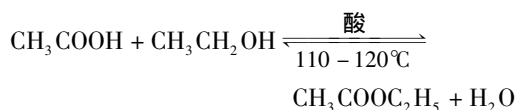


# 高中化学实验“乙酸乙酯的制备”中存在的问题探究及绿色合成理念的引入

辽宁师范大学化学化工学院 116029 杨婷婷 张澜萃 玉占君

现行的人教版化学教材中乙酸乙酯的制备实验使用的催化剂为浓硫酸,存在着一定的弊端。例如浓硫酸具有极强的腐蚀性,对学生来说存在着一定的危险性,易使有机物发生碳化而影响实验现象观察,并且对环境造成很大的污染。因此,寻找一种安全、绿色化的催化剂是极其必要的。杂多酸可替代浓硫酸,是一种合适的催化剂。通过实验对硫酸为催化剂制备乙酸乙酯存在的问题进行了探究,评价了杂多酸催化剂用于中学教材中乙酸乙酯的制备的优越性。

## 一、实验原理



## 二、实验方法

为了探讨反应时间、催化剂种类及用量对乙酸乙酯产率的影响,统一采用以下方法进行对比实验:在50 mL的三颈烧瓶中加入12 mL无水乙醇和7 mL冰醋酸(醇酸摩尔比为1.68:1),再加入一定量的催化剂,混合均匀后加入沸石,用电热套加热回流一定时间后,取样、水洗,用气相色谱法测定上层有机相中乙酸乙酯的含量。

## 三、结果与讨论

### 1. 浓硫酸为催化剂合成乙酸乙酯问题探究

按照人教版教材实验方法中的乙醇(3 mL)冰醋酸(2 mL)改变催化剂浓硫酸用量进行酯化反应实验。催化剂用量及乙酸乙酯产量和实验现象列于表1中。

表1 催化剂用量及乙酸乙酯产量和实验现象

催化剂用量/%	乙酸乙酯产率/%	实验现象
41.18	78.5	大试管底部变黑发生碳化,冒出大量白烟
20.53	84.6	大试管底部少量碳化

从表1可以看出,按教材实验方案中的浓硫酸(2 mL, 41.185%摩尔数)用量进行反应时,测得乙酸

乙酯的产率为78.5%,但由于投加的催化剂用量过多,在加热条件下,有机物迅速被碳化,不但影响反应现象的观察,同时存在安全隐患;如果将浓硫酸的用量减少为1 mL(20.53%摩尔数)时,测得乙酸乙酯的含量为84.6%,而且碳化现象明显减轻。

### 2. 杂多酸为催化剂合成乙酸乙酯

杂多酸作催化剂具有用量少、反应时间短且污染和腐蚀轻微及对学生无危险等优点,是学生实验更为理想的催化剂。此外杂多酸是一种高效催化剂,还具有绿色环保可重复使用的特点。

#### (1) 回流时间对乙酸乙酯产率的影响

固定醇酸摩尔比为1.68:1,杂多酸用量为2%,考察时间对该酯化反应的影响,其实验结果见表2。

表2 回流时间对乙酸乙酯产率的影响

回流时间/h	乙酸乙酯产率/%	
	$\text{H}_4\text{SiW}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$	$\text{H}_3\text{PMo}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$
1.0	0	0
1.5	73.25	73.80
2.0	70.73	71.97
2.5	52.93	52.82

从表2可以看出,反应在1 h时没有乙酸乙酯生成,1.5 h乙酸乙酯产率最高,随着反应时间的延长,乙酸乙酯的产率略有降低。因此,从节约能源方面考虑,最佳的回流时间应控制为1.5 h。

#### (2) 催化剂用量对乙酸乙酯产率的影响

固定醇酸摩尔比为1.68:1,回流时间为1.5 h,改变杂多酸的用量,考察催化剂对反应的影响,其实验结果见表3。

表3 催化剂用量对乙酸乙酯产率的影响

催化剂用量/%	产率/%	
	$\text{H}_4\text{SiW}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$	$\text{H}_3\text{PMo}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$
2.0	73.25	73.80
2.5	55.68	68.35
4.0	57.00	59.54



# 双氧水分解实验中二氧化锰粉末的回收利用

浙江省德清县高级中学 309 班 313200 何家祺 指导教师: 刘树刚

苏教版(2012版)选修四《化学反应原理》专题2第一单元中“催化剂对反应速率的影响”一节中设计了“活动与探究”环节,探究 $\text{FeCl}_3$ 溶液和 $\text{MnO}_2$ 粉末对5%的 $\text{H}_2\text{O}_2$ 溶液的催化效果。其中 $\text{MnO}_2$ 粉末的催化效果更加明显。

但通过多次实际操作,笔者认为该实验有以下几点缺陷:

## 1. 反应过于剧烈。

向容积为20 mL的试管中加入5 mL 5%的 $\text{H}_2\text{O}_2$ 溶液,再加入少量 $\text{MnO}_2$ 粉末(约1/4药匙),剧烈的反应会导致大量含 $\text{O}_2$ 气泡的液体连同 $\text{MnO}_2$ 粉末溢出试管。

2.  $\text{MnO}_2$ 粉末很难回收,一般处理方法是实验结束后连同试管内剩余溶液一起倒掉。在分组学生实验中浪费更多,同时造成对环境的污染。

通过多次的尝试和改进,笔者将 $\text{MnO}_2$ 粉末与水泥混合,制成水泥催化棒,成功地克服了以上 $\text{MnO}_2$ 粉末在该实验中的缺点。

## 一、实验用品

$\text{MnO}_2$ 粉末 10 g, 水泥(德清县南方水泥)

10 g, 沙子 80 g, 蒸馏水, 细线, 塑料板(20 cm × 20 cm), 废弃小试管, 若干, 玻璃棒, 药匙。

## 二、制作方法

将10 g  $\text{MnO}_2$ 、10 g 水泥、80 g 沙子,置于塑料板上混合,一边加水一边搅拌。将混合好的水泥用药匙小心装入试管中,将细线埋在水泥中间(便于实验后从容器中取出),用玻璃棒压实,制成长度约3 cm的水泥催化棒,可制多根用于学生实验中。待24 h左右,水泥完全硬化,用镊子敲碎试管,即可取出完全硬化的水泥催化棒。

## 三、改进后优点

1. 将 $\text{MnO}_2$ 粉末分散在水泥棒中,起到“稀释”作用,既能起到催化效果,又不会使反应太剧烈。

2. 通过细线拉动水泥棒,可控制反应的发生和停止,不会出现溶液连同 $\text{MnO}_2$ 粉末溢出试管的情况。

3. 制成的水泥棒可无限次重复使用,避免了药品的浪费,符合绿色环保的理念。

(收稿日期:2015-11-25)

► 从表3可以看出,随着催化剂用量的增加,乙酸乙酯的产率略有下降。因此,当催化剂的用量为反应物总量的2%时,乙酸乙酯的含量最高,因此最佳催化剂用量为反应物总量的2%。

(3) 按人教版教材方法用杂多酸作催化剂合成乙酸乙酯

$\text{H}_4\text{SiW}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 作催化剂为无色透明溶液,按照人教版教材实验方法中的乙醇(3 mL)冰醋酸(2 mL),催化剂改用 $\text{H}_4\text{SiW}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 进行酯化反应实验。催化剂用量,乙酸乙酯产量和实验现象列于表4中。

表4 催化剂用量,乙酸乙酯产量和实验现象

催化剂用量/%	乙酸乙酯产率/%	实验现象
0.31	77.7	无色透明溶液
0.23	74.1	无色透明溶液

杂多酸作催化剂时,反应平稳,没有炭化现象,乙酸乙酯的产率为77.7%,接近浓硫酸作为催化剂的产率,因此,可以用杂多酸替代浓硫酸用于高中化学教材乙酸乙酯的制备。

## 3. 实验改进的意义

(1) 有利于增强实验操作的安全性

(2) 有利于STS教育理念在新课程中的实施

(3) 有利于绿色化学理念在新课程中的体现

杂多酸可作为催化剂替代腐蚀性强的浓硫酸用于高中化学乙酸乙酯制备反应,不但可以消除安全隐患,避免原料发生炭化,同时在中学化学实验中引入绿色合成理念,具有重要的人文和社会意义。

(收稿日期:2015-11-25)