的。据统计,我国年生产和消耗聚酯瓶在 12 亿只以上,折合聚酯废料为 6.3 万吨。世界范围内每年消耗的聚酯量为 1300 万吨,其中用于包装饮料瓶的聚酯量达 15 万吨。废旧聚酯瓶进入环境,不能自发降解,将造成严重的环境污染和资源浪费。因此如何有效地循环利用废旧聚酯瓶是一项非常重要、非常有意义的工作。废 PET 经化学解聚制备 PET 的初始原料对苯二甲酸(TPA)及乙二醇(EG),形成资源的循环利用,既可有效治理污染,又可创造巨大的经济和环境效益,是实现聚酯工业可持续发展战略的重要途径之一。

本实验是一个综合性实验,涵盖合成、分析等手段,目的在于考察选手的基本实验技能和综合实验能力。同时增强选手们的环保意识,了解化学与人们生活的密切关系,具体认识到化学“无所不在,无处不用”,“人人处处都离不开它”。激发选手们投身于化学事业的热情和积极性。

本实验包括以下内容:

1. 产品的制备
2. 产品质量分析
3. 完成实验报告

二、主要试剂及产物的性质

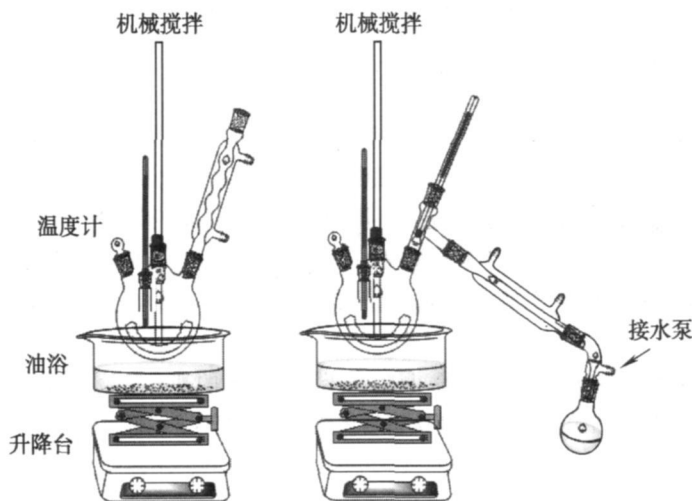
名称	相对分子质量	性质
废饮料瓶碎片		聚对苯二甲酸乙二醇酯:乳白色或浅黄色聚合物,表面平滑而有光泽。
乙二醇(EG)	62.07	无色黏稠吸湿液体,无气味,易燃,沸点:196~198℃,折光率:1.4318,与水混溶。
碳酸氢钠	84.01	白色结晶或粉末,分解温度约160℃,溶于水。
氧化锌	81.38	白色粉末,不溶于水,溶于酸、氢氧化钠。
丙酮	58.08	无色易燃液体,沸点:56.5℃,折光率:1.3590(20℃),溶于水及大多数有机溶剂。
<i>N,N</i> -二甲基甲酰胺(DMF)	73.10	无色液体,易燃,低毒,沸点:153℃,比重:0.9445,能与水和大多数有机溶剂混溶。
对苯二甲酸(TPA)	166.13	白色针状结晶或粉末,可燃,低毒,熔点:425℃(分解),约在300℃升华,不溶于水,乙醚、醋酸和氯仿,微溶于热乙醇,溶于碱溶液。 离解常数: $pK_{a1}=3.51$, $pK_{a2}=4.82$

三、主要试剂用量及规格

名称	用量	规格	摆放位置
废饮料瓶碎片	5.00 g		干燥器中
乙二醇	25.00 mL	分析纯(A.R)	试剂台上
碳酸氢钠	5 g	分析纯(A.R)	试剂台上
氧化锌	0.05 g	分析纯(A.R)	干燥器中
丙酮	10 mL	分析纯(A.R)	试剂台上
盐酸(1:1)	适量	分析纯(A.R)	试剂台上
<i>N,N</i> -二甲基甲酰胺	60 mL	分析纯(A.R)	试剂台上
NaOH 标准溶液		0.1 mol·L ⁻¹	试剂台上
酚酞指示剂		1%乙醇溶液	试剂台上

四、实验步骤

1. 回收



实验装置示意图

在 100 mL 四颈瓶上分别装置冷凝管, 搅拌器和温度计(注意: 安装仪器时留出后面改装成蒸馏装置的高度), 装置搭好后, 请监考老师确认。然后依次加入 5.00 g 废饮料瓶碎片、0.05 g 氧化锌(2 种原料均已称好放在干燥器内自封塑料袋中)、5 g 碳酸氢钠和 25 mL 乙二醇。加毕, 缓慢搅拌, 油浴加热(注意: 油浴中须挂温度计, 控制浴温 $< 220^{\circ}\text{C}$)。10 分钟内使体系温度升到 130°C , 体系开始激烈反应并有气体逸出。继续升温反应, PET 逐步分解, 于 5 分钟内将温度升至 180°C (不超过 185°C), 在此温度下反应 15 分钟。反应完毕, 体系呈白色稠浆状。降下油浴, 冷却至 160°C 左右停止搅拌, 将搅拌回流装置改成搅拌蒸馏装置, 水泵减压, 油浴加热蒸去乙二醇, 记录乙二醇的沸点及回收体积(装入细口瓶中, 贴上标签, 写上选手营号、产品名称及体积)。

从乙二醇馏出开始, 蒸馏 15 分钟后撤去油浴, 稍冷后解除真空, 擦去反应瓶外壁的硅油, 向四颈瓶中加入 50 mL 沸水, 搅拌使四颈瓶中的残留物溶解, 溶液温度维持在 60°C 左右(可用水浴锅保温, 加速溶解), 5 分钟左右即可溶完(溶液中尚有少量白色不溶物及未反应的 PET)。拆除装置, 将四颈瓶中的混合物用布氏漏斗及滤纸抽滤除去少量不溶物, 滤毕, 用 25 mL 热水洗涤四颈瓶和滤纸, 记录滤液颜色。将滤液转移到 400 mL 烧杯中, 用 25 mL 水荡洗吸滤瓶并倒入烧杯中, 再添加水使溶液总体积达 200 mL, 加入 2 粒沸石, 将烧杯置于石棉网上加热煮沸。取下烧杯, 取出沸石后趁热边搅拌边用 8~10 mL 1:1 HCl 酸化, 酸化结束, 体系呈白色浆糊状。冷至室温后再用冰水冷却。用砂芯漏斗抽滤, 滤饼用蒸馏水洗涤数次, 每次 25 mL, 洗至滤出液 $\text{pH} = 6$, 抽干后再用 10 mL 丙酮分 2 次洗涤, 抽干。将滤饼置于已称重的扁型称量瓶中(事先贴上标签, 写上称量瓶质量和选手营号), 摊开, 置于微波炉中干燥(微波干燥条件: 功率 500 W, 时间: 每次 5 min, 干燥 2 次, 由监考老师操作。第一次干燥后取出用磨口塞将产品压成粉末以便更快干燥, 第二次干燥后将样品置于干燥器中, 冷却至室温后称重)。记录对苯二甲酸的产量(须由监考老师签字确认), 并计算回收率(用 % 表示, 小数点后保留 1 位数字)。

取约 1 g 产品装入称量瓶中, 并放入干燥器内, 用容量法测定对苯二甲酸的含量。余下产品也放入干燥器中。

2. 对苯二甲酸含量的测定

用差减法称取 0.18~0.23 g(准确至 0.0001 g) 对苯二甲酸样品 2 份于 250 mL 烧杯中, 分别加入 30 mL DMF, 搅拌溶解, 加入 10 mL 蒸馏水, 搅匀后加 4 滴酚酞指示剂, 用 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 左右的氢氧化钠标准溶液滴定至微红色, 0.5 min 内不褪色即为终点(样品的称量数据和 NaOH 溶液的滴定读数须经监考老师签字确认)。计算样品中对苯二甲酸的含量和分析结果的相对误差。(注: 氢氧化钠标准溶液的浓度应以黑板上所标的浓度为准, 滴定时请在瓷板上垫 2 张白纸, 便于观察)

五、回答问题(答案必须写在实验报告中指定位置)

1. 本实验中回收乙二醇时, 采用减压蒸馏有哪些优点?

2. 减压蒸馏时, 为什么一定要达到大致所需的真空度后, 才开始加热蒸馏, 而不是先加热后减压? 在停止蒸馏时, 先卸下热浴, 冷却后慢慢放气, 为何水泵须最后关闭?