

# 化学化工学院化学系 2006 级无机 化学课外实践论文选编



## 厦大周边土壤中 Fe 含量和 pH





## 化学实验 排放重金属离子污染情况初探

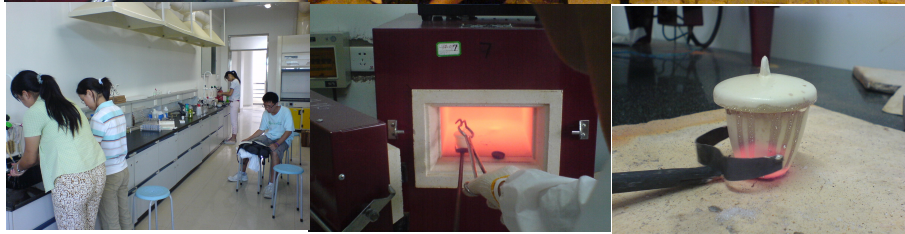
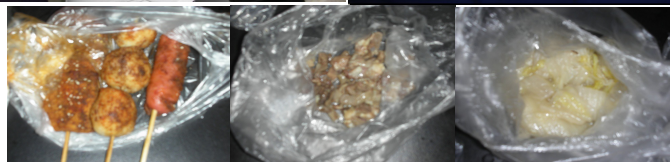


## 紫菜中碘含量的测量

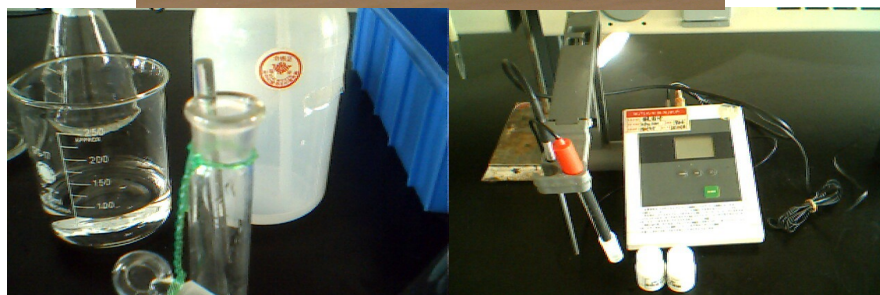
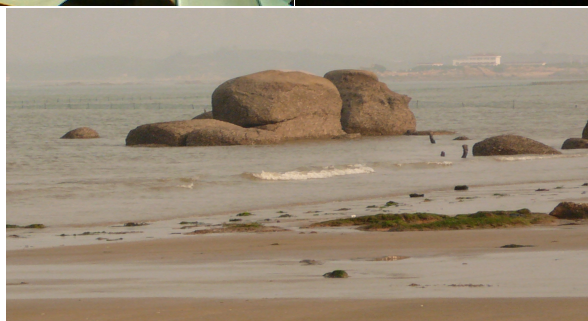




## 游泳池水质分析



### 废定影液中银单质的提取



### 养殖区海水氮、磷含量及 COD 含量的测定





制冷湿巾设计



三种无机阻燃剂效果对比

## 目录

1. 趣味小实验组合——心怀天下.....	1
2. 废定影液中银单质的提取.....	9
3. 养殖区海水氮、磷含量及 COD 含量的测定.....	13
4. 三种无机阻燃剂效果对比.....	20
5. 厦大周边土壤中 Fe 含量和 pH.....	28
6. 化学实验排放重金属离子污染情况初探.....	33
7. 游泳池水质分析.....	40
8. 食物中的亚硝酸盐.....	46
9. 制冷湿巾设计.....	61
10. 膨化食品中铝含量的测定.....	64
11. 紫菜中碘含量的测量.....	67
12. 食品、药品中的钙.....	71



## 趣味小实验组合——心怀天下

组长：周玥

组员：林海昕，杨娜，曾智君，秦倩，任屹

**摘要：**此项工作将化学与艺术紧密结合，像魔术表演一样为人们展现了化学“变化”之神奇，无色的世界凭空展现出七彩的画面，花儿在瞬间自动改变颜色，白纸上火焰为我们写出它心中的话，看似无奇的土制金字塔上蹦窜出各色的火焰……

**关键字：**趣味 奥运 化学欣赏

### A、仙水作画

#### 一、预期现象：

火焰烧断一根细线，一张白纸落入无色的池子里，瞬间显现出五个福娃、奥运会徽及“Beijing 2008”字样。

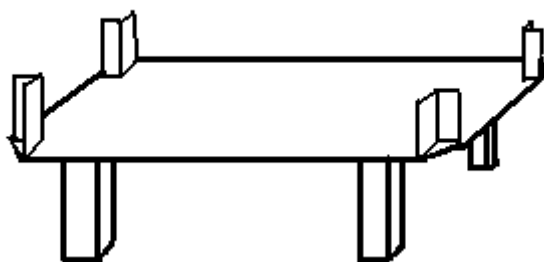
#### 二、实验原理：



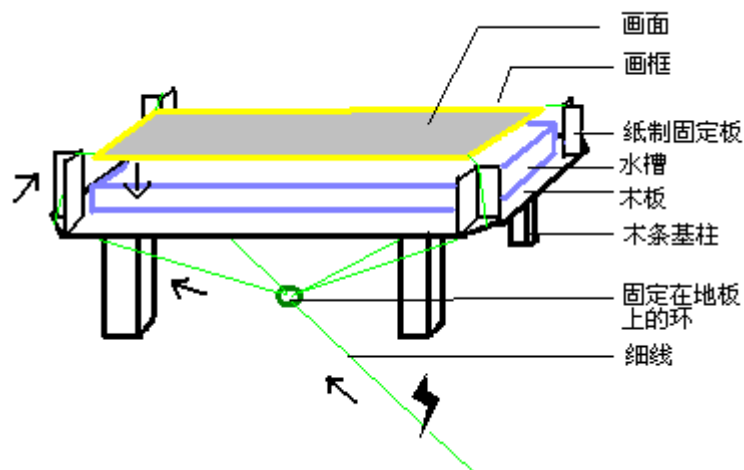
#### 三、实验过程：

曾尝试用 Hg 来表示黑色，用普鲁士蓝来表示蓝色，用  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  表示蓝色，用  $\text{PbI}_2$  表示黄色，用  $\text{HgI}_2$  来表示红色，用  $\text{MnCl}_2$  与  $\text{Na}_3\text{BiO}_3$  反应表示紫色等等。后因为在铁氰溶液中普鲁士蓝与溶液的黄色叠加后呈绿色，而其它颜色（红黄等等）均变质，于是舍弃这一方案；有  $\text{Na}_3\text{BiO}_3$  参与的诸多反应速度太慢而且颜色浅、与其它反应溶液不共存而被淘汰。最后由于画面设计，只取红（ $\text{HgI}_2$ ）、黄（ $\text{PbI}_2$ ）和黑（Hg），分别组成《熊猫墨竹图》和《厦大老校门》两张图。

模型制作比较复杂。首先用木板、木条和硬纸板做成如下的模型：



然后，将瓷制托盘置于木板上。将宣纸用画框固定住，穿线及引发装置如下图：



最后，用纸将木板、木条及纸制固定板包装，用金色带塑料模的硬纸将水槽包装，将水槽中加入 2/3 反应溶液，等待引发装置的启动。

#### 四、实验结果：

实验时很成功，画面清晰，显色快。但在演示时由于放置时间过长，且反应水溶液进入纸层以下，因此不成功，画面模糊，显色慢。

#### 五、需要改进的地方：

水槽不可包装，溶液浓度要控制好，且要晚加入；两张画面要做标记，以免放混等。

### B、升国旗

**一、预期现象：**随着牵起 Zn 片细线的烧断，Zn 片落入  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液中，与其由导线相连、在滴定管中的 Cu 片上产生大量气体，推动活塞缓缓上升，牵动与其相连的国旗缓缓升起。

#### 二、实验原理：

原电池：(+) :  $2\text{H}^+ + 2\text{e}^- = \text{H}_2\uparrow$ ; (-) :  $\text{Zn} - 2\text{e}^- = \text{Zn}^{2+}$

#### 三、过程：

将铜片与锌片用导线连接，在烧杯中倾入  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液，在烧杯上方悬起滴定管，滴定管下方浸入溶液中。Cu 片放于滴定管内浸于溶液中，用细线将 Zn 片悬起，不与液面接触。引动发生装置，将细线烧断，Zn 落入  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液中，与 Cu 片构成原电池，在 Cu 片上产生的  $\text{H}_2$  使滴定管内压强增大，推动活塞向上运动。将活塞与小旗相连，细线经过一个滑轮（改变一次方向），可以看到活塞与小旗同时缓缓上升。

#### 四、结果：

由于这一套设计存在一些问题，我们改用另外一套装置。在杆子上挂起一根细线，一端连接小旗，一端连接砝码。连接小旗的一端用细线牵引，固定，保证小旗在旗杆底部，引动发生装置将细线烧断，利用砝码的重力使小旗上升。

#### 五、设想的不足：

首先是导线上的夹子与 Zn 片构成原电池，夹子上产生大量气体并不是进入滴定管中，而是直接从溶液中溢出。另一个是活塞的问题。对活塞的要求是质轻，摩擦力小，气闭性好。我们选用与滴定管直径相仿的圆柱形塑料泡沫作活塞，



为了减小摩擦力，在圆柱周围缠上透明胶，但这导致了严重的漏气现象，这也是设想失败的重要原因。

#### 六、改进：

对于第一个不足，我们用导线上的夹子直接代替 Cu 片，较好解决了这一问题，对于第二问题，也就是活塞的选取，在物理实验室中应存在这样的东西，由于时间，条件有限，我们没有继续。

### C、空中花园（变色花）

#### 一、实验现象：

细线烧断后， $\text{MnO}_2$  进入  $\text{H}_2\text{O}_2$  溶液中， $\text{H}_2\text{O}_2$  分解放出大量水蒸气，架上蓝色的纸花逐渐变为紫色，最终为粉红色。

#### 二、实验原理：

$\text{CoCl}_2$  含结晶水数目不同时显示的颜色不同。纸巾用  $\text{CoCl}_2$  溶液浸泡后呈粉红色，用火烘干后，失去结晶水呈蓝色。 $\text{H}_2\text{O}_2$  在  $\text{MnO}_2$  催化下分解生成的水蒸气上升，与  $\text{CoCl}_2$  结合，随结晶水数目增多，产生由蓝→紫→粉红的颜色变化。

#### 三、实验过程：

(1) 变色花材料的选择：首先选用定性滤纸，但发现烘干后滤纸变得又硬又脆，难以折叠。经过多次尝试，最终选择了质量较好的纸巾。

(2) 纸巾的烘干：起初想到水浴，结果加热速度过慢，起不到干燥的效果。继而想到了用蒸发皿，效果不错，但稍不留神，纸巾烤焦了。后来用纸片架在蒸发皿上较好地避免了这一情况，不过这样也存在着安全隐患，有一次纸片烧着，险些引起大火。

(3) 花架的选择：开始考虑用木板搭柱子撑起平板，再将花悬挂于平板上，但后来由于柱子构建的困难，放弃了这一想法。为此思索了很久，突然看到实验台上的塑料架，决定就地取材，架上端的小孔绑上细线后，恰可把花置于其上，外形也很美观，很好地吻合了“空中花园”的构想。

(4) 反应的引发：设想是细线烧断后， $\text{MnO}_2$  落入  $\text{H}_2\text{O}_2$  溶液中反应进行。关键问题是  $\text{MnO}_2$  的盛放。起先用纸团包住，但落下后可能由于接触不充分，反应进行并不剧烈，后用一圆纸片，两端用细线栓住， $\text{MnO}_2$  平铺于纸上，这样落下后， $\text{MnO}_2$  迅速接触  $\text{H}_2\text{O}_2$  溶液，效果很好。但还存在一个问题，两点固定的平面不稳定，倾倒  $\text{H}_2\text{O}_2$  溶液时易将其碰翻，导致反应提前发生。

#### 四、实际结果：

在最终演示时，由于托盘包上了包装纸，倾入的  $\text{H}_2\text{O}_2$  溶液渗入了包装纸下部，损失了很多  $\text{H}_2\text{O}_2$ ，产生的水不充分，花的颜色没有达到理想的粉红色。

#### 五、存在问题：

(1) 由于本地气候潮湿，烘干后的花在空气中即产生了颜色变化。只能在演示前一直加热烘干纸花。

(2) 如前所述，反应中  $\text{MnO}_2$  投放装置还存在不足。

#### 六、改进方法：

若将纸折叠成一个较浅的小容器，可能效果会更好。

## D、人造雪树

### 一、实验现象：

将树、樟脑丸置于密闭的大玻璃瓶中，用酒精灯对其加热，过一会儿，树上将会挂满白色晶体状物质，外表极其像雪花。玻璃瓶下面是高温，里面却在“下雪”，景象非常美妙！

### 二、实验原理：

萘 熔点：80.1℃，沸点：217.9℃，易升华，利用这一性质，对其加热，能使大量萘在短时间内完成升华这一过程，继而遇到冷的瓶壁和树凝华成白色晶体，这就是我们的人造雪树。

### 三、实验过程：

起初我们选用 250mL 小烧杯、枯黄树枝、铁架台、酒精灯做了一个简易的实验装置进行实验。但烧杯太小，不便于观察，于是我们找来了 3000mL 的大烧杯重做了一套实验装置，这一次效果就好了很多。但仍存在一些问题：瓶壁上附着了很多白色晶体，致使里面的树被遮住了大半，雪树的效果没有完全出来；枯黄的树枝挂不住“雪”，如果有条件最好用假树。首先瓶壁附着“雪”的问题我们曾想过换用一个更大的玻璃缸，但这个很难找到而且不易加热，所以不得不放弃了这一想法。我们仔细观察了这个瓶壁上的白色晶体，形酷似下雪时玻璃上的窗花，于是我们就有了个新想法：把烧杯做成城堡的样子，做雪中城堡的效果。至于树的问题，开始到学校外面的饰品店淘，结果一无所获。后来非常感谢我的朋友何旭帮了我的忙，用雪碧瓶剪了一棵非常漂亮的“树”。接下来的问题也很伤脑筋，萘有毒，具有刺激作用，这为我们的实验带来了一定难度。我们找来了盖子将烧杯盖住，但实验过程中，我和我的同伴秦倩还是深受其害，出现了轻微头痛等症状。我们曾用  $\text{NH}_4\text{Cl}$  代替萘，但效果不是很好。我查了一下有关  $\text{NH}_4\text{Cl}$  的一些数据：加热至 100℃ 时开始显著挥发，337.8℃ 时离解为氨和氯化氢，遇冷后又重新化合生成颗粒极小的氯化铵。首先它对温度的要求比萘高，其次它形成的是白色浓雾而不是白色晶体，没有雪景的感觉。我们最终还是选用了萘，加强了一些防护措施。我们用卡纸做了一个屋顶将烧杯盖住，使其尽可能密封，实验过程中人尽量远离反应装置减少萘的吸入。最后还剩了一个加热装置的问题。平时做实验用的是酒精灯直接加热，但在演示过程中引燃酒精灯是件很困难的事。后来周玥和林海昕想了个办法用高锰酸钾、浓硫酸和酒精做了一个奇妙的加热装置。我们还用卡纸对铁架台、烧杯等进行了包装，使得整套装置看起来非常漂亮。整个实验是非常奇妙的激动人心！

### 四、最终结果：

效果很好，瓶壁上的“雪花”非常漂亮，但“雪树”的效果就不如预期的好。可能是因为瓶壁面积大，白色晶体更容易附着在上面。

### 五、需要改进的地方：

瓶壁上涂一层甘油，使其光滑，不易挂晶体，雪树的效果可能会好些。烧杯的密封性上还需要更完善。

## E、奥运圣火的传递

我们设想在画有世界地图的宣纸上烧出中国地图及奥运圣火传递的路线。

从希腊开始，经勃朗峰，巴比伦埃及，北京，厦门到达珠峰，用带火星的木条引燃，每经过一处，烧断一根固定在地上的线，开启一个装置，并由埃及金字塔引燃外围用棉花围成的心形，意为心怀天下。

实验灵感来源于趣味实验“火龙写字”。用毛笔沾取饱和硝酸钾溶液在画有世界地图的宣纸上描出中国地图及奥运圣火传递的路线，待宣纸干后，用带火星的木条引燃，硝酸钾受热分解产生少量氧气，支持继续沿路线燃烧，由于温度不高，氧气不多，故不会产生火焰，不会烧着未沾硝酸钾的地方。勃朗峰与埃及的引燃装置是将高锰酸钾与浓硫酸混合，调成稀泥状，产生氧化性极强的七氧化二锰。将沾有无水乙醇的棉花用线吊住。当线被烧断，棉花落在混合物上，乙醇被剧烈氧化放热，点燃棉花，通过金字塔将火焰传递到外围浸过无水乙醇的棉花，点燃整个心形，实现“心怀天下”。

第一周，我们设想用掺有某些盐的饱和硝酸钾溶液在宣纸上写字，然后引燃，产生焰色反应的效果。第二周通过实验，我们发现直接用水引燃会将整张纸烧着，于是在实验楼下捡了一根干木条，用带火星的木条即可只引燃路线。但引燃后发现，燃烧只产生烟，并不产生火焰，无法观察到焰色反应的效果。经过分析讨论，我们决定将这个实验拆为两个实验，即焰色金字塔和奥运圣火传递。由此也确定了我们整个实验的主题--奥运。而奥运圣火的传递必须承担连接其它装置的任务，于是想到通过“圣火”烧断细线，依靠重力开启装置。第三周通过三次实验证实，“圣火”确实能够烧断细线。为了保险起见，我们在细线上与宣纸连接的地方也涂上了硝酸钾溶液。由于另外两个实验需要点火，所以必须要有自动起火装置。我们联想到“异想天开”节目上的火山爆发实验，采用甘油与高锰酸钾起火。起初，我们将甘油滴入高锰酸钾中，但并没有任何现象发生，我们以为是药品的问题。就在我们要倒掉重做的时候，发现蒸发皿非常热，证明确实有发生反应，会不会是加入顺序错了？于是，我们将高锰酸钾洒入甘油中，片刻之后，果然烧起来了。为了保险起见，我们又重复做了一次，却之见冒烟不见火焰。之后我们又做了若干次实验，成功率只有不到百分之五十。经过分析，我们觉得是因为甘油是粘稠状的，如果滴入高锰酸钾中，会盖在高锰酸钾上，阻隔空气，阻止燃烧。如果是高锰酸钾洒入甘油中，由于反应不够剧烈，积聚足够热量之前高锰酸钾就会沉到底下，同样不能接触空气。我们又试过直接将高锰酸钾加入乙醇中，但根本没有现象，甚至不会放热。第四周，经过朱老师的指点，用高锰酸钾和浓硫酸混合调成稀泥状，可以直接点燃酒精灯。于是，我们用沾有无水乙醇的棉花直接丢到高锰酸钾和浓硫酸的混合物上，瞬间就剧烈燃烧起来了。

最后的连接实验并不是很成功，由于地板温度较低，且地图是放在地上的，使路线的燃烧停止了多次。线是固定在纸下的，连接到装置之前可能与圣火路线交叉，导致某些线在圣火到达指定地点前就被烧断，装置提前启动。由于乙醇的挥发问题，棉花并不能很好的传递火焰，最后金字塔与心形只能重新补乙醇后手动点燃。

仔细分析过失败的原因后，我们可以改进实验方案。首先，做一个中空的架子将地图架高，这样可以解决燃烧中断。将所用的细线除了与宣纸连接的地方外都涂上阻燃剂，即可解决装置提前启动。将棉花上的乙醇用甘油代替，即可解



决挥发的问题。

## F、火焰“金字塔”

本次趣味实验的主题是迎接奥运的到来，于是我们的主要内容就定为奥运圣火的传递。作为人类文明代表之一的金字塔自然而然地就成为了中途的一站。我们的设想是当地图烧到埃及的时候，烧断一根棉线，棉线上沾有酒精的棉花落在高锰酸钾和浓硫酸的混合物上，棉花开始燃烧，引燃金字塔。金字塔的四个面会有四种不同颜色的火焰分别呈现出奥运五环，“北京”“2008”，奥运会徽的图样。金字塔是选用黏性比较好的土烧制成的，在成型以后的金字塔四面分别用小刀刻出相应的图案或文字，在四个面上刻出来的小槽里面分别塞入吸了酒精和硝酸钠，硝酸锶，硫酸铜以及硫粉的棉花。引燃后小槽里的棉花燃烧起来，同时，在硝酸钠，硝酸锶，硫酸铜，硫粉的参与下，四个面的火焰呈现出四种颜色和样式的图文（前面三种盐的焰色反应会分别显出黄，红，绿三种颜色，而硫粉的燃烧会发出蓝色的火焰），从而带给大家一种震撼的美感！

听起来好像也就是点起火来那么一烧，但是实际的制作过程却比较复杂和曲折的。第一周，我们先确定下来把金字塔作为我们“圣火传递”的一部分，在实验室的其它工作结束以后，我们组员去找了些土。和泥巴，做金字塔的工作计划在宿舍里面完成，但是等回到宿舍准备和泥巴的时候又发现找来的土含杂质太多，黏性很差，不能用。经过几天的寻找对比，在第二周我们终于找到了合适的土源。金字塔的成型工作是在宿舍里面完成的，包括和泥巴，捏成形。虽然天气一直很好，但是在外边放了三天的金字塔仍然没有完全干燥，于是在第三周的试验课上，我们把模型带进实验室进行进一步的加工。在送进烘干设备之前，几个灵巧的女生在金字塔模型上面课上了图字。由于烘干需要的时间比较长，本周也就只是得到一个完整的金字塔模型。由于时间的关系，第四周的实验中我们必须完成剩下的所有内容。主要包括对棉花的加工以及金字塔模型与引燃装置的连接。我们在模型四个面的凹槽里面填入棉花，用胶头滴管分别在三个面的棉花上滴加一定浓度的硝酸钠，硝酸锶，硫酸铜溶液，在另一面的棉花上面撒均匀地上少许的硫粉，等到棉花快干的时候再滴加适量的无水乙醇（乙醇很容易挥发，所以要等到试验开始前的几分钟滴加）。的金字塔上的棉花与另外一根蘸了酒精的棉线连接，棉线的另一端放在一块乘有高锰酸钾与浓硫酸混合物的瓷砖上面。这样，我们“金字塔”这部分的工作基本上完成了。

接下来就是要检验一下我们的工作成果了。当棉线烧断以后，蘸过无水乙醇的棉花团掉在了白瓷砖上面放着高锰酸钾—浓硫酸混合物的地方，棉团马上燃烧起来，引燃了连着金字塔的棉线，火焰迅速地顺着棉线蔓延到金字塔，金字塔上也开始出现火焰。可是我们结果并不是我们想象的那么炫目。预期的色彩几乎都没有显示出来，而且由于光线的关系，火焰也没能很好的表现出我们刻上去的文字和图案。总的来说，是觉效果并没有达到我们所设想的那样！

简单的总结一下，实验结果不够令人满意的原因有以下几点。首先，金字塔模型做的不够好。由于时间及空间的关系，金字塔做的比较小，乘装棉花的小槽不够大导致燃烧的效果不好；第二，焰色反应的效果没有很好的作出来，主要还是由于装置的设计存在一些问题。如果能给我们更多的时间，则可以改变金

字塔的尺寸，采用更好的方案来产生多彩的火焰。

## 废定影液中银单质的提取

组长：蒋文韬

组员：陈鑫、宋然、田野、叶进裕、张雯、张梦

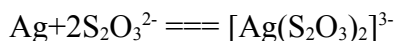
**摘要：**以废定影液为原料，通过沉淀法经灼烧制取了银单质，在实验过程中对其步骤进行探讨、改良及实践。

**关键词：**废定影液；提取银

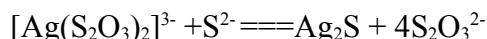
### 1、概述及原理：

在照相底片里及相纸上都有一薄情层含 AgBr 的明胶，即通常所说的感光乳剂膜。在定影过程中，感光乳剂膜内的 75% 的 AgBr 都注入定影液中。因此，废定影液中含有大量的银。银是重金属，故定影液若不经处理排放到环境中，会对环境造成严重危害。故其中 Ag 的回收具有重要意义。

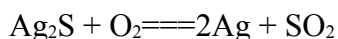
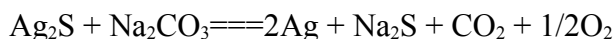
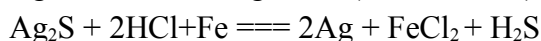
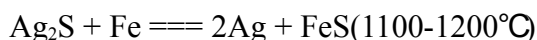
定影液主要含 Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>，定影过程中，Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 与照相时未分解的 AgBr 作用生成 [Ag(S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sup>3-</sup>：



从 [Ag(S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sup>3-</sup> 回收银的方法有电解法和化学法，化学法又分为直接还原法和间接还原法。就银的回收率而言，电解法没有化学法大。直接还原法常用保险粉 (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O) 做还原剂将 [Ag(S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sup>3-</sup> 直接还原为 Ag，此还原剂不稳定，极易常驻潮分解。间接还原法是用试剂将 [Ag(S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sup>3-</sup> 先转化为 Ag<sub>2</sub>S 或 Ag<sub>2</sub>O 沉淀，然后再使之还原为单质银。较常用的试剂是 Na<sub>2</sub>S：



Ag<sub>2</sub>S 的脱硫处理采用的方法有铝粉高温还原法、铁高温还原法、湿法铁还原法、碳酸钠熔融法及高温焙烧法，涉及的反应分别为：



(说实话，关于实验方案的选择，根据实验室的条件及掌握的知识，基本是别无选择的)所以最终决定以先沉淀再还原的方法进行提取。

### 2、实验过程：

Ag<sub>2</sub>S 沉淀的生成与分离：

取 250ml 废定影液置于 400ml 烧杯中，加热到 30°C 左右（当时发现室温在 31°C），用 6mol·L<sup>-1</sup>NaOH 调节溶液的 pH≈8，在不断搅拌下，加入

次数	试样体 积/ml	试样初 始 pH 值	NaOH 体积/ml	试样最终 pH 值	饱和 Na <sub>2</sub> S 体积/ml
1	200	5.16	90	7.91	1.30
2	240	4.95	130	7.97	1.80
3	240	4.95	125	7.98	1.30
4	240	4.92	140	7.97	1.30
5	240	4.91	130	8.00	1.45



2mol·L<sup>-1</sup>Na<sub>2</sub>S 到 Ag<sub>2</sub>S 沉淀生成（沉淀完全）。用 Pb(Ac)<sub>2</sub> 试纸检查清液，当试纸变黑时，说明 Ag<sub>2</sub>S 沉淀完全。用倾析法分离上层清液，抽滤并洗涤 Ag<sub>2</sub>S 至无 S<sup>2-</sup>存在（取滤液用 Pb(Ac)<sub>2</sub> 试纸检验）。将商滤得 Ag<sub>2</sub>S 转移至蒸发皿上，不火烘干，冷却，称量。

以上为实验参考资料上所提供方法。在实际操作过程中观察到若干现象，发现若干问题。书中向废定影液中加入 NaOH 一步，目的应在于调节溶液至微碱性，以防止加入 Na<sub>2</sub>S 时有过多 H<sub>2</sub>S 产生（这种气味想必都有所体会）。

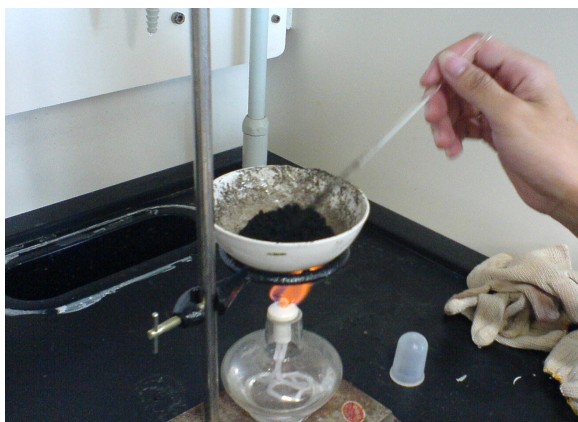
但当 pH 调节至 8 时产生明显白色混浊，考虑是有部分 AgOH 产生。担心对 Ag<sub>2</sub>S 的转化产生影响，后经热力学及动力学分析，Ag<sub>2</sub>S 溶解度很小银可较完全地转化为 Ag<sub>2</sub>S。起初在加入 Na<sub>2</sub>S 时，依然产生浓烈的 H<sub>2</sub>S 气味。由于使用 Pb(Ac)<sub>2</sub> 试纸不易把握应加入 Na<sub>2</sub>S 的量，担心 S<sup>2-</sup>过量太多，不易洗涤，故改用取液离心分离，滴加 Na<sub>2</sub>S，看是否产生沉淀的方法，使 S<sup>2-</sup>不会过量太多。参考文章上说使用倾析法倒出清液，我们并未采用此法而是

直接过滤（大约主要是因为不愿损失任何一点产物）。在抽滤过程中产生严重问题：抽滤后母液中依旧存留大量 Ag<sub>2</sub>S 而难以过滤。查书知 Ag<sub>2</sub>S 有一定胶体性质，即所谓纳米尺度（此句转



自实验老师，版权必纠），过滤须加入“新洁尔灭溶液”，利用其吸附作用，使过滤得以进行。但现实是残酷的，此溶液难以获得。组里最终在李老师的帮助下，从本部取来微孔滤膜，使抽滤较果有所改善（特别鸣谢）。由于液体较多，滤速狂慢，在三台真空泵的情况下，依然进行抽滤数小时方才完成。其后进行在蒸发皿中的蒸干。其间滤膜被烧除去。

2

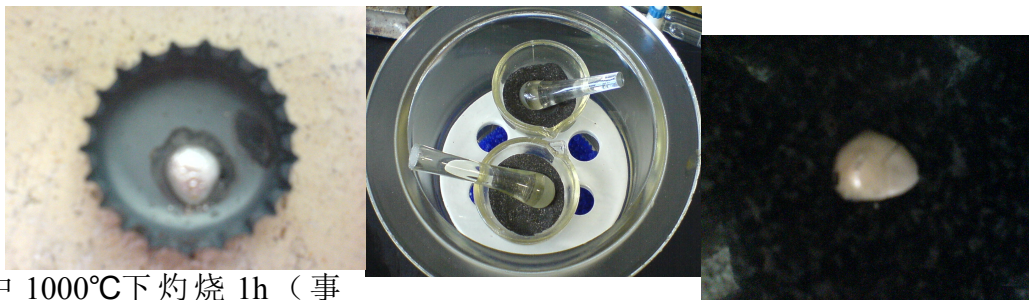


### 金属银的提取

按质量比  $m(\text{Ag}_2\text{S}):m(\text{Na}_2\text{CO}_3):m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})=3:2:1$  比例，称取 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 和硼砂并与 Ag<sub>2</sub>S 混合，研细后置于次坩埚中。在主温炉中于 1000 °C 灼烧 1h，小

心取出坩埚，趁热迅速将上层熔渣倾出，倒出熔化的银，冷却，然后在稀 HCl 中煮沸，除去黏附在金属银表面的盐类，干燥，称量。

实验过程中，将按照书中所给配比混合均匀的混合物置于坩埚中，在马弗炉



中 1000°C 下灼烧 1h（事

实上实验室的马弗炉从始至终都没能达到 1000°C，只在 900°C 附近）。由于对实验过程中意外的考虑，第一次只烧了约一半所得  $\text{Ag}_2\text{S}$  混合物。1h 后打开马弗炉取出坩埚（马弗炉未经冷却。当然后来知道这种操作是错误的，但精神还是可嘉的），观察到液态银在其中呈液珠状滚动（与书中的描述有出入，亦无法如书中所说倾出炉渣倒出）。将其倒出至一啤酒瓶盖中。如图：

倒出共两滴，一滴即是有金属光泽的 Ag 单质（左），另一滴则是乳白色，冷却后轻轻剥去外层物质，即露出银白色的 Ag。

### 3. 数据：

两份  $\text{Ag}_2\text{S}$  的质量： $m_1(\text{Ag}_2\text{S})=3.3333\text{g}$   $m_2(\text{Ag}_2\text{S})=4.1433\text{g}$   
 $m=m_1+m_2=7.4766\text{g}$

最终得到银的质量： $m(\text{Ag})=4.4476\text{g}$

产率=68.3%

### 3、总结：

千辛万苦，终有所获。实践往往要比书本来得刻骨铭心。

参考文献：《基础化学实验》 高等教育出版社；  
 《大学基础化学（I）》 化学工业出版社；  
 《大学化学实验》 国防工业出版社；  
 《普通化学实验》 化学工业出版社。



## 养殖区海水氮、磷含量及 COD 含量的测定

组长：高忠祥

组员：雷小荣、林伟、陈锦强、苏惠聪、刘时祥、陈有钟

**摘要：**水样使用过硫酸钾消解；本实验采用的是磷钼蓝光光度法；采水的时候要分涨潮和落潮两个时间段，因为两个时间段的磷浓度不一样；制作标准曲线的时候要注意正确的算法以及其中溶液的稀释倍数；做 COD 含量测定的时候采用的是酸性高锰酸钾指数法。

**关键词：**消解，磷标准曲线，固定剂，酸性高锰酸钾指数法

### 一、磷含量的测定

#### 原理方法部分

#### 一、各种存在形式的磷测定的水样预处理方法

1. 可溶性正磷酸盐：水样采集后，立即用 0.45 $\mu\text{m}$  过滤薄膜过滤，滤液不添加任何试剂，于 2~5 度的条件下冷藏，在 24 小时内用磷钼蓝分光光度法测定。

2. 可溶性总磷酸盐：水样采集后，立即用 0.45 $\mu\text{m}$  过滤薄膜过滤，滤液(立即用硫酸酸化至  $\text{pH}<1$ , 于 2~5 度冷藏, 在 24 小时内)用下述方法消解, 把可溶性各种存在的形式盐转化为正磷酸盐, 用磷钼蓝分光光度法测定。

3. 总磷酸盐: 水样采集后, 加酸酸化至  $\text{PH}<1$ , 于 2~5 度的条件下冷藏. 测定时用下述方法消解后, 用磷钼蓝光光度法测定。

#### 二、水样的过硫酸钾消解法如下

再移取 25.00ml 已经用 NaOH 溶液调节至中性的水样到 250ml 锥形瓶中，加水至 50ml，加 2-3 粒玻璃球，加 5% 过硫酸钾溶液 5ml, 1ml 6mol/L 硫酸，放置于电热板，调节温度，保持微沸 30min，停止加热，取出冷却。加一滴酚酞指示剂，用 2mol/L 的 NaOH 滴定到刚呈红色再滴加 1mol/L 的硫酸到红色刚好退去，转移到 50ml 容量瓶。试剂空白和标准系列也同样方法消解。

#### 三、磷钼蓝光光度法

##### 1. 方法原理

在酸性介质中，正磷酸盐于钼磷酸铵形成钼磷黄，在酒石酸氧锑钾存在下，抗坏血酸把钼磷黄还原为磷钼蓝，用分光光度计在 690nm 处，测量此溶液的吸光值，从标准工作曲线查的水样中磷酸盐的含量。

本法适用于地面水，生活污水和工业部门的废水中正磷酸盐的测定。最低检测浓度 0.01mg/L, 测定上限 0.6mg/L。

##### 2. 主要仪器

分光光度计，50ml 具塞比色管

##### 3. 主要试剂

(1) 3mol/L 硫酸: 将 60ml 硫酸 (=1.84g/L) 缓缓加入 300ml 水中，储于玻璃瓶中。

(2) 3% 钼酸铵: 称取 15.0g 钼酸铵  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  溶于水中并稀释至 500ml，储于乙烯瓶中，避光保存。

(3) 抗坏血酸溶液: 称取 5.40g 抗坏血酸 ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ) 溶于水中并稀释至 100ml。此溶液储存于聚乙烯瓶中，避免阳光直射，有效期为一个星期。



(4)酒石酸氧锑钾溶液:称取 1.4g 酒石酸锑钾( $\text{KSbO} \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ )溶于水中并稀释至 1000ml, 储存于聚乙烯瓶中, 有效期为 6 个月。

(5)混合试剂:依次量取 3mol/L 硫酸 100ml,3%钼酸铵 40ml,0.14%酒石酸锑钾 20ml,混匀,临用是配置。

(6)磷酸盐标准储备溶液:称取 0.217g 经 105 度干燥 2h 的磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )用少量水溶解,转移入 1000ml 的容量瓶中,稀释至标线,加 1ml 三氯甲烷,混匀,此溶液为 1ml 含 50ug 磷的标准储备溶液.可稳定 6 个月。

(7)磷酸盐标准使用溶液:取磷酸盐标准储备溶液 10.00ml 于 250ml 容量瓶中,用水稀释至刻线,混匀,此即为 1ml 含 2.00ug 磷的标准使用液.临用时配制,有效期为 24h

#### 4.测定步骤

(1)标准工作曲线的绘制:分别移取磷酸盐标准使用液 0ml,0.50ml,1.00ml,3.00ml,5.00ml,10.00ml,15.00ml 于一组 50ml 的比色管中,加水至标线.摇匀后,加混合试剂 4.0ml,5.4%抗坏血酸溶液 1ml,混匀.10min 后,用 10nm 或 30nm 比色皿,于 690nm 处,以零浓度溶液为参比,测量吸光值,绘制标准曲线。

(2)水样的测定 取适量水样于 50ml 比色管中,用水稀释至标线.一下按绘制工作曲线的步骤进行显色和测量.减去空白实验的吸光值,并从标准工作曲线上查的比色管中磷的含量,再计算原水样中磷的含量

#### 具体实验部分

1. 采水地点:漳州校区正大门对面的黄金海岸
2. 采水时间及海滩情况:

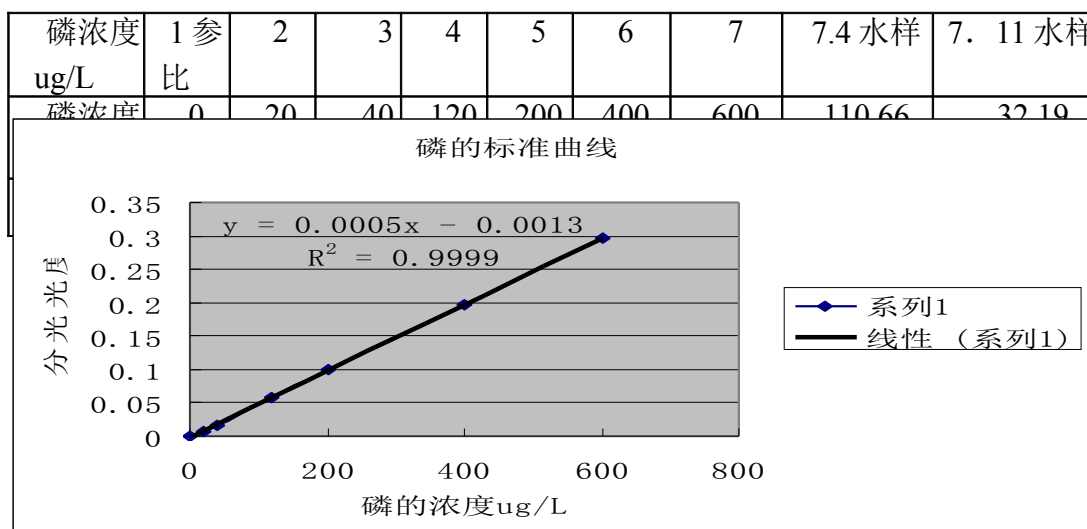
采水序列	采水地点	采水时涨落潮情况	所加固定剂及量	采水者
第一次	6月27日	落潮	浓硫酸 0.8ml/L	林伟, 雷小荣
第二次	7月4日	落潮	浓硫酸 0.8ml/L	林伟, 高忠祥
第三次	7月11日	涨潮	浓硫酸 0.8ml/L	林伟, 高忠祥

水样的保存:采水后水样保存于 2.2 升的可口可乐塑料包装瓶中,加入 2ml 已经用水样稀释过的浓硫酸。用原装的盖子盖住。并贴上样品标签。

水样运输 :采水后立即由自行车运送至实验室。之后我们的实验就按照以上的原理部分进行。

#### 实验结果部分

落潮时的结果:



待测溶液的分光光度值：0.055

待测溶液的浓度 ug/L：113.79

原来溶液的浓度 ug/L：221.32

待测溶液的分光光度值：0.016

待测溶液的浓度 ug/L：37.64

原来溶液的浓度 ug/L：64.38

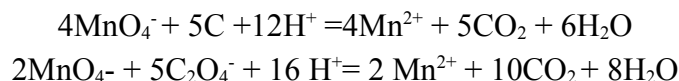
## 二、COD 含量的测定

### 实验原理部分

水的需氧量大小是水质污染程度的重要指标之一。它分为化学需氧量（COD）和生物需氧量（BOD）两种。BOD 是指水中的有机物好氧微生物作用下，进行好氧分解过程消耗水中溶解氧的量；COD 是指在特定条件下，采用一定的强氧化剂处理水样时，消耗氧化剂所相当的氧，以每升多少毫克 O<sub>2</sub> 表示。化学需氧量反映了水中受还原性物质污染的程度。

### 一、实验原理

COD 的测定有多种方法，对于污染较严重的水样或工业废水，一般采用重铬酸钾法或库仑法，普通水样用高锰酸钾法。本实验采用高锰酸钾法，其原理如下：



计算公式：

高锰酸钾指数 (O<sub>2</sub>, mg/L) = [C<sub>KMnO<sub>4</sub></sub>(V<sub>1</sub>+V<sub>2</sub>)<sub>KMnO<sub>4</sub></sub> - (c V)<sub>Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub></sub>] x 8 x 1000 / V<sub>水样</sub>

式中：V<sub>1</sub>，V<sub>2</sub> 分别表示 KMnO<sub>4</sub> 的开始加入体积和滴定过量 Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 的体积，C<sub>KMnO<sub>4</sub></sub> 与 C<sub>Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub></sub> 分别表示 KMnO<sub>4</sub> 及 Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 为基本单元的物质量的浓度。

### 二、实验内容和步骤

#### 1、主要试剂的配制

高锰酸钾溶液：C = 0.01 mol/L

草酸钠标准溶液：C = 0.02000 mol/L

#### 2、实验步骤

移取 100 mL 水样于锥形瓶中，加 5mL (1+3) 硫酸溶液，摇匀。加入 10.00 mL 高锰酸钾溶液 (V<sub>1</sub>)，摇匀。立即放入沸水中加热 30 分钟。趁热加入 10.00 mL 草酸钠标准溶液 (V)，摇匀，立即用高锰酸钾溶液滴定至溶液呈红色，记下高锰酸钾溶液消耗的体积 (V<sub>2</sub>)。重复测定三次。

高锰酸钾溶液的标定：将上述溶液加热至 65~85 °C，准确加入 10.00 mL 草酸钠标准溶液，再用高锰酸钾溶液滴定至溶液呈红色，记下高锰酸钾溶液消耗的体积。计算高锰酸钾溶液的准确浓度。平行滴定三份。

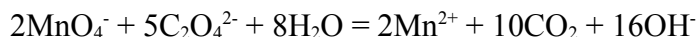
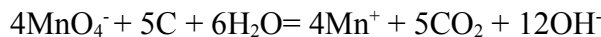
## 具体实验部分

### 1、碱性高锰酸钾指数法

实验时间:2007.07.04 海水取样时间:09:30a.m.

实验原理: 1 本实验采用碱性高锰酸钾指数法。

#### 2 反应式有



#### 3 未经稀释水样 COD 的计算公式:

高锰酸钾指数 ( $\text{O}_2$ , mg/L) =

$$\{[5c\text{KMnO}_4(V_1+V_2)\text{KMnO}_4 - 2c\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4\text{VNa}_2\text{C}_2\text{O}_4] \times \text{MO}_2 \times 1000\} / 4V \text{ 水样}$$

### 实验步骤

1 取海中水样并过滤。

2 取经过滤的海水 100.00mL 于 250mL 锥形瓶中加 50% NaOH 0.5mL, 混匀, 再加入 10.00mL 0.01mol/L 的  $\text{KMnO}_4$  摇匀, 沸水浴加热 30min。

3 取出锥形瓶, 冷却到 70-80 摄氏度, 加入 5mL 4.5mol/L 硫酸和 0.01000mol/L 草酸钠 10.00mL, 摇匀后立即用 0.01mol/L  $\text{KMnO}_4$  滴定至微红记下读数  $V_1$  mL。

4 向滴定完毕的水样中加入 10.00mL 0.01000mol/L 的  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , 再用 0.01mol/L  $\text{KMnO}_4$  滴至微红, 记下用量  $V_2$  mL,

	一	二	三	四	五	六
草酸钠浓度 mol/L	0.010000					
滴定体积 mL	4.74	5.10	4.31	4.20	4.19	4.18
标定体积 mL	7.62	7.25	7.47	7.49	7.52	7.50
COD	33.44	33.40	33.12	30.76	30.84	30.72
COD 平均值	31.71					
相对误差/%	5.46	5.33	-1.86	-3.00	-2.74	-3.12
平均相对误差/%	3.59					

### 总结:

1. 从表格中可以看出, 本次实验准确度太低, 数据相差太大, 测得的 COD 不准确;
2. 实验过程中始终没有观察到稳定的微红色, 仅是黄色向橘红色渐变, 终点不能准确判断, 且有沉淀物质出现;
3. 经研究讨论认为是生成的  $\text{Mn}^{2+}$  与  $\text{OH}^-$  反应生成  $\text{Mn}(\text{OH})_2$  被氧化成褐色的  $\text{MnO}(\text{OH})_2$  及  $\text{MnO}_2$  导致出现与预期不同的现象

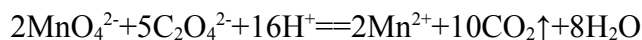
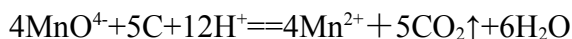
### 2. 酸性高锰酸钾指数法

实验时间:2007.07.04

海水取样时间:09:30a.m.

### 实验原理

(1)反应式



(2)高锰酸钾指数 (O<sub>2</sub>, mg/L) =

$$\{[5c\text{KMnO}_4(V_1+V_2)\text{KMnO}_4 - 2c\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 V\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4] \times \text{MO}_2 \times 1000\} / 4V_{\text{水样}}$$

### 实验步骤

1 称取 KMnO<sub>4</sub> 固体试剂 8.0g 配成 500ml 溶液，储存于 500mL 棕色容量瓶中

2 准确称 Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 0.1675g 于烧杯中，加入约 20ml 的水使之溶解再转移到 250ml 的容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

3 移取经 Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 处理的 100.00ml 水样于锥形瓶中，加 5.0ml (1+3) H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 溶液和 10.00ml KMnO<sub>4</sub> 溶液 (即 V<sub>1</sub>)，立即沸水浴 30min。趁热加入 10.00ml Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 溶液 (即 V)，立即用 KMnO<sub>4</sub> 滴定到溶液呈微红色，记下 KMnO<sub>4</sub> 消耗的体积 (即 V<sub>2</sub>)。平行滴定 3 组。

4 将上述已测定完毕的溶液加热至 65~85℃，准确加入 Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 10.00ml 标准溶液，再用 KMnO<sub>4</sub> 溶液滴定至呈微红色，记下 KMnO<sub>4</sub> 溶液消耗的体积。计算 KMnO<sub>4</sub> 溶液的准确浓度，平行滴定三份。

	一	二	三	四
草酸钠浓度 mol/L	0.010000			
滴定体积 mL	5.80	5.75	5.82	5.75
标定体积 mL	7.46	7.47	7.40	7.45
COD	9.00	8.95	9.02	8.95
COD 平均值	8.98			
相对误差/%	0.22	-0.33	0.45	-0.33
平均相对误差/%	0.33			
标定的 KMnO <sub>4</sub> 浓度 mol/L	0.00268	0.00268	0.0027	0.00268
KMnO <sub>4</sub> 的平均浓度 mol/L	0.00269			

### 三、总结

通过这次实验我们学到了很多，发现要做好一个实验真的不是很容易，有些看似很简单的东西，当你真正认真做的时候你会发现你的想象是错的，但是你同时也会学到很多东西，开拓自己的知识，这次实验我们也懂得了团队合作的重要性，我相信我们的这个团队是最好的！



## 三种无机阻燃剂效果对比

组长：林婉婷

组员：林汉，林婉婷，高韵芳，岳玲珊，陈佳灵，阮文清

**摘要：**无机系列阻燃剂由于无毒、高效、抑烟，特别是氢氧化铝和氢氧化镁完全符合当今阻燃剂向环保型发展的大趋势，它们的市场越来越广阔。本文对几种无机阻燃剂效果进行对比研究，以及前景展望

**关键词：**阻燃剂 阻燃 氢氧化铝 氢氧化镁 硼酸锌 效果对比

### 1、前言

阻燃法规的健全以及阻燃技术的发展<sup>[1]</sup>，阻燃剂的需求量越来越大，美国阻燃剂需求量年增长率 4%，而欧洲阻燃剂则以年 3.5% 的速率增长，目前在塑料助剂中已占第二位。常用的阻燃剂分有机阻燃剂和无机阻燃剂两大类。

传统阻燃材料<sup>[2]</sup>广泛采用含卤聚合物或含卤阻燃剂组合而成的阻燃混合物。但是一旦发生火灾，由于热分解和燃烧，会产生大量的烟雾和有毒的腐蚀性气体，从而妨碍救火和人员疏散、腐蚀仪器和设备。特别是人们发现火灾中的死亡事故有 80% 以上是材料产生的浓烟和有毒气体造成的，因而除了阻燃效率外，低烟低毒也是阻燃剂必不可少的指标，是阻燃剂研究领域内最活跃的研究课题之一。

因此，近年来，随着重大火灾次数的增多以及塑料焚烧造成的二次污染等问题的出现，使得有机阻燃剂的应用受到了限制。而无机系列阻燃剂，特别是氢氧化铝和氢氧化镁完全符合当今阻燃剂向环保型发展的大趋势，它们的市场越来越广阔。

无机阻燃剂具有热稳定性好、不挥发、不析出、无毒、廉价和不产生腐蚀性气体等优点，其研制方向是：(1)非卤化。含卤阻燃剂燃烧时会放出对人体有害的气体，因此提出了阻燃材料非卤化的要求，即以无机阻燃剂为主。(2)开发微粒

化技术。阻燃剂颗粒越细，对材料的物理机械性能影响越小。(3)阻燃剂表面处理表面化学方法来处理无机阻燃剂，以增强它们与一些高聚物之间的亲合力即相容性，用偶联剂和其它助剂来改性。(4)研究阻燃体系的协同效应，国外将阻燃剂复配，以降低阻燃剂用量，且达到一样的阻燃目的，目前我国阻燃剂工业产品结构单一、系列化程度低。无机阻燃剂一方面向精细和超细颗粒发展，以便增强致密、坚固的性能；另一方面，向改善尺寸分布发展，以改善其加工性能和填充密度，如氢氧化镁等。

## 2、氢氧化铝阻燃剂，氢氧化镁阻燃剂和硼酸锌阻燃剂及其燃烧机理

### 2.1 氢氧化铝阻燃剂，氢氧化镁阻燃剂和硼酸锌阻燃剂

#### 2.1.1 氢氧化铝阻燃剂<sup>[3]</sup>

氢氧化铝(简称 ATH)，具有无毒、不挥发、价廉、阻燃、消烟、填充和在燃烧时无一次污染等特点。是国外报道最多，应用最广的无机阻燃剂。

1989-1994 年间,ATH 在美国的用量占有所有阻燃剂消耗量的 43.5%,其缺点:(1)这种阻燃填料不对聚合物起增强作用;(2)它在 250°C 就开始分解，因此不适于加工高于 200°C 的塑料制品。

近年来氢氧化铝阻燃剂的发展动向:(1)ATH 的超微细化增加 ATH 的表面积,使粒子表面蒸气压下降,明显增强阻燃效果,同时提高材料制品的力学性能和耐热功能。美国 Sale 公司已研制出平均粒径小于 0.2mm 的超细 ATH,美国铝业公司研制出平均粒径为 0.1mm 的 ATH,这些超微 ATH 不仅能提高阻燃性,而且使体系力学性能提高,应用将十分广泛,这些技术无疑将是 ATH 今后发展的主流。在国内,化工部合成材料研究院在做这方面工作。洪旭东等人利用他们研制的超细 ATH 阻燃乙丙橡胶,可以使体系的 OI 值达到 38 以上,而且力学性能有所提高;(2)开发高效的表面处理剂。ATH 单独使用时,添加量必须在 60 份以上才具有较好的阻燃效果。但高填充量会影响塑料的加工性能和力学性能,若能开发高效价廉的偶联剂,在 ATH 添加量很高时,也不影响其加工及力学性能,那将大大促进 ATH 的应用。因此,开发高效的偶联剂改善其与高聚物的相容性是当前的研究方向之一;(3)ATH 与其它阻燃增效剂的协同作用,少量阻燃增效剂可使 ATH 填充材料的性能有明显改善。因此,开发高效阻燃增效剂是 ATH 技术发展的又一个重要发展方向;(4)ATH 的纤维化。无机物的纤维化可以提高分子材料的力学性能。因此,改善 ATH 粒度分布,制成纤维状既可以起到较好的阻燃效果又可以改善高分子材料的力学性能。

#### 2.1.2 氢氧化镁阻燃剂

氢氧化镁为白色粉末,无毒、无味、无腐蚀。可广泛应用于聚丙烯、聚乙烯和 ABS 等塑料、橡胶等行业,被认为是有发展前途的另一种无机阻燃剂,由于氢氧化镁脱水温度高(340°C 时仍稳定),在塑料中燃烧能使树脂碳化,可清除酸气、发烟低等优点,有取代 ATH 之势。同样的缺点是和树脂的分散相容性差,可用脂肪酸处理,以提高氢氧化镁和树脂的亲合性。氢氧化镁的主要优势表现在以下几个方面:

(1)具有非常好的抑烟作用,NBS 实验表明,氢氧化镁的添加量达 9% 时就有明显的抑烟作用,其消烟能力优于氢氧化铝;(2)氢氧化镁是一种不产生有害

气体的无毒阻燃剂，属于绿色产品；(3)原料易得，成本低，市场竞争能力强；(4)热分解温度为 330°C，比氢氧化铝高出 1000°C。这使得添加氢氧化镁的塑料能承受更高的加工温度，也有利于提高阻燃效率；(5)粒度小，对设备磨耗低。

### 2.1.3 硼酸锌阻燃剂<sup>[4]</sup>

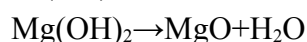
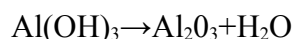
硼酸锌主要用于橡胶、塑料、涂料、电缆、防锈漆、纺织物的阻燃，还可用于木材及纸张的防霉、防腐、防蛀。目前国内年消耗硼酸锌 5000t 左右。

硼酸锌的阻燃作用主要表现在：(1)吸热及稀释作用；(2)覆盖作用；(3)阻止链反应的作用。聚磷酸铵在 225°C 左右热分解生成磷酸，高于 300°C 进一步脱水形成聚磷酸或聚偏磷酸，在高温作用下使高聚物脱水生成碳化物。聚磷酸铵同时含有氮元素，受热分解释放出 CO<sub>2</sub>，N<sub>2</sub>，NH<sub>3</sub> 等气体，这些气体不易燃烧，阻断了氧的供应，实现了阻燃增效和协同效应的目的，同时氮的增效和协同作用使该阻燃剂不仅具有良好的阻燃性能，而且还具有发烟量少、不产生有毒气体及具有自熄性等特点将硼酸锌与聚磷酸铵进行复配，使各种阻燃作用机理共同发生作用。可以达到降低阻燃剂和提高阻燃效果的目的。

目前，国内所产硼酸锌的粒径一般为 2~8 微米，还应加强微细粒级硼酸锌的研究开发，生产出粒径为 0.5 微米左右的硼酸锌产品，以满足用户新的需求。

## 2.2 氢氧化铝阻燃剂，氢氧化镁阻燃剂和硼酸锌阻燃剂等三种阻燃剂的阻燃机理

氢氧化铝和氢氧化镁它们受热分解时吸收热量较大



氢氧化铝和氢氧化镁受热分解放出水分，同时吸收热量降低高聚物的实际温度，抑制高聚物分解和释放可燃性气体。此外，生成的金属氧化物又是耐火材料，覆盖于高聚物表面，能提高高聚物抵抗火焰的能力起到隔绝空气阻止燃烧的目的。

硼酸锌阻燃机理：当温度高于 300°C 时，硼酸锌会产生热分解放出结晶水，起到吸热冷却作用和稀释空气中氧气的作用。另一方面，在高温下硼酸锌分解生成 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>，附着在聚合物的表面上形成一层覆盖层<sup>[5]</sup>。此覆盖层可抑制可燃性气体产生，也可阻止氧化反应和热分解作用。

## 3、实验部分

### 3.1 制备

#### 3.1.1 铝阻燃剂的制备（碳方法）

- 1) 往 Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> 加入 NaOH，至沉淀刚好溶解。
- 2) 往 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 溶液中滴加 HCl 溶液，再往溶液缓缓通入 CO<sub>2</sub>，生成沉淀。
- 3) 将沉淀过滤，烘干。

#### 3.1.2 氢氧化镁阻燃剂的制备（氢氧化钠法）

MgCl<sub>2</sub> 加适量的双氧水，漂白氧化反应 2h 后，滴加 NaOH 溶液，控制 PH5.6~6，过滤出去杂质，并标定 Mg<sup>2+</sup> 溶度，控制氢氧化钠，用去离子去配成一定溶度的溶液，过滤去杂质。

将净制好的 MgCl<sub>2</sub>，置放在 2L 的烧杯中，搅拌同时滴加等体积的 NaOH 溶

液， $MgCl_2$  与  $NaOH$  溶液物质的量比为 1: 2，滴加 1h，得到  $Mg(OH)_2$  溶液。将一定体积的  $Mg(OH)_2$  浆液置于水浴锅中，温度升至  $80^\circ C$  恒温 1h，去离子水洗涤产物数次至硝酸银 ( $0.1mol/L$ ) 检验无氯离子， $110^\circ C$  干燥 14h。

### 3.1.3 硼酸锌合成（氢氧化锌法）

1) 氧化锌的合成：方案一：在 100ml 的锥形瓶里加入 20 ml 的 2mol/L 的  $ZnCl_2$ ，慢慢滴加 6mol/L 氨水至没有沉淀生成，抽滤，用蒸馏水洗去阴离子，晾干。

把产物至于蒸发皿加热。

方案二：直接称取氧化锌固体。

2) 方案一：硼酸晶体的合成：将 100 浓硫酸缓慢加入饱和硼砂溶液中，放置于冰水中冷却，反应一定时间后，将硼酸晶体进行抽滤，得到固状硼酸晶体  
方案二：直接称取硼酸晶体。

3) 硼酸锌晶体：准确称取\*\*\*（根据具体得到的量）克氧化锌晶体与\*\*\*\*克的硼酸晶体分别在玛瑙研钵中研磨 30 分钟，然后将研磨后的氧化锌和硼酸混合后再研磨 30 分钟以上。

### 3.2 对材料进行测试：

#### (1) 阻燃剂与木炭

1) 将适量物质（以下每种物质均要分别做一次）0.9 克和 1 g 木粉混合，至于 1 号坩埚中；称 1 g 木粉于 2 号坩埚中；称 0.9 克阻燃剂与三号坩埚中。称量三个坩埚的质量，记录下质量。

2) 将三个坩埚同时加热 45min，同时密切观察三个坩埚中木粉的燃烧程度。（在旁边记录变化情况）

3) 称量三个坩埚质量，对比得出结论。

#### (2) 阻燃剂与滤纸

取两张滤纸，一张均匀涂上适量的阻燃剂，一张不做任何处理，于同一酒精灯上同时点燃，进行效果对比

(3) 阻燃剂与毛巾（方法同（2））

(4) 阻燃剂与树叶（方法同（2））

## 4、实验结果与讨论

### 4.1 阻燃剂与木炭效果分析

表一 阻燃剂与木炭作用的效果对比

	木炭粉的质量	加热前坩埚与阻燃剂、木炭的质量 $m_1/g$	加热前坩埚与阻燃剂的质量 $m_2/g$	加热后坩埚与阻燃剂、木炭的质量 $m_3/g$	加热后坩埚与阻燃剂的质量 $m_4/g$	木炭的减少量 $\Delta m_1/g$	换算成 1g 木炭的减少量 $\Delta m/g$	阻燃效果
氢氧化铝	0.7073	21.9710	21.5016	21.4648	21.2793	0.1839	0.2600	较好
氢氧化镁	0.7553	19.6202	21.0324	19.1069	20.6934	0.1743	0.2308	好



硼酸 锌	1.0002	21.923 3	21.834 8	21.2532	21.5269	0.3622	0.3621	一般
无阻 燃剂 对照	0.7064	22.9944	0	22.3057	0	0.6887	0.9749	无

注：分四等级进行评判，由大至小分别为无，较差，一般，较好，好

由表一可看出在相同的燃烧时间执行相同的操作氢氧化镁阻燃效果最好，氢氧化铝次之，硼酸锌最差。但是由于火焰不同，空气湿度有差等原因实验结果并不精确，具有相当大的误差性，但是仍具有一定的说明性。

#### 4.2 种阻燃剂与四种材料的效果

表二 三种阻燃剂与四种材料的效果对比

	木炭	滤纸	毛巾	树叶
氢氧化铝	较好	较好	一般	较好
氢氧化镁	好	好	好	好
硼酸锌	较差	一般	较差	一般

注：分四等级进行评判，由大至小分别为较差，一般，较好，好

从表二根据综合评判可知氢氧化镁阻燃效果最好，氢氧化铝次之，硼酸锌最差。当三种阻燃剂与滤纸、毛巾、树叶进行测试时，由于现象较为明显所以只从表面进行判断。但因为阻燃剂的涂的厚度和均匀度，所以实验结果有很大误差。但是阻燃剂与四种物质的测试结果相同，因此又有一定的说明性。

本实验大部分是定性实验，所以无法象定量实验一样有很好地说明性，但是明显的实验效果在一定程度上弥补了此不足。

## 5、总结

### 5.1 结论

氢氧化镁阻燃效果最好，氢氧化铝次之，硼酸锌最差。

### 5.2 实验说明

对滤纸、毛巾、树叶材料测试时由于综合考虑未使用浸泡法而用涂抹，但是由于阻燃剂的涂抹，厚度，均匀度等原因结果并不是很精确，只能粗略说明。

阻燃剂固体研磨的粗细以及颗粒对结果有一定的干扰。（其影响度这一问题并未进行课题实验，由于此问题为一大课题，实验时间不够）

### 5.2 根据实验结果延伸无机阻燃剂尤其是氢氧化镁发展前景

低烟、低卤或无卤阻燃剂是阻燃剂发展的主流。当今世界环保要求越来越高，对环境友好的环保型阻燃剂受到各国重视，发达国家纷纷投入巨资进行研发，除通用品种外，各种专用、复配型新产品层出不穷，应用领域不断开拓。我国应加强对环保型无机阻燃剂的应用研究，促进我国阻燃剂的生产与发展，满足我国飞速发展的塑料工业的需求，同时加快我国阻燃剂工业产品结构调整。阻燃剂及阻燃材料在工业生产和人们生活中的重要性不容置疑，其发展趋势和应用领域格外引人关注。

氢氧化镁属于添加型无机阻燃剂<sup>[6]</sup>，与同类无机阻燃剂相比，具有更好的抑烟效果。由于火灾中有 80% 由烟窒息而死亡，因此当代阻燃剂技术中“抑烟”比“阻燃”更为重要。氢氧化镁在生产、使用和废弃过程中均无有害物质排放，而且

还能中和燃烧过程中产生的酸性与腐蚀性气体,是一种环保型绿色阻燃剂。氢氧化镁热分解温度高,比目前常用的无机阻燃剂氢氧化铝高出  $140^{\circ}\text{C}$ ,可以使添加氢氧化镁的合成材料能承受更高的加工温度,利于加快挤塑速度,缩短模塑时间,同时亦有助于提高阻燃效率。氢氧化镁粒径细,对设备磨损小,利于延长加工设备使用寿命,同时原料易得,生产成本低,可广泛应用于聚丙烯、聚乙烯、聚氯乙烯、高抗冲聚苯乙烯和 ABS 等领域。

我国又是镁矿资源大国,具有得天独厚的资源优势和良好的市场前景。但我国氢氧化镁生产与国外先进水平相比,企业规模小,品种少,技术水平低,亟待提高行业整体水平。因此,我国应改进现有生产工艺,规模化生产,并加强氢氧化镁阻燃剂的生产与发展,满足我国飞速发展的塑料工业的需求,同时加快我国阻燃剂工业产品结构调整。

目前国外有近 10 个国家的 20 余家企业生产 20 多个品种,总年产能力约 17 万 t。许多国家目前仍在建设或计划建设氢氧化镁新装置。据有关资料报道,近年将建设的氢氧化镁装置总年产能力约为 14 万 t。我国目前氢氧化镁阻燃剂年产能力约为 1.3 万 t。由于环保意识增强,国外已大量使用无机阻燃剂,其中美国、日本、西欧无机阻燃剂消费量分别占阻燃剂总消费量的 60%、64%、50%。而其中无机阻燃剂以氢氧化铝和氢氧化镁为主。由于氢氧化镁与氢氧化铝相比有许多优点,因此氢氧化镁所占比例越来越大。根据国外资料统计,西方发达国家氢氧化镁阻燃剂消费量约占无机阻燃剂消费量的 30%以上。美国、西欧、日本目前年消费量分别约为 5 万 t、8 万 t、3 万 t。预计未来 5 年,美国、西欧、日本消费年均增长率分别为 12%、8%、7%。基于上述分析,世界氢氧化镁阻燃剂发展前景光明。

#### 参考资料:

- [1] 任相敏 张诗海 应大力发展新型无机阻燃剂——氢氧化镁 化工中间体 2003 年第 4 期
- [2] 刘立华 环保型无机阻燃剂运用现状及发展前景 化工科技市场 2005 年第 7 期
- [3] 刘会媛 无机阻燃剂的制备及改性运用 河北化工 2004 年第 1 期
- [4] 刘述平 环保型无机阻燃剂硼酸锌概况 矿产综合利用 2003 年 12 月第 6 期
- [5] 金明淑,等. 低水硼酸锌合成新工艺及其推广应用研究[J]. 辽宁化工, 1983 (5): 10.
- [6] 梁诚 无机阻燃剂运用与研究进展 塑料科技 No.6(sum.158) December 2003



## 土壤中 Fe 含量和 pH 的测定

组长：朱钢添

组员：柯国梁，温智威，吴强，杨凤娇，游金清，郑斌杰，郑清泉

**摘要：** 本文主要用邻二氮菲吸光光度法和电位法测定校园周边土壤中 Fe 含量和 pH，从而为周边植物的的生长状况及栽培提供理论依据。

**关键词：** 土壤；重金属含量；pH；Fe。

### 一. 概述

土壤的酸碱度是土壤的重要理化性质之一，主要决定于土壤中含盐基的情况，是土壤在其形成过程中受生物、气候、地质、水文等因素的综合作用所产生的重的规律。土壤的酸碱度对土壤中元素的分布和结构，微生物群落的分布和组成，污染物在土壤中的迁移变化都有着重要的意义。也就是说，它将影响到农作物的品质，进而影响人居健康。

土壤中本身含有一定量的重金属元素，其中很多使作物生长所需要的微量营养元素如 Mn、Cu、Zn 等。污染土壤地重金属主要包括汞、镉、铅、铬和类金属砷等生物毒性显著元素及有一定毒性的锌、铜、镍等元素。进入土壤的重金属元素累积的浓度超过了作物需要和忍受程度，造成毒害症状时就认为土壤被重金属污染了。污染土壤的重金属主要来自农药废水、污泥和大气沉降等，过量重金属可引起植物生理功能紊乱、营养失调，这种毒害作用可在生物体内富集并通过食物链而最终在人体内累积，危害人类健康。而且，这种污染还会通过地下水扩散迁移，加重水体污染，因此，应特别注意防止重金属对土壤的污染。

### 二. 实验

#### 2.1 试剂与仪器

pH=4.01 标准缓冲液；pH=6.87 标准缓冲液；pH=9.18 标准溶液；铁标准溶液；邻二氮菲；盐酸羟胺；NaAc；NaOH；HCl。

pH 计；玻璃电极；饱和甘汞电极；分光光度计，往复振荡机，pH 计，50mL 容量瓶 8 个（或比色管 8 支）；1mm 筛；50ml 高型烧杯；吸量管；其他常用仪器。

#### 2.2 实验过程

##### 2.2.1 土壤样本采集与处理

试验分别有代表性的选取了四个采样点，每个样点随机采集十个样本。采样点：

采样点 1	实验室周边土样
采样点 2	芙蓉湖底土样
采样点 3	山上土样
采样点 4	博学园区土样

样本的处理：样本采集后自然风干，研细过筛，每个采样点的十个样本各取等量均匀混合在一起，反复采用四分法选取约 100g 土样作为该采样点的土壤样品，保存在干燥处，备用。其试验结果反映的是该采样点环境污染的



平均状况，具有科学性。

### 2.2.2 土壤 pH 的测定

1. 用标准缓冲溶液校正仪器时,先将电极插入与所测试样 pH 值相差不超过 2 个 pH 单位的标准缓冲溶液,启动读数开关,调节定位器使读数刚好为标准液的 pH 值,反复几次使读数稳定。取出电极洗净,用滤纸条吸干水分,再插入第二个标准缓冲溶液中,两标准液之间允许偏差 0.1pH 单位,如超过则应检查仪器电极或标准液是否有问题。仪器校准无误后,方可用于测定样品。

2. 土壤水浸液 pH 的测定: 称取通过 2mm 孔径筛的风干试样 20g(精确至 0.1g)于 50ml 高型烧杯中,加去蒸馏水 20ml,以搅拌器搅拌 1min,使土粒充分分散,放置 30 min 后进行测定。将电极插入待测液中(注意玻璃电极球泡下部位于土液界面下,甘汞电极插入上部清液),轻轻摇动烧杯以除去电极上的水膜,促使其快速平衡,静止片刻,按下读数开关,待读数稳定时记下 pH 值。放开读数开关,取出电极,以水洗净,用滤纸条吸干水分后即可进行第二个样品的测定。每测 5~6 个样品后需用标准液检查定位。

3. 土壤的氯化钾盐浸提液 pH 的测定: 当土壤水浸 pH 值 < 7 时,应测定土壤盐浸提液 pH 值。测定方法除将 1mol L<sup>-1</sup> 氯化钾溶液代替无 CO<sub>2</sub> 水以外,水土比为 1:1,其他测定步骤与水浸 pH 值测定相同。

4. 结果计算 用酸度计测定 pH 值时,可直接读取 pH 值,不需计算。

5. 精密度 平行结果允许绝对相差: 中性、酸性土壤 ≤ 0.1pH 单位,碱性土壤 ≤ 0.2pH 单位。

### 2.2.3 土壤中 Fe 含量的测定

#### 1. 条件试验

(1) 吸收曲线的制作和测量波长的选择 用吸量管吸取 0.0mL 和 1.0mL 铁标准溶液分别注入两个 50mL 容量瓶(或比色管)中,各加入 1mL 盐酸羟胺溶液,摇匀。再加入 2mL Phen, 5mL NaAc, 用水稀释至刻度,摇匀。放置 10min 后,用 1cm 比色皿,以试剂空白(即 0.0mL 铁标准溶液)为参比溶液,在 440~560nm 之间,每隔 10nm 测一次吸光度,在最大吸收峰附近,每隔 5nm 测量一次吸光度。在坐标纸上,以波长  $\lambda$  为横坐标,吸光度 A 为纵坐标,绘制 A 与  $\lambda$  关系的吸收曲线。从吸收曲线上选择测定 Fe 的适宜波长,一般选用最大吸收波长  $\lambda_{\max}$ 。

(2) 溶液酸度的选择 取 8 个 50mL 容量瓶(或比色管),用吸量管分别加入 1mL 铁标准溶液,1mL 盐酸羟胺,摇匀,再加入 2mL Phen, 摇匀。用 5mL 吸量管分别加入 0.0mL, 0.2mL, 0.5mL, 1.0mL, 1.5mL, 2.0mL, 2.5mL 和 3.0mL 1mol·L<sup>-1</sup>NaOH 溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 10min。用 1cm 比色皿,以蒸馏水为参比溶液,在选择波长下测定各溶液的吸光度。同时,用 pH 计测量各溶液的 pH。以 pH 为横坐标,吸光度 A 为纵坐标,绘制 A 与 pH 关系的酸度影响曲线,得出测定铁的适宜酸度范围。

(3) 显色剂用量的选择 取 7 个 50mL 容量瓶(或比色管),用吸量管

各加入 1mL 铁标准溶液，1 mL 盐酸羟胺，摇匀，再分别加入 0.1mL，0.3mL，0.5mL，0.8mL，1.0mL，2.0mL，4.0mL Phen 和 5mL NaAc 溶液，以水稀释至刻度，摇匀。放置 10min。用 1cm 比色皿，以蒸馏水为参比溶液，在选择波长下测定各溶液的吸光度。以所取 Phen 溶液体积 V 为横坐标，吸光度 A 为纵坐标，绘制 A 与 V 关系的显色剂用量影响曲线。得出测定铁时显色剂的最适宜用量。

(4) 显色时间 在一个 50mL 容量瓶（或比色管）中，用吸量管加入 1mL 铁标准溶液，1mL 盐酸羟胺，摇匀。再加入 2mL Phen，5mL NaAc 溶液，以水稀释至刻度，摇匀。立刻用 1cm 比色皿，以蒸馏水为参比溶液，在选定的波长下测量吸光度。然后依次测量放置 5min，10min，30min，60min，120min，……后的吸光度。以时间 t 为横坐标，吸光度 A 为纵坐标，绘制 A 与 t 关系的显色时间影响曲线。得出铁与邻二氮菲显色反应完全所需要的适宜时间。

## 2. 铁含量的测定

(1) 标准曲线的制作 用移液管吸取 10mL  $100\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  铁标准溶液于 100mL 容量瓶中，加入 2mL  $6\text{mol}\cdot\text{mL}^{-1}$  HCl 溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液  $\text{Fe}^{3+}$  的浓度为  $10\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。

在 6 个 50mL 容量瓶（或比色管）中，用吸量管分别加入 0.00mL，2.00mL，4.00mL，6.00mL，8.00mL，10.00mL  $10\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  铁标准溶液，均加入 1mL 盐酸羟胺，摇匀。再加入 2mL Phen，5mL NaAc 溶液，摇匀。用水稀释至刻度，摇匀后放置 10min。用 1cm 比色皿，以试剂空白（即 0.00mL 铁标准溶液）为参比溶液，在所选择的波长下，测量各溶液的吸光度。以含铁量为横坐标，吸光度 A 为纵坐标，绘制标准曲线。

由绘制的标准曲线，重新查出某一适中铁浓度相应的吸光度，计算  $\text{Fe}^{2+}$ -Phen 络合物的摩尔吸光系数  $\epsilon$ 。

(2) 试样中铁含量的测定 称取 5.0g 新鲜土壤，充分粉碎混匀，过 100 目筛，盛入 25 三角瓶中，加入一定量浸提液，加塞。在往复振荡机上振荡半小时，放置 6 小时，并时加摇动。离心分离。取上层清液于 50mL 容量瓶（或比色管）中，按标准曲线的制作步骤，加入各种试剂，测量吸光度。从标准曲线上查出和计算试液中鉄的含量（单位为  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ）。

## 三. 问卷调查

### 3.1 内容

- 你怎么看待土壤对植物生长的作用（ ）  
A 很重要      B 不重要      C 我不知道
- 植物的生长必备的微量元素有几种（ ）  
A 11      B 12      C 13      D 14
- 你知道福建省的主要土壤种类是（ ）  
A 黑土      B 红壤和赤红壤      C 黄土      D 鸟粪土
- 你知道 Fe 对植物生长的重要作用吗（ ）  
A 很清楚      B 知道一些      C 不知道

5. 正常生长植株的干物质中 Fe 的平均含量(干重) ( )  
 A 1% B 0.1%~1% C 0.1% D 小于 0.1%
6. 你知道漳州校区的土壤 PH 大概是 ( )  
 A 4~5 B 5~6 C 6~7 D 7~8
7. 如果要在漳州校区种植三春柳(碱性植物), 你觉得 ( )  
 A 可行、我喜欢 B 可行、但我不喜欢 C 好是好, 但不可行 D 不知道
8. 你知道漳州校区种植了哪些植物(可多项) ( )  
 A 凤凰花 B 玉兰花 C 荔枝 D 鸭脚木 E 杜鹃 F 芭蕉
9. 你希望在校区种上什么花草, 是校园更加美丽(可多项) ( )  
 A 牡丹 B 栀子花 C 虞美人 D 凤尾竹 E 董棕 F 睡莲
10. 你希望在校区种上什么果树, 是校园更加富饶(可多项) ( )  
 A 梨树 B 枇杷树 C 芒果树 D 龙眼树 E 香蕉 F 柑橘

### 3.2 结果

- 1) .94.39%的人认为土壤对植物生长很重要。
- 2) .16.98%的人认为植物生长必备的微量元素有 11 种, 20.75%的人认为有 12 种, 27.36%的人认为有 13 种, 34.91%的人认为有 14 种。
- 3) 84.11%的人认为福建的主要土壤为红壤和赤红壤。
- 4) 一半以上的人认为 Fe 对植物生长的作用知道一些
- 5) .只有三分之一的人知道土壤中 Fe 正常含量低于 0.1%
- 6) .57%的人知道这边的土壤酸碱度约为 5~6
- 7) .大部分人都对各种常见植物种植所需条件一窍不通

### 3.3 结论

大部分人包括很多学生对关于土壤的知识了解太少, 需要在社会上多宣传, 因为土壤的作用永远都只会变得更重要而不会变弱。

**参考文献:** 蔡维平 (厦门大学) 基础化学实验(一) 2005

# 化学实验排放重金属离子污染情况初探

组长：向冬梅

组员：李俭 丁敏 王世萍 褚小清 张波 章津源

**摘要：** 主要通过对实验室排放的废水中所含的铬、锰、汞的测定来了解化学实验室排放的重金属离子的污染情况。该研究分了采集资料、设计实验、取样、做实验、社会调查、研究分析等过程。在实验过程方面，我们采用的原理主要为吸光光度法及分光光度法，所选用的试剂是一些比较常见的试剂（除了 DPCI）。虽然在实验过程中我们遇到了很多的困难，但我们当中没有人放弃。我们按照国标测定的做法，对实验过程作了比较细致的分析。并且，我们做了几组实验，对实验结果做了严格及准确的分析。从实验的结果，可以看出实验室的许多重金属离子的排放都有超标。因此，呼吁大家在做实验的过程中务必严格按照要求操作，并且，请大家在实验过程中将那些需要回收的务必回收。

**关键词：** 废水排放 重金属 铬 锰 汞

## 一 概述

化学实验过程中产生的废弃物都是有毒有害物质，其任意排放不仅污染环境、破坏生态平衡、威胁人类健康，而且有悖于可持续发展的绿色化学思想，目前这一问题尚未引起人们的重视。基于以上情况，我们小组着手设计实验，对我校本部化学实验室排放的废水中的汞、铬、锰，进行了测定。

## 二 实验部分

### （一）、铬

#### 实验原理

测定方法——吸光光度法 吸光光度法测定总铬，国家标准(GB) 采用高锰酸钾氧化——二苯碳酰二肼(DPCI)吸光光度法。在酸性条件下，Cr(VI)与DPCI 反应生成紫红色配合物，可以直接用吸光光度法测定，最大吸收波长为540nm左右，摩尔吸光系数  $\epsilon$  为  $2.6 \times 10^4 \sim 4.17 \times 10^4 \text{L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$ 。

#### 实验试剂

硫酸(AR) 硫酸(1+1) 丙酮( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ) 磷酸(1+1) 硝酸( $\rho=1.42\text{g/mL}$ ) 氯仿 高锰酸钾 (40g/L) 尿素(200g/L) 亚硝酸钠(20g/L) 氢氧化铵(1+1) 铜铁试剂 (50g/L) 铬标准贮备溶液(0.1000g/L) 铬标准溶液(1mg/L) 显色剂(二苯碳酰二肼+2g/L 丙酮溶液)

#### 主要实验步骤

##### (1)标准溶液配制和标准曲线的制作

标准贮备溶液：称取 0.2830g 预先在  $105 \sim 110^\circ\text{C}$  干燥 2h 的  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (优级纯)，用水溶解后，移入 1000mL 容量瓶中。

六价铬标准溶液：吸取 5.00mL 铬贮备溶液至 500mL 容量瓶中，加水稀释至标线，摇匀。临用时配制。

标准曲线的制作：6 个 50mL 容量瓶分别加入 0.00mL、1.00mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL 的六价铬标准溶液，加入

(1+1)H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>，再加入 DPCI 溶液，立即摇匀。以水作参比，在 540nm 波长下测吸光度。绘制标准曲线。

#### (2) 废水(样品)中 Cr 的测定

①样品的预处理 1.铜铁试剂—氯仿萃取除去铝、钒、铁、铜。2.硝酸—硫酸消解：样品中含有的有机物需进行消解处理。3.高锰酸钾氧化三价铬，亚硝酸钠还原过量高锰酸钾。

②测定——吸光光度法 最大吸收波长为 540nm 测其吸光度。

序号	铬标准溶液的浓度 (mg/L)	吸光度
1	0.00	0.034
2	0.02	0.045
3	0.04	0.072
4	0.08	0.078
5	0.12	0.155
6	0.16	0.168
水样 1	0.1537	0.157
水样 2	0.1600	0.168

### (二) 锰

#### 实验原理

测定方法——高碘酸钾氧化，分光光度法 在中性的焦磷酸钾介质中，室温条件下高碘酸钾可在瞬间将低价锰氧化到紫红色的七价锰，用分光光度法在 525nm 处进行测定。

#### 实验试剂

焦磷酸钾-乙酸钠缓冲溶液 硝酸(分析纯) 硝酸溶液(1+9) 硝酸溶液(1+1) 高碘酸钠 20g/L 溶液 锰标准使用液 50.0μg/mL 硫酸(分析纯) 硫酸溶液(1+1) 氨水溶液(1+5)

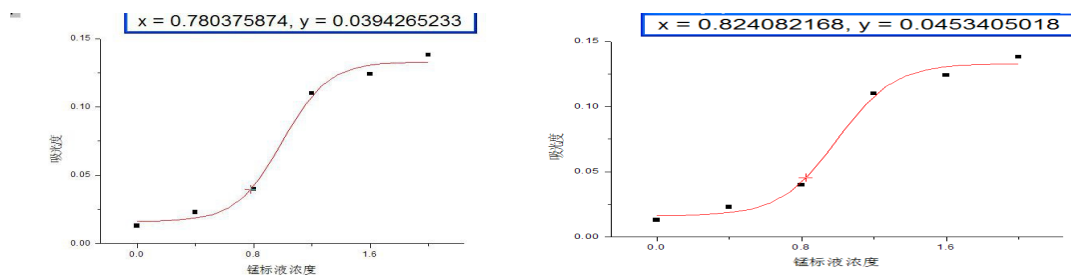
#### 主要实验步骤

1、消解有机物：样品中含有有机物，需加入硝酸、硫酸加热直至硫酸烟冒至将尽，以作消解处理。滴加氨水调节酸度至 pH=1~2 后移入 50mL 容量瓶中再行测定。

2、样品的吸光度测定：将处理后样品加入 50mL 容量瓶，加入焦磷酸钾-乙酸钠缓冲液和高碘酸钠溶液。以水作参比，波长 525nm 处测量吸光度。

3、标准曲线的绘制：向 6 个 50mL 容量瓶中分别加入 0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50mL 锰标准使用液,用水稀释后，加入焦磷酸钾-乙酸钠缓冲溶液，以水作参比，波长 525nm 处测量吸光度。





序号	锰标准溶液的浓度 (mg/L)	吸光度
1	0.0	0.013
2	0.4	0.023
3	0.8	0.040
4	1.2	0.110
5	1.6	0.124
6	2.0	0.138
水样 1	0.7803	0.039
水样 2	0.8241	0.045

### (三)汞

#### 实验试剂

硫酸 (1+35) 硫酸 (1+19) 盐酸羟胺溶液 (200 g/L) 溴麝香草酚蓝-乙醇指示液 (1 g/L) 二硫腙-三氯甲烷溶液 (0.1g/L)

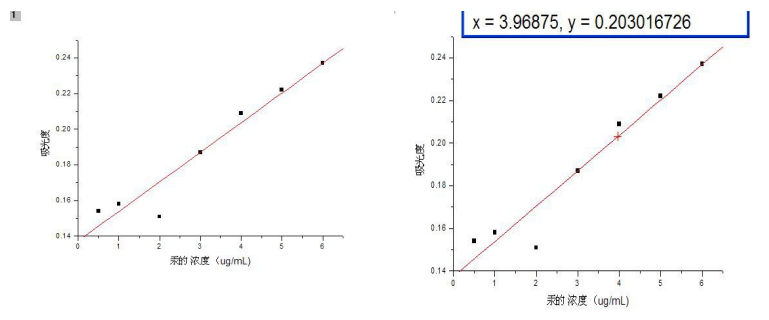
#### 主要实验步骤

1. 于样品及试剂空白液中各加高锰酸钾溶液 (50 g/L) 至溶液呈紫色, 然后再加盐酸羟胺溶液 (200 g/L) 使紫色褪去, 加 2 滴麝香草酚蓝指示液, 用氨水调节 pH, 使橙红色变为橙黄色 (pH1~2)。定量转移至 125 mL 分液漏斗。

2. 吸取 0,0.5,1.0,2.0,3.0,4.0,5.0,6.0mL 汞标准使用液 (0,0.5,1.0,2.0,3.0,4.0,5.0,6.0  $\mu\text{g}$  汞), 分别置于 125 mL 分液漏斗中, 加 10 mL 硫酸 (1+19), 再加水至 40 mL, 混匀。再各加 1 mL 盐酸羟胺溶液 (200 g/L), 放置 20 min, 并时时振摇。

3. 于样品、试剂空白液及标准液振摇放冷后的分液漏斗中加 5.0 mL 二硫腙使用液, 剧烈振摇 5 min, 静置分层后, 经脱脂棉将三氯甲烷层滤入 1 cm 比色杯中, 以三氯甲烷调节零点, 在波长 490 nm 处测吸光度, 标准管吸光度减去零管吸光度, 绘制标准曲线。

序号	汞的含量 ( $\mu\text{g}$ )	吸光度
1	0.5	0.154
2	1.0	0.158
3	2.0	0.151
4	3.0	0.187
5	4.0	0.209
6	5.0	0.222
7	6.0	0.237
水样 1 (40.00mL)	3.969	0.203
水样 2(40.00mL)	8.606	0.286



### 三 社会调查

#### ①调查问卷

#### 实验室污水处理问卷调查

各位学长、学姐:

你们好!我们是 06 级化学系无机化学课外实践小组的同学,由于选择的课题是实验室排放污水中重金属离子的浓度,特来本部进行调查.

1.您对实验室污水的处理现状满意吗?

A.满意      B.一般      C.不满意

2.您对实验室的废水处理情况了解多少?

A.基本不知道 B.知道一点 C 很清楚

3.您认为实验室的污水排到了哪里?

A.不知道      B.地下      C.化学湖      D.海里      E.其他\_\_\_\_\_

4.您所在实验室的研究方向是什么?

5.该实验室用量最多的有毒药品是什么?

6.实验后的废旧液,您通常怎样处理?

A.倒进回收桶      B.直接倒入水槽

C.在实验室经过初步处理后再倒掉      D 其他\_\_\_\_\_

7.在你们实验室排放的污水中,您认为哪种重金属离子含量最高?

8.请写下您对污水处理的宝贵意见:

感谢您的参与,祝您心想事成!

#### ②问卷调查结果

1.满意度    满意 16% 一般 74% 不满意 10%

2.了解情况    基本不知道 20% 知道一点 70% 很清楚 10%

3.污水排放到哪里    不知道 12% 地下 14% 化学湖 56% 海里 10% 其他 8%

4-5 实验室用最多的有毒药品

研究方向    化生 11% 有机 22% 理论 6.6% 电化 22% 催化 28.8% 无机 4.4% 分析 4.4%

研究方向 所用最多的有毒药品

化生 苯 乙烯 丙酮 甲醇 乙氰 氯仿 生反试剂

有机 苯 四氯化碳 氯仿

电化 Hg Pd Pt Au HF Cu Cr6+ 王水 甲醇 洗液 苯乙烯

催化 甲醇 苯 钯 Sn Pd Rh Cu2+ Fe3+ Cr Mo V Ti Ni

6. 废旧液的处理 倒进回收桶 46% 直接倒入水槽 24% 在实验室经过初步处理再倒掉 30%

7. 排放污水中含量最高的重金属 Hg Pd Pt Au Cu Cr Sn Rh Fe Mo V Ti Ni Rd Os Pb Cd Zr Ba Sr

8. 治理意见

- 1) 有毒物质集中回收处理
- 2) 统一完备的污水处理系统
- 3) 对化学湖进行治理
- 4) 物理法和生物法去污

#### 四 结论

国家标准 GB3838——地面水环境质量标准(IV类)

总铬(mg/L)	总锰(mg/L)	总汞(mg/L)
0.1	0.5	0.001

小组测  
家标准的比较

定结果与国

铬(mg/L)		锰(mg/L)		汞(mg/L)	
水样 1	水样 2	水样 1	水样 2	水样 1	水样 2
0.1537	0.1600	0.7803	0.8241	0.0992	0.2152
超标率 (%)					
153.7	160.0	156.1	164.8	9920	21520

#### 参考文献

- [1] 《基础无机化学实验（一）》 厦门大学出版
- [2] www.baidu.com



## 游泳池水质分析

组长：白晶玉

组员：林耿锐 陈美玲 么珊 高崧 雷军虎

**摘要：**游泳是人们一项较普遍的休闲活动及运动方式，尤其到夏天，越来越多的人通过游泳的方式避暑降温。而游泳池的水质状况则关系到游泳者的身体健康，所以对游泳池水质的监测分析也显得尤为重要。目前对游泳池水质的分析主要有以下 6 项指标：pH 值、浑浊度、游离性余氯、尿素、细菌总数、大肠杆菌。

**关键词：**游泳池 水质分析

### 一 前言

由于我们的试验需要的某些药品找不到，只做了以下几个实验

	项目	标准值	测定方法
√	pH 值	6.5~8.5 (7.2~7.8)	pH 酸度计
√	浑浊度	≤5 度	分光光度计
√	游离性余氯	0.3~0.5mg/L	碘量法
×	尿素	≤3.5mg/L	二乙酰一肟分光光度法
×	细菌总数	≤1000 个/mL	使用培养基
×	大肠杆菌	≤18 个/mL	使用培养基
√	明矾的测定		

### 二 实验过程

#### (1) pH 值的测定

##### 1 实验概述

水的 pH 是水质的一项重要指标，过酸或过碱都会对人的皮肤产生严重的危害，使用 PH 酸度计测定水样很方便，不再赘述。

##### 2 实验步骤：

量取 200mL 水样，有 pH 计直接测量

#### (2) 浑浊度的测定

##### 1 实验概述

浑浊度为水样光学性质的一种表达语，是由于水中存在不溶性物质引起的，它使光散射和吸收，而不是直线透过水样。它是反映天然水和饮用水的物理性状的一项指标，用以表示水的清澈或浑浊程度，是衡量水质良好程度的重要指标之一。

游泳池中水的浑浊度主要是由于水中含有泥沙、粘土、细微的有机物和无机物、可溶性带色有机物以及浮游生物和其它微生物等细微的悬浮物所造成。这些悬浮物质能吸附细菌和病毒，所以浑浊度低有利于水的消毒以杀灭细菌和病毒，因此，测定游泳池水的浑浊度对确保游泳者的安全是必要的。

## 2 方法原理

目前我国测定水样浑浊度的方法要有专用仪器，鉴于现有条件，选取分光光度计简单代替使用。主要采取测定水的透射率进而确定其浑浊度。根据朗伯一比耳定律，水样浑浊度与透光率的负对数呈线性关系，浑浊度越高，透光率越小。但受到天然水中可能存在的黄色的干扰，游泳池中水还可能因含有藻类等有机吸光物质，对测定也有干扰。选用 680nm 波长，可避免黄色和绿色的干扰。浑浊度的单位采用 NTU（浊度测定单位），规定浓度为 1.25mg/L 硫酸肼和浓度为 12.5mg/L 六次甲基四胺水中的甲 ZAN 聚合物所产生的浊度为 1 度，也相当于 1L 的水中含有 0.13mg 的 SiO<sub>2</sub>（SiO<sub>2</sub> 的浓度为 0.13mg/L）。由于没有找到药品硫酸肼，所以使用 SiO<sub>2</sub> 的方法测定。

## 3 实验步骤

(1) 配制标准溶液 称取 1g SiO<sub>2</sub> 放入研钵中研磨，准确称取 13mg 的 SiO<sub>2</sub> 置于 250mL 烧杯中，加入 100mL 蒸馏水，搅拌，定量转入 1L 的容量瓶中用水稀释至刻度，摇匀，此为溶液 1。使用 25.00mL 移液管移取溶液 1，25.00mL 于 250mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀，此为溶液 2。使用 25.00mL 移液管移取溶液 1，25.00mL 于 250mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀，此为溶液 3，即为标准溶液。

$$C_3 = (13\text{mg} \div 1\text{L}) \times (25\text{mL} \div 250\text{mL}) \times (25\text{mL} \div 250\text{mL}) = 0.13\text{mg/L}$$

(2) 使用分光光度计，以蒸馏水为参比溶液，以 680nm 为波长，分别测定标准溶液的透光率 A、水样的透光率 B。记录试验数据，最后取其平均值。

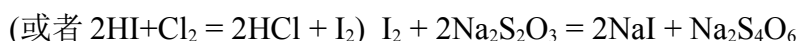
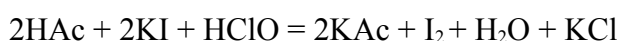
(3) 计算水样的浑浊度。

### (3) 水中余氯的测定

1 实验概述：游泳池的

## 2 方法原理

余氯在酸性溶液内与碘化钾作用，释放出定量的碘，再以硫代硫酸钠标准溶液滴定。



测定值为总余氯，包括 HOCl, ClO<sup>-</sup>, NH<sub>2</sub>Cl 和 NHCl<sub>2</sub> 等。

## 3 实验步骤

1) 0.0250mol/L 重铬酸钾标准溶液的配制：

取 1.2259g 纯重铬酸钾，溶于水中，移入 1000ml 容量瓶中，用水稀释至标线。

2) 0.05mol/L 硫代硫酸钠溶液的配制及标定：

称取约 12.5g 硫代硫酸溶于已煮沸放冷的水中，稀释至 1000ml。加入 0.2g 无水碳酸钠及数粒碘化汞，贮于棕色瓶内。 标定：用移液管移取 20.00ml 重铬酸钾标准滴定溶液于碘量瓶中，加入 50ml 水和 1g 碘化钾，再加 5ml (1+5) 硫酸溶液。静置 5min 后，用待标定的硫代硫酸钠标准滴定至淡黄色时，加入 1ml 1% 淀粉溶液，继续滴定至蓝色消失为止，记录用量。硫代硫酸钠标准溶液浓度按下计算： $c \times 20.00 / V$ 。

(3) 0.0100mol/L 硫代硫酸钠溶液的配制及标定：移取 25ml 已标定的



0.05mol/L 硫酸钠标准溶液于 250ml 容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度。

(4) 1%淀粉溶液的配制：量取蒸馏水 1000 毫升，倒少量于 1 克淀粉的小烧杯中，调成糊状。将其余水烧开，将上淀粉糊倒入并搅拌，再继续煮开一会即成。

(5) 乙酸盐缓冲溶液(pH=4):的配制：称取 146g 无水乙酸钠溶于水中，加入 457ml 乙酸，用水稀释至 1000 ml。

(6) 测定水中余氯：

a 用移液管移取 200ml 水样于 300ml 碘量瓶内，加入 0.5g 碘化钾和 5ml 乙酸盐缓冲溶液。

b.自滴定管加入 0.0100mol/L 硫代硫酸钠标准溶液至变成淡黄色，加入 1ml 淀粉溶液，继续滴定至蓝色消失，记录用量。

c. 计算： 总余氯 (Cl<sub>2</sub>,mg/L)=C×V<sub>1</sub>×35.46×1000/V

#### (4) 明矾含量的测定

##### 1 测定原理：

调节 pH=3-4，加入过量的 EDTA 溶液煮沸，使 Al<sup>3+</sup>与 EDTA 完全配合，冷却后，调节溶液的 pH 为 5-6，一二甲分橙为指示剂，用 zn<sup>2+</sup>标准溶液滴定过量的 EDTA（不计 Zn 吧标准溶液的消耗体积）、然后，加入过量的 NH<sub>4</sub>F，加热至沸是 Al-EDTA 配合物（以 AlY<sup>-</sup>表示）与 F<sup>-</sup>之间发生置换反应，释放出与 Al<sup>3+</sup>等摩尔的 EDTA，反应如下：  

$$AlY^- + 6F^- + 2H^+ \rightleftharpoons AlF_6^{3-} + H_2Y^{2-}$$

##### 2 实验步骤

- (1) 0.01mol / L EDTA 溶液的配制。
- (2) 0.01mol / L Zn<sup>2+</sup> 标准溶液的配制。
- (3) EDTA 的标定。
- (4) 水样中 Al 含量的测定。
- (5) 明矾含量的计算。

#### (5) 结果分析

	pH 值	浑浊度	水中余氯	明矾	
标准	6.5~8.5 (7.2~7.8)	≤5 度	0.3~0.5mg/L	2.5mg~3.0mg / L	
漳州 1	6.72	4.3765	1.37	1.837mg	
漳州 2	6.30、7.14		1.37	2.116mg	
本部 3	7.54		1.76	3.512mg	

以上数据说明学校游泳池的水质总体上还是不错的，但是余氯的含量偏高。

### 三 问卷调查

1 调查地点：漳州校区游泳池门口

2 调查对象：出入游泳池的同学和老师

3 问卷内容：

□ 您平均多长时间来游一次泳呢

A 几乎每天一次      B 每周 3~4 次      C 每周 1~2 次  
15%                      24%                      61%

☆ 您对我们学校游泳池水质的状况满意吗

A 非常满意      B 满意      C 一般      D 不满意  
11%              39%      40%      10%

□ 您在不同时间段来游泳时觉得

A 下午的水质较好      B 晚上的水质较好  
32%                      24%  
C 下午和晚上的水质差不多  
44%

您认为我们学校游泳池的水质和您曾去过的其他游泳池相比

A 好得多      B 稍微好一点      C 差不多      D 更差  
20%              34%              42%              4%

□ 您认为游泳池水的卫生指标包括下列哪几项

A 水温      B pH 值      C 水中化学需氧量 (COD)      D 浑浊度  
E 水硬度      F 尿素      G 大肠杆菌      H 细菌总量      I 游离性余氯  
了解情况：很了解 20%      大致了解 26%      不了解 64%

☆ 您所了解的游泳池水的消毒剂是

A 明矾      B 液氯      C 蓝矾      D 次氯酸盐 (漂白粉)  
22%      14%      8%      56%

您觉得游泳池的水质还存在哪些不足

A 水温不适宜      B 水比较浑浊可见度差  
21%                      31%  
C 水中有漂白粉的异味      D 没有不足  
45%                      15%

☆ 游泳后身体是否出现过不适状况

A 没有不适      30%      B 皮肤干涩      40%  
C 发质变差      32%      D 鼻子有所不适      22%      E 其它      8%

**4 问卷调查结果：**

同学们对游泳池的水质都比较满意，比外面的公共游泳池要好一些；同学们大多不关注和了解游泳池的水质问题；而实际上游泳后还是有一些身体上的不适的，例如皮肤干涩，发质变差等，但是对同学们的健康并不起很大的影响。

**四 实验总结**

1. 这次实验由于花费了大量时间寻找测定尿素所需要的药品而最终一无所获导致我们几乎想放弃整个课题，最后决定改做另一个指标，总是还是完成了。这使我们认识到做实验前一定要把实验所需的条件详尽的搞清楚，要不然在做实验时将什么也干不好。
2. 这次实验是我们的第一次自己完全地操作整个过程，由于没有考虑到间隔一

周配制的药品是否变质，因此这次的实验结果可能误差比较大。

3. 总之，这次实验让我们学到了很多，真正认识到搞科研的快乐和辛苦。

**参考文献：**

- 1 刘新锦，朱亚先，高飞.无机元素化学[M].科学出版社， 2005.
- 2 蔡维平.基础化学实验（一）[M]. 科学出版社 ， 2005

# 食物中亚硝酸盐

组长：陈征

组员：张倩、赵欣、郑建伟、蔡默超

**摘要：** 作为食物中广泛存在的食品添加剂，亚硝酸盐的用途难以替代。但是他对人体健康的危害也引起了社会各界的广泛关注。如何预防亚硝酸盐中毒引发了人们的思考，与此同时，寻找亚硝酸盐的替代品也成了迫在眉睫的问题。食物中亚硝酸盐的含量究竟如何，一切只能用实验说话。化学研究性学习小组重拳出击，为您揭开亚硝酸盐的神秘面纱。

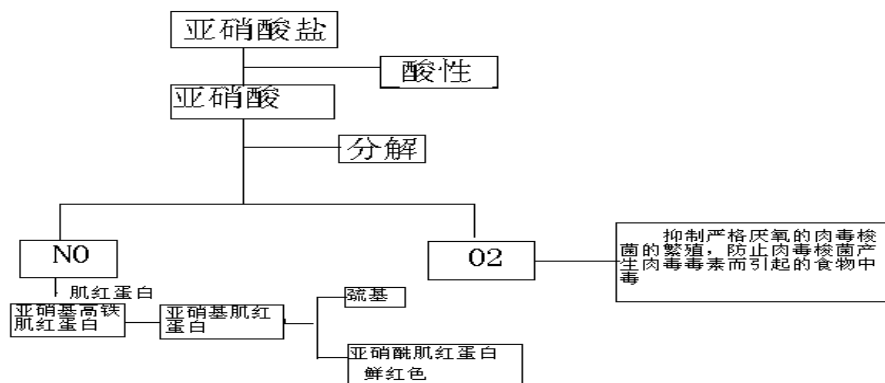
**关键词：** 亚硝酸盐、性质、用途、中毒、预防、替代品、测定、调查

食品和人类健康息息相关。随着生活水平的提高，人们对食物的要求也日益增加。然而，近几年食品中毒事件却层出不穷，从而引发了人们对食品安全问题的新思考。其中，亚硝酸盐作为普遍存在于食物中的添加剂，引起了社会各界的广泛关注。为进一步了解亚硝酸盐种种问题，并对亚硝酸盐的知识进行广泛宣传，我们进行了本次的研究实验。该研究报告将分别从亚硝酸盐的性质及用途、亚硝酸盐中毒、亚硝酸盐的替代品、食物中亚硝酸盐的测定、调查报告以及课题总结等六个方面来加强人们对亚硝酸盐的认识。

## 一、亚硝酸盐的性质及用途

亚硝酸盐是广泛存在于自然环境中的化学物质，特别是在食物中，如粮食、蔬菜、肉类和鱼类都含有一定量的亚硝酸盐。比如蔬菜中约有 4 毫克/千克，肉类约有 3 毫克/千克，蛋类约有 5 毫克/千克，豆粉中的平均含量可以达到 10 毫克/千克。许多天然的农副产品本身含有亚硝酸盐，并且在食品加工过程中也会产生。

亚硝酸盐俗称工业用盐，为一种白色或微黄色结晶，有的为颗粒状粉末，无臭、味微咸涩，易潮解，易溶于水。除用于染料生产和某些有机合成、金属表面处理等工业外，在食品生产中亦用作食品着色剂和防腐剂。允许用于肉及肉制品的生产加工中，添加亚硝酸盐可以抑制肉毒芽孢杆菌，并使肉制品呈现鲜红色，具体如下：



硝酸盐在肉类腌制过程中，在还原菌的作用下，被还原成亚硝酸盐，亚硝酸盐在肉中酸性环境的影响，再生成亚硝酸以至一氧化氮，它们与肌红蛋白和血红蛋白结合，产生鲜红的亚硝基肌红蛋白和亚硝基血红蛋白，亚硝基血红蛋白遇热后放出巯基（-SH），而呈亚硝基色素的鲜红色；而生成的氧气可抑制深层肉中严格厌氧的肉毒梭菌的繁殖，从而防止肉毒梭菌产生肉毒毒素而引起的食物中毒，同时也起到了防腐作用。此外加硝酸盐还具有改善风味，提高肉品的功效。

## 二、亚硝酸盐中毒

亚硝酸盐类食物中毒又称肠原性青紫病、紫绀症、乌嘴病，是指食入含亚硝酸盐类植物中毒，亦有误把亚硝酸盐当食盐用的中毒报告。

### 2.1 中毒原因及预防

中毒原因可包括几方面：

- 1 贮存过久的新鲜蔬菜、腐烂蔬菜及放置过久的煮熟蔬菜，此时原来菜内的硝酸盐在硝酸盐还原菌的作用下转化为亚硝酸盐；
- 2 刚腌不久的蔬菜(暴腌菜)含有大量亚硝酸盐，一般于腌后 20 天消失；
- 3 有些地区饮用水中含有较多的硝酸盐，当用该水煮粥或食物，再在不洁的锅内放置过夜后，则硝酸盐在细菌作用下还原为亚硝酸盐；
- 4 食用蔬菜(特别是叶菜)过多时，大量硝酸盐进入肠道，若肠道消化功能欠佳，则肠道内的细菌可将硝酸盐还原为亚硝酸盐；
- 5 腌肉制品加入过量硝酸盐和亚硝酸盐；
- 6 误将亚硝酸盐当食盐加入食品；
- 7 奶制品中含有枯草杆菌，可使硝酸盐还原为亚硝酸盐。

针对主要的中毒原因，可采取如下预防措施：

- 1 蔬菜应妥善保存，防止腐烂，不吃腐烂的蔬菜；吃剩的熟菜不可在高温下存放长时间后再食用；
- 2 在腌制食品过程中注意腌制时间和温度以及食盐的用量，温度过高，食盐用量不足 10%，或腌制时间短，都易造成细菌的大量繁殖，使亚硝酸盐含量增加，一般腌制 10 天后亚硝酸盐含量开始下降。食盐在腌制食品过程中起抑菌防腐的作用，当其浓度为 10—15% 时，只有少数细菌生长，当浓度超过 20% 时，几乎所有的微生物都会停止生长。所以腌菜宜在腌制半月后待腌透再食，且一次不可过量进食。
- 3 不要在短时间内吃大量叶菜类蔬菜，或先用开水焯 5 分钟，弃汤后再烹调；
- 4 肉制品中硝酸盐和亚硝酸盐用量要严格按国家卫生标准规定，不可多加；
- 5 苦井水勿用于煮粥，尤其勿存放过夜；
- 6 防止错把亚硝酸盐当食盐或碱面用。

### 2.2 亚硝酸盐中毒

可分为急性中毒、慢性中毒和致畸作用。

### 2.2.1 急性中毒:

中毒机理: 亚硝酸盐为强氧化剂, 进入人体后, 可将血中低铁血红蛋白氧化成高铁血红蛋白, 失去运氧的功能, 致使组织缺氧, 出现青紫而中毒。而且亚硝酸盐还能松弛小血管的平滑肌, 使血管扩张导致血压下降, 心率增快。人体摄入 0.2 克--0.5 克即可引起中毒, 3 克可致死。

中毒症状: 亚硝酸盐中毒发病急速, 一般潜伏期 1—3 小时, 中毒的主要特点是由于组织缺氧引起的紫绀现象, 如口唇、舌尖、指尖青紫, 重者眼结膜、面部及全身皮肤青紫。头晕、头疼、乏力、心跳加速、嗜睡或烦躁、呼吸困难、恶心、呕吐、腹痛、腹泻, 严重者昏迷、惊厥、大小便失禁, 可因呼吸衰竭而死亡。

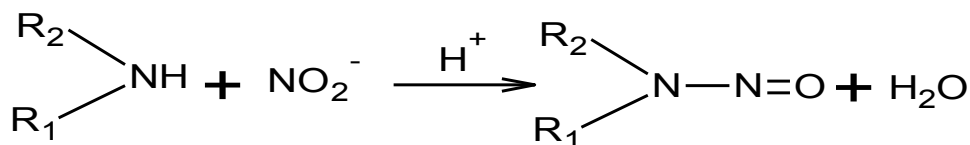
诊断措施: 进食有大量菜叶类或腌制不久的蔬菜, 存放过久的熟菜史, 中毒表现为组织缺氧而致的紫绀。有条件时可做血液中高铁血红蛋白的定量检验和剩余食物中亚硝酸盐的定量检验。

#### 急救措施:

- 1 一旦确定有亚硝酸或硝酸盐类食物中毒时应立即催吐或温水洗胃。洗胃后给 50% 硫酸镁 40~50ml 导泻。
- 2 紫绀明显者给予吸氧, 呼吸衰竭者除人工呼吸或使用呼吸机外, 可用呼吸兴奋剂, 纠正呼吸衰竭。
- 3 静脉输入葡萄糖与维生素 C, 因为葡萄糖在氧化过程中通过脱氢酶及辅酶的作用, 促使高铁血红蛋白还原为血红蛋白。维生素 C 也能直接促进高铁血红蛋白还原为血红蛋白, 以利红细胞恢复运送氧的功能。
- 4 化学性紫绀明显者, 可给 1% 美蓝 1~2mg / kg 体重, 用葡萄糖稀释后静注或静滴。
- 5 病情严重者可考虑输新鲜血或换血疗法。

### 2.2.2 慢性中毒

致癌机理: 食物中由亚硝酸钠转化生成的亚硝酸能与人体中蛋白质代谢的中间产物仲胺反应生成亚硝胺:



R1、R2 代表两个相同或不同的烃基。

亚硝胺是已确认的致癌物质, 它能导致肠、胃、食道、膀胱、脑等癌症。

预防措施: 食用抑制亚硝胺形成的食物, 如大蒜中的大蒜素可以抑制胃中的硝酸盐还原菌, 能使胃内的亚硝酸盐明显降低; 茶叶中的茶多酚能够阻断亚硝胺的形成; 富含维生素 C 的食物, 由于维生素 C 可防止胃中亚硝胺的形成, 还有抑制亚硝胺的致突变作用。

### 2.2.3 致畸作用

亚硝酸盐能够透过胎盘进入胎儿体内, 六个月以内的胎儿对亚硝酸盐类特别敏感, 对胎儿有致畸作用。据研究表明五岁以下儿童发生脑癌的相对危险度的增高与母体经食物摄入亚硝酸盐量有关。亚硝酸盐对幼儿也有极大的危害。此外,



亚硝酸盐还可通过授乳途径进入婴儿体内，造成婴儿机体组织缺氧，皮肤、粘膜出现青紫斑。

### 三、替代品

亚硝酸盐就是发色剂、抗氧化剂（或多价螯合剂）和抑菌剂组成作用，我们可以用一些物质代替起功能

#### 3.1 发色剂

##### 1、桃红素

桃红素为卫生署登记之安定合法食品添加剂，具有发色迅速、使肉制品呈现均一鲜红色泽之优点。此外桃红素尚具备下列功能性，能抑制肉毒杆菌生长及其毒素之产生；增进风味，赋予腊肉、香肠、火腿及其它肉制品特殊盐渍风味；抗氧化作用，能抑制肉中脂肪的氧化速度等。因此桃红素广泛地用于畜肉制品如香肠、火腿、腊肉、肉干等，以及水产制品如鱼肉火腿、鱼肉香肠、鱼干、咸鱼或盐渍鱼蛋中。

##### 2、赤藓红

红色或红褐色颗粒或粉末，无臭，易溶于水，溶于乙醇、丙二醇和甘油，不溶于油脂，耐热性、耐碱性、耐氧化还原性好，耐细菌性和耐光性差，遇酸则沉淀，吸湿性差具有良好的染着性，特别是对蛋白质染着性尤佳。根据其性状，在需高温焙烤食品和碱性及中性食品中着色力较其他合成色素强。

##### 3、氨基酸发色及抑菌作用

有研究表明，某种氨基酸和肽能对肌红蛋白产生发色效果，其发色效果随氨基酸与肽的种类和 pH 值的不同而异。使用一种 0.3% 的氨基酸和肽的混合物，并同时使用 10ppm 的亚硝酸钠，其发色效果可高于 10ppm 的亚硝酸钠样品。又有报告称，添加 0.5%-1.0% 赖氨酸和精氨酸的混合物，并同时使用 10ppm 亚硝酸钠可使灌肠制品的色调相当好，而且有研究证实，氨基酸在中性和酸性条件下可完全阻止二甲基亚硝酸胺的生成。可见氨基酸类物质能大幅度降低亚硝酸盐的用量。

#### 3.2 抑菌剂

##### 1、乳酸链球菌素(Nisin)

属于抗生素类，由 34 个氨基酸组成，它对许多革兰氏阴性菌、包括金黄色葡萄球菌、溶血链球菌、嗜热脂肪芽孢杆菌、利斯特菌等在内的多种腐败菌有强烈的抑制作用。主要用于乳制品、罐头食品、高蛋白食品及乙醇饮料的防腐，是一种安全、高效、无毒的天然食品防腐剂。

##### 2 氨基酸发色及抑菌作用

有研究表明，某种氨基酸和肽能对肌红蛋白产生发色效果，其发色效果随氨基酸与肽的种类和 pH 值的不同而异。使用一种 0.3% 的氨基酸和肽的混合物，并同时使用 10ppm 的亚硝酸钠，其发色效果可高于 10ppm 的亚硝酸钠样品。又有报告称，添加 0.5%-1.0% 赖氨酸和精氨酸的混合物，并同时使用 10ppm 亚硝酸钠可使灌肠制品的色调相当好，而且有研究证实，氨基酸在中性和酸性条件下可完全阻止二甲基亚硝酸胺的生成。可见氨基酸类物质能大幅度降低亚硝酸盐的用量。

### 3、对羟基苯甲酸酯类

抗菌效果不易受 pH 值变化的影响，在 pH 值 4~8 范围内有较好的抗病菌效果，但在有淀粉存在时，其抗菌能力有所减弱，对酵母、霉菌有很强的抑制作用，但对细菌只有在中性条件下效果最好。在代谢过程中几乎从肾脏全部排出，毒性较苯甲酸小。

### 4、丙酸钠及丙酸钙

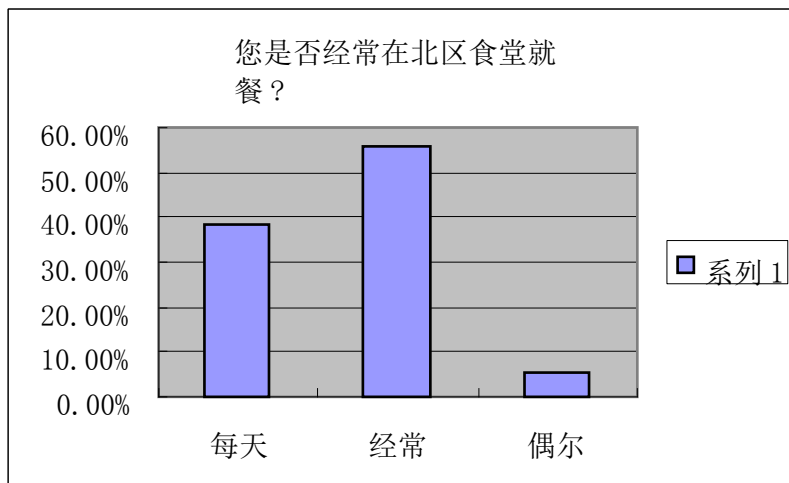
丙酸及其盐对霉菌有良好的抑菌效果，能抑制丝状菌和好气细菌的生长、有效地抑制杆菌，而对酵母菌几乎无效。丙酸只有在酸性范围内才有效，特别适合 PH 值 5 以下的食品的防腐保鲜。在国外广泛用于面包及乳酪的防腐，用量 2.5g/kg。注意同丙酸钙防腐影响二氧化碳的产气。而丙酸钠用于糕点的防霉，但产生较高的 pH 值。

### 5、山梨酸及其钾盐

添加山梨酸钾在发色条件下可抑制肉毒梭菌的生长。这样混合盐中的亚硝酸用量可降低很多且足够满足人们所需要的肉色和风味，研究表明，培根肉出售前在 pH6.0 下可使肉中亚硝基残留量为零。山梨酸是不饱和脂肪酸，在人体内直接参与脂肪代谢，毒性甚微。

## 四、食物中亚硝酸盐含量的测定

大学生作为社会中的特殊人群，通常以校园为家。他们的身体健康与学校食堂和周边环境紧密相连。在我们所作的一份针对厦门大学漳州校区学生的调查报告中，有结果显示如下：

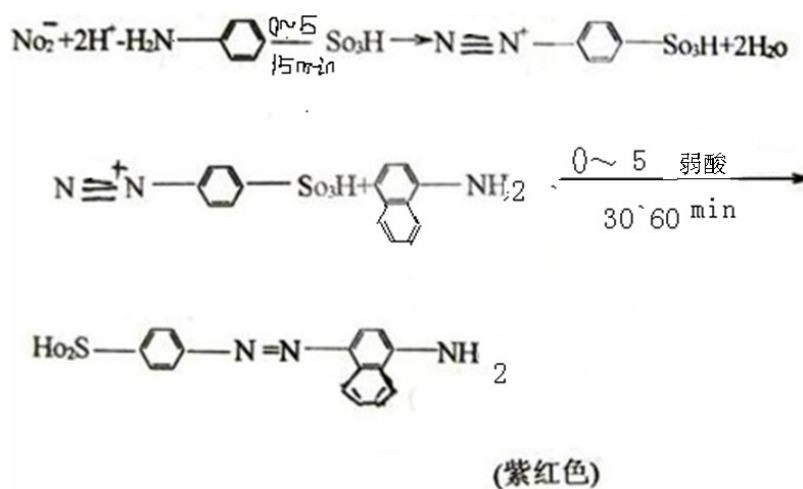


从图表中我们可以发现，绝大多数同学每天或经常在北区食堂就餐。综合考虑社会热点问题，并结合学生的切身利益，我们选择了北区食堂作为具体研究对象，并选取了被普遍认为含有较多亚硝酸盐的几种食物进行了实验。

### 4.1 实验原理

样品经沉淀蛋白质，除去脂肪后，在弱酸条件下硝酸盐与对氨基苯磺酸重氮化后，生成的重氮化合物，再与  $\alpha$ -萘胺偶联成紫红色的重氮染料，产生的颜

色深浅与亚硝酸根含量成正比，可以比色测定。反应式如下：



(1) 亚铁氰化钾和乙酸锌溶液作蛋白质沉淀剂，使产生的亚铁氰化锌沉淀与蛋白质产生共沉淀。

(2) 饱和硼砂溶液作用有二：一是亚硝酸盐提取剂，二是蛋白质沉淀剂。

## 4.2 仪器与试剂：

### 1、仪器

(1) 研钵;(2)分光光度计。

### 2、试剂

(1)亚铁氰化钾溶液：称取 53g 亚铁氰化钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ ，溶于水，并稀释至 500ml。

(2) 乙酸锌溶液：称取 110g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ ，加 15ml 冰乙酸溶于水，并稀释到 500ml。

(3) 饱和硼砂溶液：称取 5g 硼酸钠 $[\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}]$ ，溶于 100ml 热水中，冷却后备用。

(4) NaAc/HAc 缓冲溶液的配制：90gNaAc,24mL 冰乙酸。

(5) 4g/L 对氨基苯磺酸溶液：称取 0.4g 对氨基苯磺酸，溶于 100ml200g/l 的盐酸中，避光保存。

(6) 2g/L $\alpha$ -萘胺溶液：称取 0.1~0.2g 萘乙胺，溶于 700ml 水中，加 30ml36%的乙酸溶解，避光保存。

(7) 亚硝酸钠标准溶液：精密称取 0.1000g 于硅胶干燥器中干燥 24h 的亚硝酸钠，加水溶解移入 500ml 容量瓶中，并稀释至刻度。此溶液每 1ml 相当于

200 $\mu\text{g}$  亚硝酸钠，加水溶解移入 500mL 容量瓶中，并稀释至刻度，此溶液每 1mL 相当于 200 $\mu\text{g}$  亚硝酸钠。

(8) 亚硝酸的标准使用液：临用前，吸取亚硝酸钠标准溶液 5.00mL，置于 200mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，此溶液每 1mL 相当于 5 $\mu\text{g}$  亚硝酸钠。

### 4.3 实验步骤

#### 1、样品制备

称取 5.0g 经磨碎混合均匀香肠(蔬菜，鱼丸，肉酱等)，置于 400mL 烧杯中，加 12.5mL 硼砂饱和溶液，搅拌均匀，再加入 70 $^{\circ}\text{C}$  左右的水约 300mL，沸水浴 15min。取出后，冷至室温，将香肠全部洗入 500mL 容量瓶中，然后一面转动一面加入 5mL 亚铁氰化钾溶液，摇匀，再加 5mL 乙酸锌溶液以沉淀蛋白质，加水至刻度，混匀，放置 0.5h，除去上层脂肪，清液先用玻璃网过滤，再用滤纸过滤，弃去初滤液 30mL，滤液备用。

#### 2、测定

吸取 40mL 上述滤液于 50mL 比色管中，另吸 0.00, 0.20, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50mL 亚硝酸钠标准使用液，（相当于 0、1、2、3、4、5、7.5、10、12.5 $\mu\text{g}$  亚硝酸钠）。分别置于 50mL 比色管中。于标准及样品管中分别加入 2mL 4g/L 对氨基苯磺酸溶液，混匀，冰浴静置 15min 后各加入 1mL 2g/L  $\alpha$ -萘胺溶液和 10mL 的 NaAc/HAc 缓冲溶液，加水至刻度，混匀，冰浴 60min，用 2cm 比色杯，以零管调节零点，于波长 520nm 处测吸光度，并绘制标准曲线。

### 4.4 结果计算

#### 1、绘制标准曲线

#### 2、计算

$$x = \frac{m_1 \times 1000}{m \times (40/500) \times 1000 \times 1000}$$

式中：x——亚硝酸盐含量，g/kg;

$m_1$ ——测定用样液中亚硝酸盐含量， $\mu\text{g}$ ;

m——样品质量，g;

500——样品处理液总体积;

40——比色时取样品处理液体积。

### 4.5 关于实验的若干问题

#### 4.5.1 实验方案的改进

#### 1、试剂问题

实验室没有 N-1-萘基乙二胺，实验室有的比较好的替代品只有  $\alpha$ -萘胺。

### 2、对胺基苯磺酸的溶解

对胺基苯磺酸为有机物，不容易溶解于水，所以在酸性条件下使其变成盐。一方面使他溶解度增大；另一方面在酸性条件下胺基苯磺酸以铵盐的形式存在，不容易（氮上没有亲核的孤对电子）和生成的重氮盐反应。

### 3、反应的 pH 的控制：

第一步反应必须在强酸条件下才会反应。

第二步反应在强酸条件下胺基上加个  $H^+$  从供电子基变成吸电子基苯环钝化，取带不在对位。反应慢甚至不反应！弱酸条件下，虽然副反应会很多但是由于浓度较稀，又是低温所以副反应的影响还是没有强酸造成的强，而且反应也比较容易。

### 4、反应温度的控制

两步反应均选在 0.5 摄氏度下反应，因为第一个反应生成的重氮盐不稳定，所以需要低温。第二步的低温一方面防止重氮盐分解，另一方面副反应的活化能比较高低温可以抑制副反应。

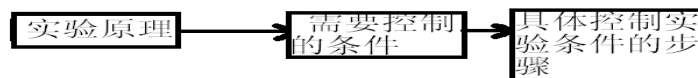
### 5、反应时间的控制

由于反映在低温下会比较慢，时间短了反应不完全，时间长了副反应增加，聚合度也会变大就不是定量地反应，所以应择中考虑。第一个反应为 15min.，第二个反应为 60 分钟。

（备注：理论上是这样但是严格地说上面的反映条件应该控制单一变量，设计一组的对照实验以得到最优条件，但是由于时间关系并且我们得到的标准曲线的线性很好所以就没有做了。）

#### 4.5.2 实验步骤设计过程的探究

由于实验室没有 N-1-萘基乙二胺，替代品  $\alpha$ -萘胺，虽然可以显色但是因为结构上的差别会有很多副反应，所以原来的实验方案并不能完全适用。于是重新修改得到一些设计实验步骤地心得。



通过查资料详细地研究了实验的原理，发现了影响试验成败的三个重要条件：pH，温度和时间！

然后就从控制这三个条件出发设计出了适合  $\alpha$ -萘胺的具体的实验方案  
pH:NaAc/HAc 缓冲溶液的配制：90gNaAc,24mL 冰乙酸。

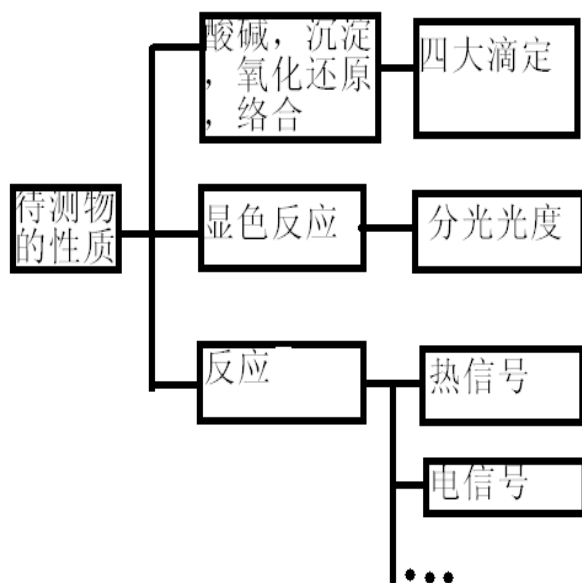
温度：0~5 摄氏度

时间：第一步 15min，第二步 60min

#### 4.5.3 定量实验的一些设计思路

因为当时担心使用替代物不能成功，所以就一起考虑了其他的方案，这个

过程中也受益匪浅!



当时发现一定条件下亚硝酸的可以氧化碘离子而硝酸却不行，可以考虑利用这个特性排除硝酸根的干扰。然后用化学放大，但也要考虑误差也是成倍的放大所以要考虑怎么减少误差。

还有就是利用亚硝酸和硝酸氧化性的不同，把二价铁氧化三价，三价铁和 SCN<sup>-</sup>形成的红色配合物，用分光光度测浓度。（这过程要考虑溶液中原有的铁的影响，可以试试用除去亚硝酸盐的待测液配标准液以抵掉其他的影响）

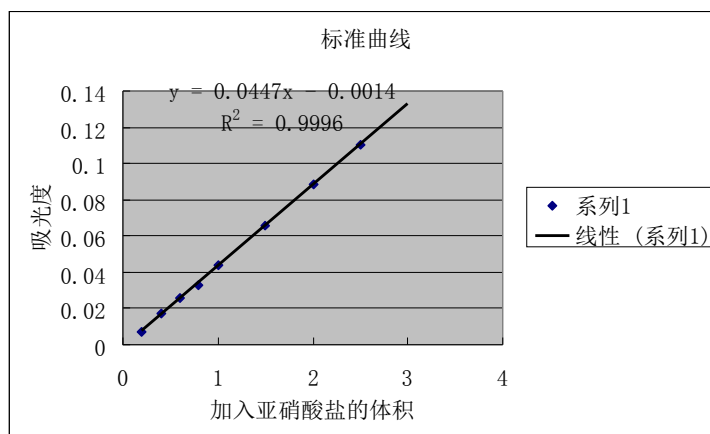
利用氧化性可以考虑示波极谱法

（注：由于替代物的实验效果颇佳和时间这些思路没有实践，后来人有兴趣可以接着认真研究，也希望上面的对后来人有些用处）

## 4.6 实验结果

### 4.6.1 标准曲线的制作

#### 1、亚硝酸钠标准曲线



#### 2. 样品的测定结果

实验测得结果: mg/kg

	实际含量	标准含量



香肠	39.78	$\leq 20$
鱼丸	6.10	$\leq 30$
过夜白菜	9.04	$\leq 20$
肉酱	6.24	$\leq 50$

从结果中可以看出，香肠的亚硝酸盐含量严重超标，而其他三种的亚硝酸盐含量居低于国家标准。在对肉酱进行含量分析时，由于某些客观原因导致试验数据出现严重误差。虽然过夜白菜的亚硝酸盐含量远低于标准含量，但相对于新鲜白菜中几乎测不出亚硝酸盐的情况而言，这个含量已经很高了。所以希望大家尽量不要食用隔夜蔬菜。总的来说，北区食堂的食品质量基本符合国家标准，大家可以安心食用。

## 六、活动总结

在朱老师以及助教老师的指导下，从本次活动中我们收获了很多。

### 1. 越挫越勇，不怕困难

实验刚开始时，药品缺少，预备的实验方案在实际操作中受阻；简单使用替代品，忙了一天却只得到了失败；寻找新的替代品充满困难，而新的实验方案还不知道在哪里。

但面对重重阻拦，我们并未就此放弃，相反却因挑战的到来而愈发兴奋。大家共同努力攻克一个个难关，最终得以站在胜利的峰顶骄傲地欣赏来时的路。

### 2. 立足原理，自己设计实验的步骤

没有了像平时无机实验书本中那样现成的可以说是基本完美无缺的实验步骤，只能靠自己认真研究原理，发现主反应的条件，减少副反应，设计具体的操作步骤，一步步扎扎实实走下去。有了真正做实验的感觉。

### 3. 开拓思路，设计实验

因为担心替代品不能顺利地完成任务，我们向带实验的老师和导师请教，从中开拓了定量测定实验设计的思路，受益匪浅。

### 4. 团对合作，齐力断金

失败时一起皱眉，成功时一起欢呼；实验时默契配合，探讨时各抒己见。。。相互的鼓励和支持让我们勇敢地面对困难，坚定地走了下来，最终一起推开了成功的大门，真正体会团队的意义！

## 漳州校区食品安全问题调查问卷

同学：

您好！

我们是厦门大学化学人才培养基地的一调查小组的成员。我们正在做一份有关漳州校区食品安全的社会调查。

校区食堂以及周边的食品质量与校区学生的身体健康息息相关。食品中可能

存在的有毒物质，尤其是亚硝酸盐，已经成为了人们不可不防的健康杀手。这次调查旨在引起大家对该问题的关注和重视，及时反馈大家的意见，并引导大家走上健康饮食之路。在填写问卷时，希望您能以实事求是的态度，将您的真实想法和情况提供给我们。本问卷采用无记名形式，答案无所谓对错。您的回答我们将根据国家《统计法》予以保密，您无须有任何顾虑。

占用了您的宝贵时间，我们为此致以诚挚的歉意和谢意！

- 1、您经常在北区食堂就餐吗？  
A、每天 B、经常 C、偶尔
- 2、您认为北区食堂食品安全情况如何？  
A、很好 B、还行 C、一般 D、糟糕
- 3、就餐时您经常购买食堂的卤制品或烧烤吗？  
A、经常购买 B、偶尔会买 C、几乎不买 D、从来不买
- 4、您经常购买食堂小卖部或超市的香肠和肉质罐头吗？  
A、经常购买 B、偶尔会买 C、几乎不买 D、从来不买
- 5、您是否关注过以上食品对健康可能造成的危害？  
A、极其关注 B、较为关注 C、偶尔关注 D、从不关注
- 6、您是否了解食物中亚硝酸盐的来源？  
A、非常了解 B、较为了解 C、略微了解 D、不了解
- 7、您是否了解食物中亚硝酸盐对人体的危害？  
A、非常了解 B、较为了解 C、略微了解 D、不了解
- 8、您是否了解各种食物中亚硝酸盐含量的情况？  
A、非常了解 B、较为了解 C、略微了解 D、不了解
- 9、您对我们调查内容是否有兴趣？  
A、非常有兴趣 B、较为感兴趣 C、稍有兴趣 D、没兴趣
- 10、今后您是否打算关注食品安全问题？  
A、打算 B、没打算

#### 参考文献：

- 1、肉类安全：当心亚硝酸盐——引起亚硝酸盐超标的原因分析  
<http://www.cfin.com>
- 2、如何认识和预防亚硝酸盐对人体的侵害  
<http://blog.sina.com.cn>
- 3、亚硝酸盐食物中毒  
<http://www.39.net>
- 4、如何预防亚硝酸盐中毒  
<http://www.21food.cn>
- 5、不可忽视的亚硝酸盐  
<http://www.eduxb.com>
- 6、亚硝酸盐就等于致癌物质？  
<http://www.fx120.net>
- 7、亚硝酸盐的作用与危害

<http://blog.tom.com>

8、肉制品发色剂、保色剂--桃红素

<http://made-in-china.com>

9、食品营养与卫生学

<http://jpkc.gcp.edu.cn>

## 制冷湿巾设计

组长: 全金柱

组员: 何旭, 徐淑楠, 聂钰红, 施政, 苏志桦, 赵征寰

**摘要:** 以溶解吸热原理为基础寻找廉价, 降温效果好的制冷剂, 在制冷剂与溶解状态的不同上发挥想象力设计使制冷剂与溶剂能很好溶解, 达到降温效果的包装. 之后又针对所设计的制冷湿巾的前景做了一次社会问卷调查, 取得令人满意的结果.

**关键词:** 制冷剂 溶解吸热 包装 社会调查

### 一 概述:

炎炎夏日湿巾作为一种清洁卫生而又便携的日常用品受到大家的青睐. 但目前湿巾的缺点变得日益明显, 即人们希望在夏天用到的湿巾不仅可以擦手更能带来凉爽的感觉. 在了解了这一点后, 我们开始了制冷湿巾的探索.

### 二 实验部分:

经过在网上的查找我们找到四种安全, 廉价的药品:  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{KNO}_2$ ,  $\text{KI}$ ,  $\text{NHNO}_3$ . 由于  $\text{KNO}_2$  的毒性将其排除. 于是我们分三个小组进行三种药品的降温实验, 以此来筛选最佳药品.

(由于这四种药品易溶, 故不考虑溶解速率, 只考虑温度的降低)

所测结果如下:

30ml 水中药品溶解达到的最低水温(摄氏度)(水温: 33.8 度)

用量	$\text{NH}_4\text{Cl}$	$\text{KI}$	$\text{NHNO}_3$
8g	29.2	31.0	25.9
9g	20.8	29.4	25.5

从试验结果我们可以明显看到  $\text{NH}_4\text{Cl}$  的降温效果明显优于其他两种. 少量  $\text{NH}_4\text{Cl}$  即可大幅的降低温度. 考虑到包装的不便, 我们选择 30ml 水作为溶剂. 之后我们测量了不同量的  $\text{NH}_4\text{Cl}$  在 30ml 及 20ml 水中的降温效果.

## 30ml 水(水温 32.9 度)

NH <sub>4</sub> Cl(g)	6.0	6.5	7.0	7.5	8.0	8.5	9.0	9.5	10.0	10.5	11.0	11.5	12.0
最低温	20.0	19.8	19.7	19.2	18	15.5	14.9	13.2	15.0	14.9	15.3	14.5	14.5

## 20ml 水(水温 32.9 度)

NH <sub>4</sub> Cl(g)	6.0	6.5	7.0	7.5	8.0	8.5	9.0	9.5	10.0	10.5	11.0	11.5	12.0
最低温	18.0	17.8	15	15	15.5	14	15.5	14.8	15	15.2	15	16.8	15.2

从以上结果,在 30ml 水中溶解降温效果比溶于 20ml 水降温效果好.在 30ml 水中 NH<sub>4</sub>Cl 的量为 9.5g 时降温幅度最大.故采用 30ml 水与 9.5g NH<sub>4</sub>Cl 的配比.

**包装**

当反应物确定为 NH<sub>4</sub>Cl 与水之后我们开始着手包装的制备.大体上思路分为袋装和盒装,经组员讨论盒装体积太大不易携带,故转向袋装研究,首先我们使用的是笔杆型:即将药品 NH<sub>4</sub>Cl 装入一个类似笔杆的硬脆塑料中,再将其放入装满水的外包装袋中,使用时在不开封条的条件下弄断“笔杆”使之反应,其优点是方便,但缺点是同样突出:1.使用前也可能使之断裂从而提前反应 2.杆中可能会残留药品使反应的效果降低.为此我们开发第二种包装,即用医用板装药品包装模型装上药品,然后用锡纸封口,外面用装水的外包装,使用时如同吃药一样撕开包装从而反应,优点是:1.反应完全. 2.轻便容易携带.缺点是:1.封闭不好可能渗水.2.装药品的量较少.

时间所剩不多,我们分为三组进行包装,第一组的方案是将 2 号方案进行改进,改为果冻壳装药品,解决药量太少的问题,但是封闭效

果依然不大好.第二组重新想到一种包装,即分为两头,一端是放料口,一端是取纸口,放料口由饮料盖封口,取纸口用双面胶封闭并留易拉口,放料口的盖子有削尖の木棒,使用时将木棒捅破水袋,即可发生反应.优点是:1.封口好 2.方便 3.药量足 4.新颖 但是缺点是携带不方便.

### 三 社会调查

针对制冷湿巾的前景及我们研究的方向我们做了问卷调查.结果显示有 53.1%的人表示选择湿巾时看重它的舒适程度;46.1%的人对现有市场上的湿巾不满,主要是因为湿巾不够凉爽;53.2%的被调查者表示包装会对他们选择湿巾产生影响;64.9%的被调查者认为制冷湿巾有市场前景.

### 四 总结

以上整个过程都是经过我们实验探索的.在实验中我们体会到艰辛,也感受到成功后的喜悦.



# 膨化食品中铝含量的测定

组长：陈路

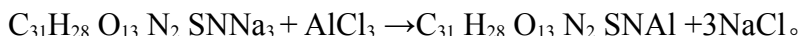
组员：陈玲玲、陈奕群、孙鲲、孙泽西、王英杰、闫凌

**摘要：** 先将购买的膨化食品样品压碎，称取一定的质量，然后用坩锅碳化，再在马弗炉中对其进行灰化；接着以二甲酚橙为显色剂，并用柠檬酸屏蔽铜、铁等离子体的影响，通过分光光度法测定膨化食品中铝的含量。实验过程主要分为样品的处理，各种溶液的配制，标准曲线的绘制和样品溶液吸光度的测定几个部分。

**关键字：** 膨化食品 铝含量 分光光度法 测定

## 1 二甲酚橙(XO)与铝的反应机理

二甲酚橙(XO) (3:3'-双[N·H-(二羟甲基)氨基]一邻甲酚磺肽)在与离子络合时,主要依靠羧基、亚氨基和羟基、金属离子和羧甲基、亚氨基形成稳定的五元环,而羧基与金属离子可形成六元环,多数情况下,金属离子与XO形成1:1络合物,有时也形成1:2络合物(pH大于5),在酸性介质中,铝离子二甲酚橙反应生成紫红色络合物,其反应为:



## 2 主要仪器及试剂

(1) 分光光度计； 马弗炉。

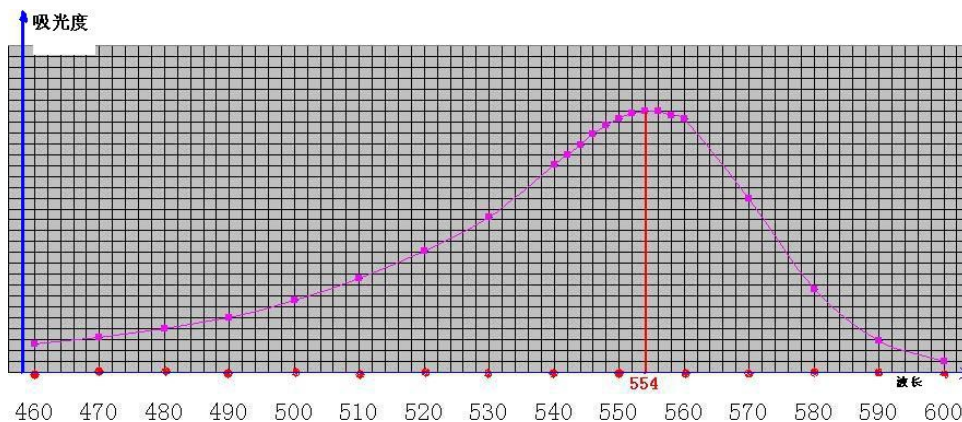
(2) 0.001mol/L二甲酚橙溶液; 1mg/ml  $Al^{3+}$ 标准溶液, pH值为3.4~3.5的NaAc - HAc缓冲溶液; 2%柠檬酸溶液。

## 3 样品的处理

将样品弄碎，分别称取 1.0~2.0g 样品各两份，将样品分别置于坩锅中，用酒精灯加热炭化至无烟（尽量不要将炭化过程中产生的灰带出坩锅），最后将坩锅移入马弗炉在 800° C 的条件下灰化 2h。

## 4 最大吸收波长的测定

取 4.00ml  $Al^{3+}$ 标液、5ml XO、20ml 缓冲液, 1ml 柠檬酸溶液，发色后在不同波长下测吸光度，找出最大吸收波长。由下图可知，最大吸收波长为 554nm。

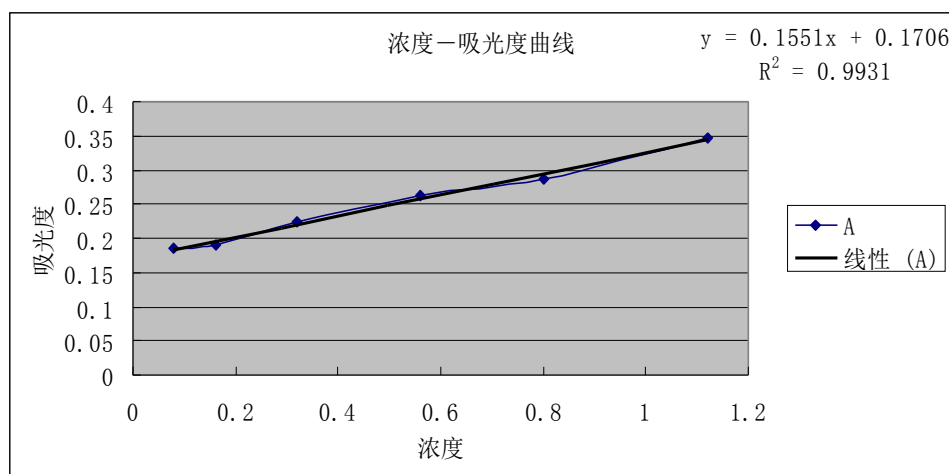


## 5 标准曲线的绘制

取 0.4ml、0.8ml、1.6ml、2.8ml、4.0ml、5.6ml 的标准溶液, 分别加入 50ml 容量

瓶中,各加入 5mlXO、20ml 缓冲溶液,1ml 柠檬酸,摇匀,在 60~90°C 水浴中加热 5min 取出用流水冷至室温,用水稀释至刻度,然后于 1cm 比色管中测定其吸光度。最后得到标准曲线如下:

浓度(ug/ml)	0.08	0.16	0.32	0.56	0.80	1.12
吸光度 A	0.185	0.190	0.224	0.262	0.287	0.347



## 6 样品中铝含量的测定

将坩锅冷却后加入 5ml 稀硝酸溶液(0.5mol/L)、3ml 6mol/LHCl, 小火加热, 将灰分溶解, 冷却后将消化液洗入 50ml 容量瓶中, 用水少量多次洗涤瓷坩锅, 洗液合并于 50ml 容量瓶中; 向 50ml 容量瓶中加入 5mlXO、20ml 缓冲溶液, 1ml 柠檬酸, 摇匀, 在 60~90°C 水浴中加热 5min 取出用流水冷至室温, 用水稀释至刻度。

取样品液于 1cm 比色管中, 测定其吸光度。最后结果如下:

	对应字母	样品名称	样品质量 /g	吸光度	浓度 (ug/ml)	铝的含量 (ug/g)
1	A	上好佳鲜虾条	1.5469	0.26	0.66	21.42
2	B	可比克原滋味	1.8937	0.295	0.90	23.82
3	D	上好佳玉米花	1.9622	0.207	0.30	7.64
4	C	珍珍天然薯片—香葱味	1.1197	0.207	0.30	13.39
5	E	上好佳田园薯片—洋葱色拉味	1.8376	0.211	0.33	8.90
6	F	上好佳田园薯片—原味	1.6686	0.22	0.39	11.65
7	G	丽丽特级薯片—海苔味	1.2712	0.466	2.07	81.52
8	H	亲亲鲜虾条	1.5388	0.803	4.38	142.29

### 参考文献

- 1 刘继文 分光光度法测定微量铝——二甲酚橙在工业中的应用[J] 云南环境科学 2006, 25 (增刊): 180 – 182
- 2 郭虹 铝试剂分光光度法测定食品中的铝 中国卫生检验杂志[J] 2006 年1月第16卷第1期

# 紫菜中碘含量的测量

组长：索强

组员：张贇、蒙超、王旭颖、宋彦玲、李鑫、姚尧、李佳峰

**摘要：**众所周知，碘是人体生命活动中极为重要的微量元素之一，碘素有“智力元素”之称，虽然在人体内的含量极低，但是很重要，特别是神经系统的发育，不可缺少。而人体吸收的主要来源之一是海产品。据科学家的研究，人体中碘的80%–90%来自食物，10%–20%通过饮水获得，5%的碘来自空气。其中在众多海产品中裙带菜、海带、紫菜是其中碘的含量最多的三样海产品。于是我们小组根据厦门大学漳州分校当地情况，确定我们的实验课题为海产品中碘的分析与测定，并选择海带为实验对象（后期换为紫菜）。实践的过程是坎坷，充满艰辛，但我们没有放弃，最终经过组员们的共同努力，完成了实验。

## 1、 前言

**碘的状态：**298K 时为固体；**颜色：**暗紫色，有光泽；**性质：**碘单质是紫黑色，有光泽的固体。加热时，碘升华为漂亮的紫色蒸气，这种蒸气有刺激性气味。碘可以和大多数元素形成化合物，位于碘之前的卤素和一些氧化性比碘强的粒子可将其从碘化物中将碘置换出来。碘具有类似金属的特性。碘易溶解在氯仿、四氯化碳、二硫化碳中形成美丽的紫色溶液，但微溶于水。碘单质遇到淀粉会显深蓝色，这是碘的特征之一。**用途：**碘的化合物在有机化学中十分重要，另外在医药和照相方面的用途也很广泛。缺乏碘会导致甲状腺肿大。**制备：**碘被海藻吸收，所以人们可以从海藻中提取碘；碘也可以从智利硝石、生硝、海水、盐井中获得。

## 二、实验内容

### 1. 实验目的

- (1) 了解碘的相关知识
- (2) 学习从海产品中提取的基本原理和方法。
- (3) 练习并掌握物质的分离与纯化的操作方法。
- (4) 培养独立进行实验研究的能力

### 2. 实验方法

- (1) 氧化还原滴定法
- (2) 分光光度法
- (3) 离子交换树脂法

### 3. 试验基本流程

清洗——炭化前的处理——炭化——各种实验方法测定——处理数据——  
数据分析——试验总结

## 三、实验步骤

### 1 实验设计

我们从以下几个方面来统筹该实验：

- (1) 先讨论，确定实验方法。
- (2) 对不同的方法进行责任到人制，即不同的人负责使用不同的方法进行实验
- (3) 对试验中的具体细节进行讨论并作出决定
- (4) 配制药剂，开始实验
- (5) 试验中碰到的实际问题进行解决
- (6) 搞社会调查，了解现代学生对碘的认知程度

## 2 实验过程

我们7人分为三个小组分别负责实验三种不同方法的方案确定及实验方案的完善，第一组：张赟、王旭颖，第二组：索强、姚尧、蒙超，第三组：宋彦龄、李佳峰、李鑫，三组分别为滴定法、分光光度法、离子交换法。由于自身经验，以及实验材料仪器等方面存在的各方面的问题导致我们的实验失败占多，成功占少。

### 3 下面将主要介绍分光光度法的实验内容和实验结果。

#### 3.1 提取溶液

酒精洗净，烘干粉碎，碱液湿润，炭化，马弗炉中灰化，残渣粉碎，溶解过滤收集滤液和洗液。

#### 3.2 标准工作曲线的绘制

同时取 10 只 25ml 比色管，依次移入质量浓度为  $10^{-2}$ mg/L 的  $I^{-}$  标准溶液 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00, 7.00, 8.00, 9.00ml，加入 3.00 mL  $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的盐酸溶液，使呈酸性，加入 0.2 mL  $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$   $\text{NaNO}_2$  溶液，摇匀，氧化  $I^{-}$  离子，加入 1.00 mL  $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$   $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$  溶液还原多余的  $\text{NO}_2^{-}$ ，放置 15min，加 2% KI 溶液 0.5 mL，放置片刻，加淀粉溶液 1.00mL，加水定容，摇匀。溶液装入 1 cm 比色皿中，以试剂空白为参比，在 580 nm 处测定吸光度记下 AN。

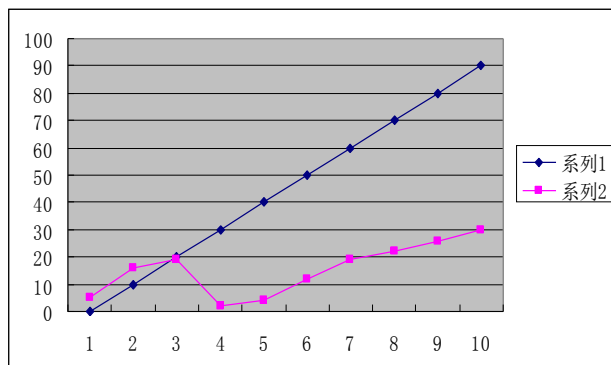
#### 3.3 样品溶液吸光度的测定

- (1) 吸取 5.00 mL 样品溶液于 25 mL 比色皿中，按上述顺序加入试剂并在 580 nm 处测定
- (2) 吸光度记下 A
- (3) 根据 AN 线性作图，并在图上做出 A 所对应的浓度
- (4)  $A = \epsilon bc$

#### 3.4 数据记录与分析

0	10	20	30	40	50	60	70	80	90
0.005	0.016	0.019	0.002	0.004	0.012	0.019	0.022	0.026	0.030

#### 3.5 分析图



### 3.6 结果计算

(1)  $K=0.5$

(2)  $A=0.032$   $C=202.67 \times 10^{-3} \text{mg/L}$

(3) 31.4 克海带得到 800ml 提取液稀释 5 倍后的浓度为  $C=53 \times 10^{-3} \text{mg/L}$

(4) 所以百分含量为  $C \times 5 \times 0.8 / 31.4 \times 100\% = 2.58\%$

### 3.7 数据分析

(1) 文献中查阅数据为 0.0538% 远比我们的实验数据小

(2) 原因：紫菜提取液中含有杂质影响了吸光度；灰化过程不完全，在残渣中还留有大量的有机物等；在对紫菜溶液进行氧化时加入的碘化钾显色剂被过量的氧化剂氧化导致碘的含量偏高

### 3.8 其他试验方法

在此实验中，我们还采用了  $\text{Sn}^{2+}$  离子的氧化还原法，但是由于海带中碘的含量过少而使实验结果不明显。同时我们还尝试了离子交换柱法，但此法耗时较长，并且在实验中由于溶液的淋洗等造成了比较大的实验误差，与老师一同分析也认为实验结果准确性偏低。

## 四、无机化学课外实践总结

### 1 试验中遇到的困难

(1) 各式实验仪器的不熟悉，像马弗炉、烘培箱等等好多仪器都是以前没有接触过的，所以仪器的使用也成为了我们实验内容都一项。

(2) 开始购买海带时，买到的全是鲜海带，我们的需要的是干海带进行试验，因为带海带炭化过程海带中碘损失的量要少，因此这对实验造成了很大的不便。后来我们经过小组内协商，决定将实验对象换为紫菜。

(3) 组长的协调安排不够理想，没有达到人力、时间等等资源的最大利用。

2 非常感谢朱老师提供的这次学习的机会以及在这 4 周之内助教和实验老师所给予的帮助，正是因为这次机会，我们 7 个人才能在这 4 周里享受实验室里面的闷热和海带的咸腥味道，自己去寻找试验方法，在图书馆，网络上搜索材料，讨论试验方法等等。在这个过程中，我们体验到了不同于每周二或者周四的实验课程。

3 在这四周的时间里面我们对实验室有了更多的了解。实验室药品的摆放，实验室仪器的借用，一些简单常用药品的配置，像淀粉溶液的配制，一定浓度碱液的配制等等。最重要的是我们了解到了团队合作的重要性，无论是刚开始组

长的推选还是后来一次次开会的讨论，组内再进行分组等等都锻炼我们的团队合作意识。其实在这次活动中我们遇到了很多的困难，组长的更改，组内交流的不通畅，工作分工的不平衡都让我们一次次面对困难，在最后的实践中还出现了一点点的摩擦，但是在我们的沟通下一次次的解决。

最后，我们用我们这次的化学课外实践作为我们对李佳峰同学的最后的纪念，希望这段经历能成为他作为化学系学生快乐的记忆。



# 食品、药品中的钙

组长：牛天薇

组员：陈金 张明明 包世雄 张文菖 马凤翔

**摘要：**在这次无机化学课外实践中，我们小组选择的课题是“”。通过查阅相关资料和小组成员积极的讨论，我们确定了实验方案。在实验室进行实验的过程中，我们遇到了未曾设想到的问题和困难，因此我们的实验方案也在随着实验的进行不断改进。为了将我们所得到的成果与社会实际联系起来，我们进行了问卷调查，以及关于正确的“钙知识”宣传。本文将详细介绍以上所述情况。

**关键词：** 钙含量； 测定； 补钙

## 一、前言

随着人们生活的日益提高，人们越来越注重生活的质量，身体的健康也越来越重视。花钱买健康已经成为了一股社会风气。市场上于是出现了五花八门的营养品，其中消费量最大当属各类补钙药品。同时，人们也开始注意从日常食物中钙的摄入，一些含钙量高的食物成了人们一日三餐的宠儿。然而，药物中的钙含量真的如说明书上所说的那么高吗？食物中的钙含量究竟有多高？带着疑问与好奇，我们通过实验手段对它们一一进行了测试。为了确保测定正确性，我们采用不同的测定方法对食物和药品中的钙进行测定。并且为了了解人们对补钙知识究竟了解多少，我们在厦门火车站、鼓浪屿轮渡码头等几处人员集中人口流动量大的场所进行公民补钙问卷调查。

## 二、实验阶段

### (一) 任务分配

陈金、张明明、马奋翔、包世雄：试验测定、试验数据分析

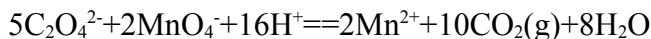
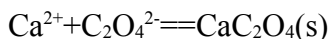
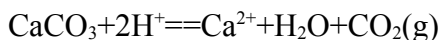
牛天薇、张文菖：样品采集、拍摄及视频处理、实验测定及数据分析

### (二) 实验内容

#### I、用高锰酸钾法测定钙片中的钙含量

##### 1、实验原理：

首先将药品用稀盐酸溶解。 $\text{Ca}^{2+}$ 与 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 生成难溶的 $\text{CaC}_2\text{O}_4$ 沉淀。将沉淀滤出洗净后，溶于稀硫酸中，用高锰酸钾溶液间接滴定生成的 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 。主要反应如下：



此法是根据钙粒子与草酸根离子生成 1:1 的 $\text{CaC}_2\text{O}_4$ 沉淀。因此必须控制一定的条件，以保证 $\text{Ca}^{2+}$ 与 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 有 1:1 的关系。此外，为了便于过滤和洗涤，要求得到颗粒较大的晶型沉淀。可在待测的含 $\text{Ca}^{2+}$ 的酸性试液中加入过量的 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ (此时 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 浓度很小，主要以 $\text{HC}_2\text{O}_4^-$ 形式存在，故不会有 $\text{CaC}_2\text{O}_4$ 生成)，然后用稀氨水逐渐中和至甲基橙显黄色，使 $\text{CaC}_2\text{O}_4$ 沉淀缓缓生成。并陈化一段时间，就可以得到其组成为 1:1 且颗粒较大的沉淀。过滤后，可用冷水少量多次洗涤沉淀表面吸附的 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 。

## 2、实验内容

### 2.1 $\text{CaC}_2\text{O}_4$ 的制备:

取 5 粒钙片于研钵中研成粉末, 根据药品说明书上给出的含钙量通过公式  $20M/m \sim 30M/m$  ( $M$  代表一粒药片的质量单位  $g$ ,  $m$  代表药品说明书上所示的  $\text{Ca}$  的含量单位是  $\text{mg}$ ) 没准确称取钙片粉末于 500mL 烧杯中, 滴加少量水湿润样品, 盖上表面皿, 从烧杯嘴处慢慢滴入 8—10mL 6mol/L  $\text{HCl}$  溶液, 同时不断地轻摇烧杯, 使试样溶解。待停止冒泡后, 小火加热煮沸 2min, 冷却后用少量水淋洗表面皿和烧杯内壁, 使飞溅部分进入溶液。在溶液中加入水 120mL, 加入 2 滴甲基橙指示剂, 此时溶液显红色, 再加入 5%  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  15—20mL。然后加热溶液至 70—80 摄氏度, 在不断搅拌下以每秒 1—2 滴的速度滴加氨水至溶液由红色变为黄色。再过量几滴, 检验沉淀是否完全。将溶液热水浴 1h, 同时用玻璃棒搅拌, 使沉淀陈化。

### 2.2 高锰酸钾标准液的配制和标定

称取 0.8g  $\text{KMnO}_4$  置于试剂瓶中, 用约 550mL 水溶解。

准确称取 0.08—0.10g  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  置于 250mL 锥形瓶中, 加入 30mL 水及 8mL 3mol/L 的  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液, 溶解后加热至 70—80 摄氏度, 用  $\text{KMnO}_4$  溶液进行滴定, 开始滴定是要慢并摇动均匀, 待红色褪去后再滴加。整个过程保证温度不低于 60 摄氏度。当滴定至溶液呈粉红色并保持 30s 内不褪色即为终点。滴定三份, 求平均值。

### 2.3 沉淀的溶解和 $\text{Ca}^{2+}$ 含量的测定

将陈化后的沉淀用中速定性滤纸以倾析法过滤。用冷的 0.1%  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  溶液洗涤沉淀 3—4 次, 再用水洗涤至滤液中不含  $\text{Cl}^-$  为止。

取 1mol/L  $\text{H}_2\text{SO}_4$  50mL, 加热。将原烧杯置于漏斗下, 在漏斗中加入 10—15mL 热的硫酸溶解沉淀, 然后戳破滤纸, 使溶液流入烧杯中, 用剩余热硫酸洗涤滤纸, 再用水洗涤滤纸, 使溶液达 100mL 左右。加热溶液至 75—85 摄氏度, 用高锰酸钾标准溶液滴定至溶液呈粉红色, 再将滤纸浸入溶液中, 轻轻搅动, 溶液褪色后再滴加  $\text{KMnO}_4$  标准溶液, 直至粉红色在半分钟内不褪色为止, 即为终点。计算试样中  $\text{Ca}^{2+}$  含量。

## 3、数据分析

$\text{KMnO}_4$  含量的标定

编号	1	2	3
$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4/\text{g}$	0.0779	0.0742	0.1016
$\text{KMnO}_4/\text{mL}$	20.32	19.5	26.43
$[\text{KMnO}_4]/\text{mol/L}$	0.01144	0.01136	0.01147
平均 $[\text{KMnO}_4]/\text{mol/L}$	0.01143		
相对偏差	0.16%	-0.59%	0.43%
平均相对偏差	0.39%		

药品中钙含量的测定

药品名	新盖中盖	凯思立 D	钙尔奇 D

样品质量 m/g	0.1214	0.098	0.0613
KMnO <sub>4</sub> /ml	22.81	23.95	19.72
n(Ca <sup>2+</sup> )/mol	6.50E-04	6.83E-04	5.62E-04
w(Ca <sup>2+</sup> )	21.46%	27.93%	36.74%
每片钙的含量/mg	536.5	486.4	661.9

(以上钙的含量均表示每一百克样品的含钙量)

## II. EDTA 配合滴定法测定钙片中钙含量

### 1. 实验原理:

在钙指示剂存在下, 将 pH 调到 10 左右, 用 EDTA 标准溶液滴定牛奶中钙的含量。溶液由酒红色变为纯蓝色即为终点。

### 2. 实验内容:

#### 2.1 0.01mol/L EDTA 的配制

称取 2 克 EDTA 二钠盐, 溶于 500mL 试剂瓶中, 摇匀。

#### 2.2 EDTA 标准溶液的标定

称取 0.22—0.26 克碳酸钙于 100mL 烧杯中, 加数滴水润湿, 慢加 (1+1) 盐酸至碳酸钙溶解, 加入 20mL 水, 小火煮沸两分钟, 冷却, 移到 250mL 容量瓶。

用移液管移取 25.00mL 溶液于锥形瓶中, 加入 75mL 水, 以及 2—3mL NaOH, 再加入氨性缓冲溶液调节 pH 至 10 左右。然后, 加入大约 30mg 钙指示剂, 用 EDTA 滴定, 溶液由酒红色变为纯蓝色即为终点。

#### EDTA 的标定

编号	1	2	3
CaCO <sub>3</sub> /g	0.2587		
EDTA/ml	24.7	24.9	24.21
[EDTA]/mol/L	0.01046	0.01038	0.01068
平均[EDTA]/mol/L	0.01051		
相对偏差	-0.41%	-1.21%	1.61%
绝对偏差	0.54%		

#### 2.3 EDTA 法测钙片中钙含量

用分析天平称取一定质量的钙片粉末于 100ml 烧杯中, 用蒸馏水将粉末溶解, 然后将溶解液全部转移到 250ml 的容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度; 接着用 25ml 移液管移取三份 25mL 溶液于锥形瓶中, 加水至 100mL, 加入钙指示剂 30mg 以及 2—3mL 2mol/L NaOH, 加入氨性缓冲溶液, 使得 pH 约为 10, 用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由酒红色变为纯蓝色即为终点。

##### ① 新盖中盖中钙含量的测定

编号	1	2	3
样品的质量/g	0.5001		
EDTA/ml	26.21	26.15	26.27
n(Ca <sup>2+</sup> )/mol	2.75E-04	2.75E-04	2.76E-04
w(Ca <sup>2+</sup> )	22.07%	22.02%	22.12%
平均 w(Ca <sup>2+</sup> )	22.07%		

相对偏差	0.00%	-0.23%	0.23%
平均偏差	0.15%		
平均每片钙含量/mg	551.9		

(5 片钙片的质量是 12.5025g, 平均每片质量是 2.5005g)

### ② 盖尔奇 D

编号	1	2	3
样品的质量/g	0.3029		
EDTA/ml	22.81	22.92	22.75
n(Ca <sup>2+</sup> )/mol	2.40E-04	2.41E-04	2.39E-04
w(Ca <sup>2+</sup> )	31.71%	31.86%	31.63%
平均 w(Ca <sup>2+</sup> )	31.74%		
相对偏差	-0.07%	0.41%	-0.34%
平均偏差	0.27%		
平均每片钙含量/mg	571.6		

(5 片钙片的质量是 9.0060g, 平均每片质量是 1.8012g)

### ③ 凯思立 D

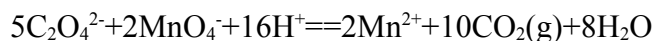
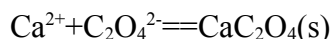
编号	1	2	3
样品的质量/g	0.3654		
EDTA/ml	21.92	22.32	21.71
n(Ca <sup>2+</sup> )/mol	2.30E-04	2.35E-04	2.28E-04
w(Ca <sup>2+</sup> )	25.26%	25.72%	25.02%
平均 w(Ca <sup>2+</sup> )	25.33%		
相对偏差	-0.29%	1.53%	-1.24%
平均偏差	0.27%		
平均每片钙含量/mg	441.2		

(5 片钙片的质量是 8.7068g, 平均每片质量是 1.7414g)

## III、用高锰酸钾法测定食物中的钙含量

### 1、实验原理:

首先将固体食品灰化, 然后灰分用稀盐酸溶解。Ca<sup>2+</sup>与 C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup>生成难溶的 CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>沉淀。将沉淀滤出洗净后, 溶于稀硫酸中, 用高锰酸钾溶液间接滴定生成的 C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup>。主要反应如下:



此法是根据钙离子与草酸根离子生成 1: 1 的 CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>沉淀。因此必须控制一定的条件, 以保证 Ca<sup>2+</sup>与 C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup>有 1: 1 的关系。此外, 为了便于过滤和洗涤, 要求得到颗粒较大的晶型沉淀。可在待测的含 Ca<sup>2+</sup>的酸性试液中加入过量的 (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>(此时 C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup>浓度很小, 主要以 HC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>形式存在, 故不会有 CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>生成), 然后用稀氨水逐渐中和至甲基橙显黄色, 使 CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>沉淀缓缓生成。并陈化一段时间, 就可以得到其组成为 1: 1 且颗粒较大的沉淀。过滤后, 可用冷水

少量多次洗涤沉淀表面吸附的  $C_2O_4^{2-}$ 。

## 2、实验内容

### 2.1 $CaC_2O_4$ 的制备:

取适量样品  $m(g)$  于坩锅中高温灼烧至出现白色灰烬。将样品至于空气中冷却至室温，接着将灰烬置于 500mL 烧杯中，滴加少量水湿润样品，盖上表面皿，从烧杯嘴处慢慢滴入 8—10mL 6mol/L HCl 溶液，同时不断地轻摇烧杯，使灰烬溶解。待停止冒泡后，小火加热煮沸 2min，冷却后用少量水淋洗表面皿和烧杯内壁，使飞溅部分进入溶液。在溶液中加入水 120mL，加入 2 滴甲基橙指示剂，此时溶液显红色，再加入 5%  $(NH_4)_2C_2O_4$  15—20mL。然后加热溶液至 70—80 摄氏度，在不断搅拌下以每秒 1—2 滴的速度滴加氨水至溶液由红色变为黄色。再过量几滴，检验沉淀是否完全。将溶液热水浴 1h，同时用玻璃棒搅拌，使沉淀陈化。

### 2.2 高锰酸钾标准液的配制和标定

称取 0.8KMnO<sub>4</sub> 置于试剂瓶中，用约 550mL 水溶解。

准确称取 0.08—0.10g Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 置于 250mL 锥形瓶中，加入 30mL 水及 8mL 3mL/L 的 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 溶液，溶解后加热至 70—80 摄氏度，用 KMnO<sub>4</sub> 溶液进行滴定，开始滴定是要慢并摇动均匀，待红色褪去后再滴加。整个过程保证温度不低于 60 摄氏度。当滴定至溶液呈粉红色并保持 30s 内不褪色即为终点。滴定三份，求平均值。

### 2.3 沉淀的溶解和 Ca<sup>2+</sup> 含量的测定

将陈化后的沉淀用中速定性滤纸以倾析法过滤。用冷的 0.1%  $(NH_4)_2C_2O_4$  溶液洗涤沉淀 3—4 次，再用水洗涤至滤液中不含 Cl<sup>-</sup> 为止。

取 1mol/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 50mL，加热。将原烧杯置于漏斗下，在漏斗中加入 10—15mL 热的硫酸溶解沉淀，然后戳破滤纸，使溶液流入烧杯中，用剩余热硫酸洗涤滤纸，再用水洗涤滤纸，使溶液达 100mL 左右。加热溶液至 75—85 摄氏度，用高锰酸钾标准溶液滴定至溶液呈粉红色，再将滤纸浸入溶液中，轻轻搅动，溶液褪色后再滴加 KMnO<sub>4</sub> 标准溶液，直至粉红色在半分钟内不褪色为止，即为终点。计算试样中 Ca<sup>2+</sup> 含量。

KMnO<sub>4</sub> 含量的标定

编号	1	2	3
Na <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /g	0.0832	0.0851	0.0849
KMnO <sub>4</sub> /mL	22.65	23.02	22.9
[KMnO <sub>4</sub> ]/mol/L	0.010965	0.011035	0.011067
平均[KMnO <sub>4</sub> ]/mol/L	0.011023		
相对偏差	-0.52%	0.12%	0.40%
绝对偏差	0.35%		

食品中钙含量的测定

样品名	永和豆粉	豆腐
样品的质量 m/g	0.5321	1.9112
KMnO <sub>4</sub> /ml	2.65	9.65

$n(\text{Ca}^{2+})/\text{mol}$	7.30E-05	2.66E-04
$w(\text{Ca}^{2+})$	5.50E-03	5.58E-03
钙的含量/mg	550.0	557.6

(以上钙含量均表示每一百克样品中的含钙量)

#### IV. EDTA 配合滴定法测定牛奶中钙含量

##### 1. 实验原理:

在钙指示剂存在下, 将 pH 调到 10 左右, 用 EDTA 标准溶液滴定牛奶中钙的含量。溶液由酒红色变为纯蓝色即为终点。

##### 2. 实验内容:

##### 2.1 0.01mol/L EDTA 的配制

称取 2 克 EDTA 二钠盐, 溶于 500mL 试剂瓶中, 摇匀。

##### 2.2 EDTA 标准溶液的标定

称取 0.22-0.26 克碳酸钙于 100mL 烧杯中, 加数滴水润湿, 慢加 (1+1) 盐酸至碳酸钙溶解, 加入 20 mL 水, 小火煮沸两分钟, 冷却, 移到 250mL 容量瓶。

用移液管移取 25.00mL 溶液于锥形瓶中, 加入 75mL 水, 以及 2-3mL NaOH, 再加入氨性缓冲溶液调节 pH 至 10 左右。然后, 加入大约 30mg 钙指示剂, 用 EDTA 滴定, 溶液由酒红色变为纯蓝色即为终点。

$$C_{\text{EDTA}} = (1/10 \times m_{\text{CaCO}_3}) / (M_{\text{CaCO}_3} \times V_{\text{EDTA}})$$

	1	2	3
$V_{\text{EDTA}}/\text{ml}$	23.21	23.41	22.17
$C_{\text{EDTA}}/\text{mol/L}$	0.01089	0.01079	0.01140
平均 $C_{\text{EDTA}}/\text{mol/L}$	0.01103		
相对偏差	-1.269%	-2.176%	3.354%
平均相对偏差	2.266%		

##### 2.3 EDTA 法测牛奶中钙含量

所用牛奶为: 蒙牛高钙奶 标识: 含钙 150mg/100 克

用移液管移取 8mL 蒙牛高钙奶三份于锥形瓶中, 加水 100mL, 加入钙指示剂 30mg 以及 2-3mL 2mol/L NaOH, 加入氨性缓冲溶液, 使得 pH 约为 10, 用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由酒红色变为纯蓝色即为终点。

$$M(\text{Ca}) = M(\text{Ca}) * C_{\text{EDTA}} * V_{\text{EDTA}} * 100/8$$

	1	2	3
$V_{\text{EDTA}}/\text{mL}$	24.21	24.41	24.21
牛奶中钙含量 mg/100mL	133.518	134.621	133.518
牛奶中钙含量平均值 (mg/100mL)	133.9		
相对偏差	-0.2746%	0.5492%	-0.2746%
平均相对偏差	0.3661%		

备注: 将牛奶密度视为 1mL/g, 即 100 克的牛奶约等于 100mL 牛奶。

## V. EDTA 配合滴定法测定豆浆和娃哈哈营养快线中钙含量

### 1. 实验原理:

在钙指示剂存在下, 将 pH 调到 10 左右, 用 EDTA 标准溶液滴定牛奶中钙的含量。溶液由酒红色变为纯蓝色即为终点。

### 2. 实验内容:

#### 2.1 0.01mol/L EDTA 的配制

称取 2 克 EDTA 二钠盐, 溶于 500mL 试剂瓶中, 摇匀。

#### 2.2 EDTA 标准溶液的标定

称取 0.22—0.26 克碳酸钙于 100mL 烧杯中, 加数滴水润湿, 慢加 (1+1) 盐酸至碳酸钙溶解, 加入 20mL 水, 小火煮沸两分钟, 冷却, 移到 250mL 容量瓶。

用移液管移取 25.00mL 溶液于锥形瓶中, 加入 75mL 水, 以及 2—3mL NaOH, 再加入氨性缓冲溶液调节 pH 至 10 左右。然后, 加入大约 30mg 钙指示剂, 用 EDTA 滴定, 溶液由酒红色变为纯蓝色即为终点。

$$C_{\text{EDTA}} = (1/10 \times m_{\text{CaCO}_3}) / (M_{\text{CaCO}_3} \times V_{\text{EDTA}})$$

编号	1	2	3
CaCO <sub>3</sub> /g	0.2401		
EDTA/ml	24.52	24.28	24.68
[EDTA]/mol/L	0.00978	0.00988	0.00972
平均[EDTA]/mol/L	0.00979		
相对偏差	-0.11%	0.87%	-0.76%
绝对偏差	0.58%		

#### 2.3 EDTA 法测豆浆中钙含量

用 50ml 移液管移取 50ml 样品三份于三只锥形瓶中, 加水 100mL, 加入钙指示剂 30mg 以及 2—3mL 2mol/L NaOH, 加入氨性缓冲溶液, 使得 pH 约为 10, 用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由酒红色变为纯蓝色即为终点。

编号	1	2	3
样品的体积/ml	50	50	50
EDTA/ml	15.98	16.01	16.11
n(Ca <sup>2+</sup> )/mol	1.57E-04	1.57E-04	1.58E-04
c(Ca <sup>2+</sup> )/mol/L	3.13E-03	3.14E-03	3.16E-03
平均 c(Ca <sup>2+</sup> )	3.14E-03		
相对偏差	-0.33%	-0.15%	0.48%
平均偏差	0.32%		
钙的含量/mg	12.59		

(钙含量是指每一百毫升豆浆的含钙量)

#### 2.4 EDTA 法测娃哈哈营养快线钙含量

用 50ml 移液管移取 50ml 样品三份于三只锥形瓶中, 加水 100mL, 加入钙

指示剂 30mg 以及 2—3mL 2mol/L NaOH，加入氨性缓冲溶液，使得 pH 约为 10，用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由酒红色变为纯蓝色即为终点。

编号	1	2	3
样品的体积/ml	50	50	50
EDTA/ml	49.61	49.69	49.39
$n(\text{Ca}^{2+})/\text{mol}$	4.86E-04	4.87E-04	4.84E-04
$c(\text{Ca}^{2+})/\text{mol/L}$	9.72E-03	9.73E-03	9.68E-03
平均 $c(\text{Ca}^{2+})$	9.71E-03		
相对偏差	0.09%	0.26%	-0.35%
平均偏差	0.32%		
钙的含量/mg	38.91		

### 三、社会调查阶段

地点：厦门轮渡码头

时间：7月18日上午

调查内容：

#### 1. 您是否买过补钙药品？

A. 买过（请继续答第 2, 3 题）

B 没买过（请答第 4--11 题）

#### 2. 您考虑过购买补钙药品么？

A 考虑过 B 没想过

#### 3. 您对营养品的看法？

A 不需要 B 不相信补钙营养品的作用效果 C 其他原因

谢谢您的合作！

#### 4. 请问您为什么补钙（多选）

A. 感觉有缺钙症状

B. 觉得这个年龄应该补钙

C. 觉得钙对人体多多益善

#### 5. 您觉得哪一种补钙方式对你更有好处？

A. 多喝牛奶

B. 吃钙片

C. 服用液体钙囊

D. 服用葡萄糖酸钙口服液

#### 6. 您是如何知道补钙药品的？

A 报刊杂志 B 广告宣传 C 朋友介绍 D 网上查询 E 其他途径

#### 7. 市场上的产品很多，您会看重高价格？



A 看中, 价格越高, 产品越好      B 不看重, 主要看中起作用

C 不在乎, 只要适合自己就可以

8. 您是否在购买钙药物时注意到有添加剂 (如维生素 D) 会促进钙的吸收?

A. 是的      B 不是很注意      C 有时注意

9. 您是否喜欢购买同时含有其它微量元素 (如铁锌等) 的钙药物?

A. 是      B. 不是

10. 您是否按药物说明书上的剂量按时服用?

A. 不是, 相对多吃些

B. 不是, 相对少吃些

C. 不是, 感觉缺钙的时候才去吃, 平时不怎么吃

D. 是

11. 觉得补钙前后身体状况有什么差别?

A. 不再有缺钙症状

B. 仍有缺钙症状但较轻

C. 没什么变化

调查结果:

- 85%的参与者认为补钙很重要, 但 74%都不了解补钙产品的成分而盲目补钙
- 参与者普遍对补钙药品的吸收率和毒副作用表示担忧
- 23%的参与者在感觉有缺钙症状的时候进行补钙, 41%的参与者认为自己所处的年龄阶段需要补钙, 但仍有 36%的参与者认为补充营养品多多益善

#### 四、结语

虽然人们生活水准已经有了很大的提高, 然而人们的生活质量并不是表面的那样。我们的实践结果就十分真切的佐证了这一点。由于人们对生理健康知识缺乏了解, 对身体缺什么, 该补什么, 什么时候补, 该补多少, 以及该怎么补了解不够, 加之不少商家夸大宣传, 缺斤少两, 制约了人们生活质量的提高。衷心地希望随着人们文化水平的提高, 社会各团体的正确宣传以及社会法制水平的提高, 这种像现可以得到改变。

#### 参考文献

1. 蔡维平, 基础化学实验 (一), 科学出版社, 2005
2. 李克安, 分析化学教程, 北京大学出版社, 2006
3. 张展, 乳饮料和豆奶中钙的测试分析, 企业标准化 2007, 4
4. 顾树芳、陈海珍、王莉, [加钙食品中钙含量的测定](#). 江苏预防医学 2001, 4
5. 汪宗俊, 正确对待“补钙热”, [家庭医药](#) 2002, 5