

# 化学化工学院化学系 2010 级 无机化学课外实践论文选编



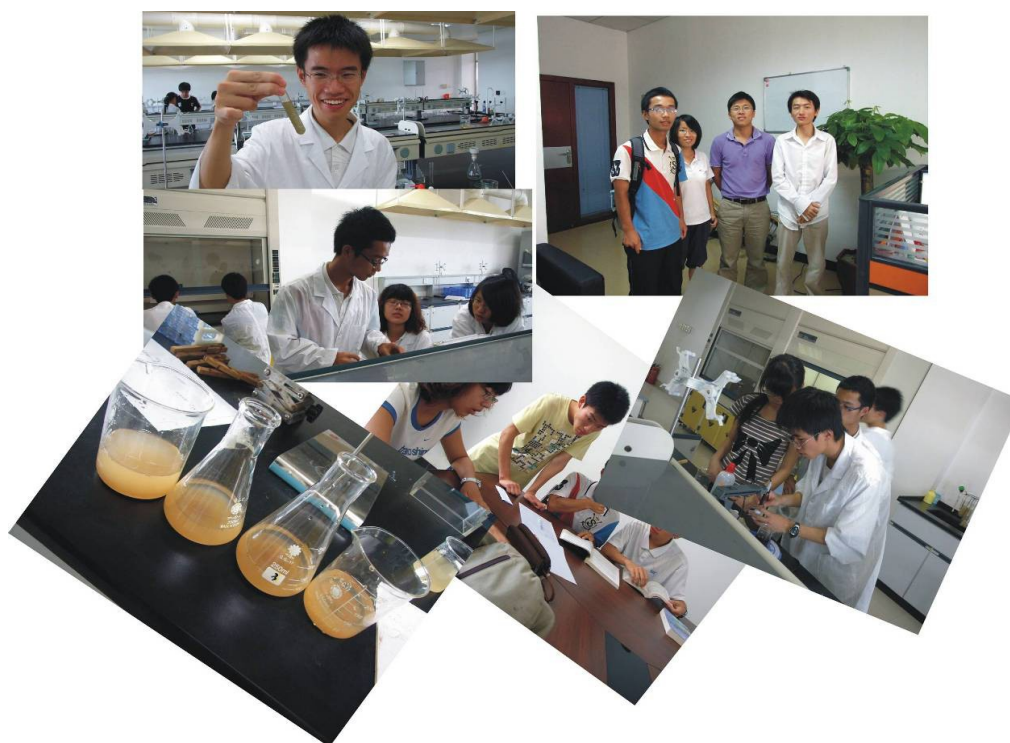
2011 年 7 月



含磷洗衣粉的危害及磷对洗衣粉效果的影响



无机颜料的合成



## 无机絮凝剂的制备



## 由黑钨矿制备钨化合物



## 无机阻燃剂的制备



## 一次性筷子二氧化硫残余量测定



## 水产养殖水质部分项目检测



**食醋中总酸度、氨基氮及游离矿酸含量测定**



## 化学湖湖水中重金属离子的测定

## 目录

|                          |    |
|--------------------------|----|
| 含磷洗衣粉的危害及磷对洗衣粉效果的影响..... | 2  |
| 几种无机颜料的合成.....           | 9  |
| 无机水絮凝剂的制备与实际应用调研.....    | 20 |
| 由黑钨矿制备钨化合物.....          | 34 |
| 无机阻燃剂的合成.....            | 42 |
| 一次性筷子中二氧化硫测定.....        | 50 |
| 水产养殖水质部分项目检测.....        | 69 |
| 食醋中总酸度、氨基氮及游离矿酸含量测定..... | 78 |
| 化学湖湖水中重金属离子的测定.....      | 90 |

# 含磷洗衣粉的危害及磷对洗衣粉效果的影响

组长：李圆凤

组员：王如娇，王珊珊，杨再友，姚旭，李漫书

**摘要：** 文章主要介绍了制作有磷、无磷和 EDTA 洗衣粉的详细步骤以及相关对比实验

**关键词：** 三聚磷酸钠 水体富营养化 4A 分子筛 洗涤效果

## 一、概述

日常生活中，洗衣粉几乎是家家必备的常用品，但是，由于人们意思的薄弱以及生活中大量地使用含磷洗衣粉，这些含磷生活废水进入了江河湖泊，并在水体中富集，使得水体富营养化，促使藻类植物大量繁殖，导致赤潮现象，极大地污染了环境。

此外，医学研究表明，长期使用高含磷、含铝洗衣粉，洗衣粉当中的磷会直接影响人体对钙的吸收，导致人体缺钙或诱发小儿软骨病；用高含磷洗衣粉洗衣服也会烧灼皮肤。如果不能将所洗衣物残留磷冲净，日积月累，衣服当中的残留磷就会对皮肤有刺激影响，尤其是婴儿娇嫩的皮肤<sup>[1]</sup>。

然而，无磷洗衣粉一般以天然动植物油脂为活性物，并复配多种高效表面活性剂和弱碱性助洗剂，因此不仅可保持高效去污无污染，而且对人体无危害。

4A 沸石是一种水合硅铝酸盐-硅铝酸钠晶体，化学式为  $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 27\text{H}_2\text{O}$ ，4A 沸石具有阳离子交换性，且有良好的表面吸附能力，是三聚磷酸钠的 5 倍。4A 沸石作为洗涤剂助剂的作用主要是交换水中钙离子产生软化水、去除污垢和防止污垢再沉积<sup>[2]</sup>。

因此，我们小组决定尝试制作含磷洗衣粉以及用 4A 分子筛和 EDTA 代替磷制作无磷洗衣粉。并对比它们的洗涤效果。

## 二、实验部分

### 1. 4A 分子筛的制备<sup>[3]</sup>

(1) 实验原理  $\text{Al}_2\text{O}_3 + 2\text{SiO}_2 + 2\text{NaOH} + 3.5\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 + 4.5\text{H}_2\text{O}$

(2) 实验用品

[原料]

$\text{SiO}_2$ ：化学纯或分析纯 60 g；

$\text{Al}_2\text{O}_3$ ：化学纯或分析纯 50 g；

$\text{NaOH}$ ：分析纯 50 g；

[仪器]

500 mL 大烧杯\*4；

玻璃棒\*4；

分析天平\*1；

电热板\*1；

水浴锅\*1；  
石棉网\*4；  
酒精灯\*4；  
200 mL 广口磨口试剂\*1；  
蒸发皿\*4；

### (3) 工艺流程

原料——预处理——碱溶（搅拌）——成胶——水热晶化合成——过滤洗涤——干燥——4A 沸石产品

注：沉淀完成后，让生成的沉淀与母液一起放置一段时间，这个过程叫陈化。陈化的目的是使小晶体消失，大晶粒不断长大。使晶粒密实度增大、强度提高。

### (4) 实验步骤

#### 1. 原料处理

[以 120 g 理论产量计]

准确称取  $\text{SiO}_2$  13.7550 g/份\*2 份； $\text{Al}_2\text{O}_3$  11.2125 g/份\*2 份；  
NaOH 25.60 g/份\*2 份；

#### 2. 制备

(1) 配制 2.3 mol/L 的 NaOH 溶液：取 25.60 g/份\*2 份氢氧化钠固体，加入 250 mL 水溶解，最终体积调整为 275 mL 左右，储存待用。

(2) 溶解晶化：取称量好的  $\text{SiO}_2$  13.7550 g 一份； $\text{Al}_2\text{O}_3$  11.2125 g 一份；2.3 mol/L 的 NaOH 溶液一份；将药品置于 500 mL 大烧杯中，搅拌均匀后于电热板上加热至溶解，然后放入 60~70 °C 的水浴锅中恒温加热并不断搅拌使其胶化 2 小时，得到白色凝胶体，然后再升温至 95 °C 恒温加热并搅拌 6 小时，使其晶化。

(3) 成品纯化：将晶化后的浑浊液过滤、洗涤至最后一次洗液 pH 为 9~10。

(4) 烘干：将固体转移至蒸发皿中，用酒精灯加热干燥。冷却后转移入试剂瓶储存。

### 3. 数据记录表

|                              | 一       | 二       |
|------------------------------|---------|---------|
| $\text{SiO}_2$ 质量/g          | 13.7550 | 13.6901 |
| $\text{Al}_2\text{O}_3$ 质量/g | 11.2159 | 11.2157 |
| NaOH 质量/g                    | 26.4    | 26.7    |
| 成品质量/g                       | 38.2    |         |
| 理论产量/g                       | 62.5    |         |

|      |       |
|------|-------|
| 产率/% | 61.12 |
|------|-------|

## 2. 有磷及无磷洗衣粉的合成

### (1) 实验原理

十二烷基苯磺酸钠是表面活性剂，是洗衣粉的洗涤原理，三聚磷酸钠\EDTA\4A 分子筛、碳酸盐为助剂，起辅助作用。

将磨细的  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ，羧甲基纤维素，水质软化剂（三聚磷酸钠等）预先混合均匀，随后加入十二烷基苯磺酸钠，再加入水和硅酸钠溶液，使其成分搅拌均匀，搁置于大烧杯内，老化一天，然后将溶液蒸发至干，取固体研磨至粉末状，用筛子筛过后即得成品。

### (2) 实验用品

#### 【原料】

十二烷基苯磺酸钠 150 g;                      羧甲基纤维素 20 g;  
 三聚磷酸钠 60 g;                               $\text{Na}_2\text{CO}_3$  350 g;  
 $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  120 g;                               $\text{Na}_2\text{SO}_4$  120 g;  
 4A 分子筛 60 g;                               $\text{CaCl}_2$  20 g;  
 $\text{MgCl}_2$  20 g;                                      EDTA 60 g;

注：十二烷基苯磺酸钠，羧甲基纤维素，三聚磷酸钠由自己购买。其余由实验室提供。

#### 【仪器】

托盘天平\*1;                                      研钵\*3;  
 250mL 橡胶塞广口瓶\*3;                      塑料托盘\*3;  
 玻璃棒\*3;                                          1L 大烧杯\*3;  
 筛子（或滤网）\*3;                              电热板\*1;  
 一次性手套\*6 双以上;                          铁架台及铁圈\*3;  
 100mL 小烧杯\*6;                                  250mL 烧杯\*3;

### (3) 实验步骤

#### 有磷洗衣粉的合成

取 240 g 十二烷基苯磺酸钠，三聚磷酸钠 60 g， $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  40 g， $\text{Na}_2\text{SO}_4$  40 g，羧甲基纤维素 4 g， $\text{Na}_2\text{CO}_3$  116 g，分别研细后放置于小烧杯内待用。取塑料托盘，将磨细的  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ，羧甲基纤维素，三聚磷酸钠混合均匀，加入十二烷基苯磺酸钠，混合后转移至 250 mL 大烧杯内，加入 100 mL 去离子水溶解。取 40 g  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ，加少量水调成糊状，将上述混合液均置于塑料托盘内，混合均匀后，放置老化一天。取老化后的溶液适量于 1 L 大烧杯中，用电热板加热至粘稠状后关闭电热板，利用余热蒸干水分，切不可开启电热板，防止洗衣粉分解。

#### 无磷洗衣粉的合成

将上述有磷洗衣粉中三聚磷酸钠分别用 EDTA 和 4A 分子筛替代即可。

然后将三种不同洗衣粉放置于橡胶塞的广口瓶中储存待用。

#### 硬水配制

配置硬度为 8 和 14 两种硬度的水，与去离子水作对照实验。

取 500 mL 去离子水，加入 8 mg  $\text{CaCl}_2$ 、8 mg  $\text{MgCl}_2$ ，溶解，存入试剂瓶中备用。

取 500 mL 去离子水，加入 12 mg  $\text{CaCl}_2$ 、12 mg  $\text{MgCl}_2$ ，溶解，存入试剂瓶中备用。

### 3. 成果对比

分九组对比对比实验：

分别取 50 mL 水和 6 克洗衣粉完成下列实验

| 洗衣效果        | 去离子水               | 硬度为 8 的水           | 硬度为 14 的水          |
|-------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| 无磷洗衣粉       | 一般，pH 为 10<br>泡沫一般 | 一般，pH 为 10<br>泡沫一般 | 一般，pH 为 10<br>泡沫较少 |
| 有磷洗衣粉       | 一般，pH 为 10<br>泡沫一般 | 一般，pH 为 10<br>泡沫一般 | 一般，pH 为 10<br>泡沫较少 |
| 含 EDTA 的洗衣粉 | 一般，pH 为 10<br>泡沫一般 | 一般，pH 为 10<br>泡沫一般 | 一般，pH 为 10<br>泡沫较少 |

### 4、实验反思

从整体上来说，我们的实验还是成功的，虽然一开始的方案设计略有问题，比如加热方法，但经过讨论以及询问老师都可以得到改良完善。

当然，我们的实验还有一些不足：比如未能检测制得的 4A 分子筛的结晶度，但这是由于实验条件的限制，不能提供如 X-射线衍射仪等仪器，所以无法实施。

## 三、社会调查部分

以下是我们小组进行的社会调查

#### 1.问卷调查

我们的问卷分为纸质问卷的发放和网上问卷的发放。具体问卷附后。

#### 2.入户调查

入户调查的对象为漳校外的居民，包括“大茶杯”、“翰林文具”、“客家小吃”、“嚼饺香”以及所有卖水果的阿姨。

#### 3、超市调查

我们对厦门的大型超市和漳校超市里的洗衣粉进行了细致地调查，并对超市里采购的人进行了调查访问。

## 四、总结

从效果上看，含磷洗衣粉与无磷洗衣粉的洗涤效果基本一样，在不同硬度的水中表现

也基本相同。两种洗衣粉几乎无法从外观上直接区分。不同的洗衣粉洗涤过程中产生的泡沫的量以及洗涤时间也没有太大差别。因此无磷洗衣粉在效果、外观、洗涤过程上与含磷洗衣粉几乎一样，但无磷洗衣粉更加环保。

居民与学生对于洗衣粉的效果和品牌比较看重。人们比较看好的洗衣粉品牌主要是立白、奥妙、汰渍、雕牌四种。大多数居民都不知道有磷洗衣粉与无磷洗衣粉的区别及有磷洗衣粉对环境的危害，但由于国家的要求，目前市场上的洗衣粉基本上都是无磷洗衣粉。



- [1]含磷洗衣粉有什么危害. <http://ks.cn.yahoo.com/question/1406032700803.html> .7.14
- [2]金栋. 4A 沸石的合成应用及发展前景.开发指南精细化工原料及中间体.2011 年第 1 期.24 页
- [3][http://www.wcoat.com/news/1/1856\\_2.html](http://www.wcoat.com/news/1/1856_2.html)  
<http://zhidao.baidu.com/question/264435838.html>  
<http://wenku.baidu.com/view/74b15bf77c1cfad6195fa75e.html>  
<http://wenku.baidu.com/view/7564e8a0b0717fd5360cdc99.html>  
<http://wenku.baidu.com/view/85244f80d4d8d15abe234e23.html>

# 几种无机颜料的合成

组长：吴博蔚

组员：陈尧轩、封建林、刘希言、苗馨月、王悦心

**摘要：**通过查阅资料，我们设计了合成红、黄、蓝、绿、紫、白、黑七种颜料的方法并进行实施。实验过程中我们小组不断的改进方法以期达到最好效果。另外我们通过采访艺术系同学来了解丙烯、油画、水粉、国画颜料性质的不同之处。

**关键词：**无机颜料 合成 煅烧

## 一、概述

### 1. 颜料概况

颜料是一种有色的细颗粒粉状物质，一般不溶于水、油、溶剂和树脂等介质中，能分散于各种介质中。颜料从化学组成来分类，可分成无机颜料与有机颜料两大类。几乎所有的无机颜料，都是化合物，常常是复杂的混合物。无机颜料包括各种金属氧化物、铬酸盐、碳酸盐、硫酸盐和硫化物等，如铝粉、铜粉、碳黑、锌白和钛白等都属于无机颜料范畴。天然产物颜料，完全得自矿物资源，如天然产朱砂、红土、雄黄等。合成的如钛白、铬黄、铁蓝、镉红、镉黄、立德粉、炭黑、氧化铁红、氧化铁黄等。颜料的制备方法有许多种，其中相同的工艺是通过精制、磨细和煅烧改变矿物的化学组成。

### 2. 各色颜料简述

#### 1) 红色颜料简述

无机颜料中的红色颜料，主要是氧化铁红。氧化铁有各种不同的色泽，从黄色到红色、棕色直至黑色。氧化铁红是最常见的氧化铁系颜料。具有很好的遮盖力和着色力、耐化学性、保色性、分散性，价格较廉。氧化铁红用于生产地板漆、船舶漆，由于有显著的防锈性能，也是制作防锈漆和底漆的主要原料。将氧化铁红的颗粒磨细到 $\leq 0.01\mu\text{m}$ 时，颜料在有机介质中的遮盖力显著下降，这种颜料称为透明氧化铁，用来制作透明色漆或金属闪光漆，比使用有机染料有更好的保色性。

天然氧化铁中，赤铁矿、褐铁矿和菱铁矿是红色颜料的主要原料，其中最著名的是西班牙氧化物和波斯湾氧化物。西班牙氧化物的颜色偏暗，虽然没有一种氧化铁颜料能够在颜色的光亮和纯度方面与有机红色颜料相比，但是最好的防锈底漆用天然氧化铁。波斯湾氧化物是天然氧化铁红中颜色最鲜艳的，广泛的应用于对光稳定性和色调有较高要求的体系中。

合成氧化铁的生产方法主要有三种：煅烧硫酸亚铁；用硫酸亚铁水溶液和碱反应沉淀

出黄色的氧化铁水合物，灼烧后得到红色的氧化铁；从硫酸亚铁溶液直接沉淀。从淡红到深蓝红色的氧化铁都可以用上述三种方法的任一方法制出。

纯的氧化铁颜料含有 95%以上的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ，杂质含量低，有明亮、鲜艳、持久的颜色，颗粒细，容易润湿，有非常好的遮盖力。可以用旋转炉、倒焰炉以及其它形式的加热炉对硫酸亚铁进行煅烧，温度大于  $480^\circ\text{C}$ 。

## 2) 黄色颜料简述

黄色颜料主要有铅铬黄（铬酸铅）、锌铬黄（铬酸锌）、镉黄（硫化镉）和铁黄（水合氧化铁）等品种。其中以铅铬黄的用途最广泛，产量也最大。世界年产量约 180 kt，中国年产量约 10 kt。铅铬黄的遮盖力强，色泽鲜艳，易分散，但在日光照射下易变暗。锌铬黄的遮盖力和着色力均较铅铬黄差，但色浅，耐光性好。镉黄具有良好的耐热、耐光性，色泽鲜艳，但着色力和遮盖力不如铅铬黄，成本也较高，在应用上受到限制。铅铬黄和镉黄均含重金属，不能用于儿童玩具、文教用品和食品包装的着色。铁黄色泽较暗，但耐久性、分散性、遮盖力、耐热性、耐化学性、耐碱性都很好，而且价格低廉，因此广泛用于建筑材料的着色。

## 3) 蓝色颜料简述

蓝色颜料主要有铁蓝、钴蓝、群青等品种。其中群青产量较大，群青耐碱不耐酸，色泽鲜艳明亮，耐高温。铁蓝耐酸不耐碱，遮盖力、着色力高于群青，耐久性比群青差。钴蓝耐高温，耐光性优良，但着色力和遮盖力稍差，价格高，用途受到限制。

铁蓝由硫酸亚铁、黄血盐（亚铁氰化钾）、硫酸铵反应生成白浆，再以氯酸盐氧化而成。铁蓝为亲水性颜料，与油脂、树脂等介质的亲合力较差，以表面活性剂处理，可改善其亲油、易研磨性能，以铁蓝制成的深蓝色涂料，经曝晒后表面易产生铜光现象。主要用于制造油墨及文教用品。

钴蓝的化学结构大致为  $\text{CoO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ 。含钴颜料耐热、耐化学品、耐光、耐候。不足之处是质地较硬，着色力不高。可用于耐高温工程塑料着色、陶瓷着色、卷材涂料、玻璃着色、长效涂料等。含钴颜料的价格较高，但性能优越。

## 4) 绿色颜料的简述

主要有氧化铬绿和铅铬绿，除此之外还有钴绿、铁绿和碱式碳酸铜。氧化铬绿的耐光、耐热、耐化学药品性优良，但色泽较暗，着色力、遮盖力均较差。铅铬绿的耐久性、耐热性均不及氧化铬绿，但色泽鲜艳，分散性好，易于加工，不过因为含有有毒重金属，使用量正在逐渐减少。钴绿的耐光、耐候、耐热和耐酸碱性能非常突出，还有高的红外反射率，不过质地硬，色泽不太鲜明，着色力和覆盖力一般。

氧化铬绿主要成分三氧化二铬，主要由铬酐、重铬酸钠(或钾、铵盐)与碳或硫磺经高温焙烧而成，颜色从亮绿色到深绿色。多用于陶瓷和搪瓷、橡胶制品、冶金制品、水泥的着色，配制耐高温涂料、美术用的颜料，供配制印刷纸币及有价证券的油墨。它的颗粒硬度较高，可作光学材料和金属研磨用的抛光剂；其光谱反射特性很接近叶绿素，所以能用于军事伪装漆。

铅铬绿并不是一种单独的品种，而是由铬黄和铁蓝或酞青蓝所组成的混合拼色颜料。铅铬绿的颜色鲜艳纯正，价格低廉，应用较广泛，可用于一般性涂料。

### 5) 紫色颜料简述

**钴紫 (cobalt violet)** 是中等深浅明度的紫色无机复合颜料，化学成分为磷酸钴 ( $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2$ ) 或磷酸锂钴 ( $\text{CoLiPO}_4$ )。钴紫耐光力较好，可与各种颜料调合，是紫色中较为稳定的品种。钴紫(暗)为紫色的无定形粉末，难溶于水，不溶于乙醇丙酮，易溶于酸；钴紫(亮)为紫色的无定形粉末，难溶于水，不溶于乙醇丙酮，易溶于酸，作为亮紫色颜料用于油画颜料。钴紫耐热温度为  $450\text{ }^\circ\text{C}$ ，耐光性为 8，耐候性为 5，吸油量  $24.1\text{ cm}^3/\text{g}$ 。

钴紫主要用于耐高温涂料、氟碳涂料，户外高耐候涂料；户外塑料制品，塑钢门窗型材和色母粒等着色工程。

### 6) 白色颜料

白色颜料包括钛白、氧化锌、立德粉等。

铅白的化学成分是碳酸铅，做成油画色覆盖力较好。但铅白有很强的毒性，即使吸入含有铅白的粉尘也会产生严重后果，所以铅白的研磨会给人带来危险。现在生产的白油画颜料多为锌白、钛白或锌钛白。

锌白的化学成分是氧化锌，学名锌氧粉。锌白粉稍轻于铅白粉，比铅白色白，经久不变黄、稳定，干后色层较坚固，但吃油多，覆盖力也没有铅白强，干得较慢，易脆易裂。锌白受热（阳光下直晒）会变成柠檬黄，冷却时则会恢复白色。锌白没有毒性，比铅白显得冷些，有蓝色倾向。

锌钡白俗称立德粉，成分是  $\text{ZnS} \cdot \text{BaSO}_4$ ，是主要的白色颜料，价格便宜，并有提高细度、增加品种等改进。

钛白的化学成分是氧化钛，是惰性颜料，不受气候条件影响，有很强的覆盖力，是近代生产出的颜料。纯钛白颜色干得快，干后容易变黄，所以经常和锌白混合使用。锌钛白既减轻了锌白的易脆性，又改善了钛白单独使用的缺点。钛白和锌白一样具有无毒的优点。锌钛白是目前我国用量较大的白颜料。

### 7) 黑色颜料

黑色颜料包括炭黑、氧化铁黑、石墨等。

氧化铁黑简称铁黑，分子式为  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{FeO}$ ，化学名四氧化三铁，属于尖晶石型。它具有饱和的蓝墨光黑色，遮盖力和着色力均很高，对光和大气的作用十分稳定，不溶于碱，微溶于稀酸，在浓酸中则完全溶解，耐热性能较差，在较高的温度下容易氧化，生成红色的氧化铁。氧化铁黑因遮盖力、着色力强，耐光性能好而应用于涂料行业制漆外，还在油墨、印刷、塑料着色等方面也被应用。

## 二、实验部分

## 1、氧化铁红的制备

### (1) 实验原理

硝酸铅在加热的情况下分解生成氧化铁，但这时氧化铁色泽偏暗，需要在马弗炉中在 590℃以上的高温下灼烧，变成具有鲜红色泽的  $\alpha$ -氧化铁。



### (2) 试剂 九水合硝酸铁

**仪器** 铁架台，铁圈，泥三角，坩埚及坩埚钳，玻璃棒，马弗炉，研钵

### (3) 步骤

①称取 40 g 硝酸铁，放入坩埚。

②用酒精灯小火加热，将水蒸出后用大火加热，一边加热一边用玻璃棒搅拌。注意用坩埚盖遮住防止固体飞溅，并在通风橱中进行，因为有刺激性气味的二氧化氮气体生成。

③待加热完毕后，用玻璃棒将烧结的固体碾碎，并将坩埚转移到马弗炉中在 650 °C 条件下加入 1 小时左右。

④待加热完毕并冷却后，在研钵中将氧化铁研细。

⑤用有机溶剂甘油或丙酮分散。

## 2、铅铬黄、锌铬黄及铬黄的制备

### (1) 实验原理

#### 1) 铅铬黄：

将硝酸铅或醋酸铅与重铬酸钠（或重铬酸钾）、氢氧化钠、硫酸铝等多种原料，按不同配比，不同反应条件，可以制得各种色泽的铅铬黄。取铬酸钾溶液，用硝酸溶液调节 pH 值至 5~9，边搅拌边加入定量的硝酸铅溶液，放置，用慢速滤纸过滤，用水洗涤沉淀，在 105 °C 下烘干，即得到铬酸铅。

#### 2) 锌铬黄：

将氧化锌悬浮在水中，然后加入重铬酸钾和铬酸，即得碱式铬酸锌钾  $\text{K}_2\text{CrO}_4 \cdot 3\text{ZnCrO}_4 \cdot \text{Zn}(\text{OH})_2$  就是锌铬黄颜料。也有用硫酸或盐酸代替部分铬酸的，但生成的硫酸钾或氯化钾，必须在过滤、干燥前彻底洗去。碱式铬酸锌钾可作为柠檬黄颜料，也可同氧化铁红配合制成底漆。另一种锌铬黄是用氧化锌同铬酸进行反应而制得的，又称为四盐基铬酸锌  $\text{ZnCrO}_4 \cdot 4\text{Zn}(\text{OH})_2$ ，多用于制造磷化底漆。

#### 3) 镉黄：

向镉盐的水溶液中加入硫化钠或硫化钠和硒化钠的混合溶液，沉淀出硫化镉黄或硫化镉红，经洗涤、过滤，在转窑（见窑）内经 500~700 °C 焙烧，即得从柠檬黄至橙红色的不同色泽的颜料镉黄或镉红。

**(2) 试剂：** 铬酸钾 50 g 硝酸铅 50 g 2 mol/L 硝酸

氧化锌 50 g 铬酸 30 g 高锰酸钾 20 g

2 mol/L 硫化钠溶液 氯化镉 30 g

仪器： 400 mL 烧杯 100 mL 烧杯 抽滤瓶 布氏漏斗 滤纸 干燥箱 玻璃棒 铁架台 pH 试纸 洗瓶 表面皿 研磨锅 蒸发皿

### (3) 实验步骤：

①取铬酸钾 20 g 与烧杯中，加水溶解，加几滴硝酸调节 PH 在 5~9 之间，边搅拌边加入饱和的硝酸铅溶液，待沉淀完全后，放置一会儿，然后抽滤，将抽滤的产物转移至蒸发皿中，然后用干燥箱干燥即可。（我做了两次。第一次是放在水浴锅上慢慢风干的，另一份是直接干燥箱里干燥的；但前者为橙黄色；后者为淡黄色。）

②取氧化锌 20 g 左右与装有水的大烧杯中，加入几滴重铬酸钾溶液，再加入过量的铬酸溶液直至氧化锌全部消耗。然后抽滤，将抽滤的产物转移至蒸发皿中，然后用干燥箱干燥即可。

③ 取氯化镉 15 g 与烧杯中，加水溶解，边搅拌边加入过量的硫化钠溶液。静置一会儿，然后抽滤，将抽滤的产物转移至蒸发皿中，然后用干燥箱干燥即可。（立刻有黄色沉淀生成。）

### 总结

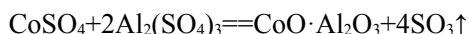
总的来说，实验比较成功，实验的原理步骤都比较简单，主要就是所有产物都含重金属，且因为制得的颜料粉末都比较细，所以要谨防吸入，同时废液要处理好。在抽滤过程中，除了锌铬黄外，其他的颜料都比较细，所以抽滤很慢，建议可以分散抽滤。制备完后，感觉很有成就感，而且着色方面也比较好，分散也比较均匀。但是没有制备出橙红色的颜料，（本来镉黄调节到一定温度会出现镉红）。

## 3、钴蓝及铁蓝的制备：

### 1) 钴蓝的制备

#### (1) 原理：

把钴的硫酸盐和铝的硫酸盐在少量硫酸锌和磷酸的存在下，充分混合，制成炉料，在 300~350 °C 进行脱水，然后再 1200 °C 高温进行煅烧。



(2) 试剂：硫酸铝 ( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ ) ,硫酸钴( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )

仪器：马弗炉，天平，坩埚，研钵，玻璃棒

#### (3) 步骤：

①称取 20 g 硫酸铝，6 g 硫酸钴，研磨，混合均匀。

②配成后可以放在坩埚中在马弗炉煅烧，控制温度 1200 °C，煅烧 3~3.5 h。

③煅烧完毕降温后，研磨。

(4) 总结：由于实验室马弗炉只可加热到 800 °C 左右，最终产品为淡紫色。

### 2) 铁蓝的制备：

(1) 原理：由铁盐与亚铁氰化物或铁氰化物制成的蓝色无机颜料，普鲁士蓝。其主要成分为亚铁氰化铁与亚铁氰化钾的复盐。化学式为  $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3 \cdot \text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$

#### 方法一：

(1) 试剂: 绿矾 ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ),  $\text{SnCl}_2$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ ,  $\text{KClO}_3$

(2) 仪器: 天平, 烧瓶, 水浴锅, 蒸发皿, 烘箱, 研钵, 玻璃棒

(3) 步骤:

① 白浆的合成;

将绿矾溶于水并加入少量的  $\text{SnCl}_2$  (用于还原绿矾中掺杂的  $\text{Fe}^{3+}$ ), 然后用浓度为 25 % 的硫酸将 pH 值调节为 1.5。将定量的亚铁氰化钾装入烧瓶中并加入一定的水搅拌将其溶解, 水浴加热烧瓶到 70 °C, 快速加入硫酸亚铁溶液。当有白浆生成时温度调到 95 °C 以上 (取 98 °C), 热煮 50 min;

② 白浆的氧化得到铁蓝。

然后加入定量的 50 % 硫酸, 酸煮 2 小时; 定量加入氯酸钾氧化, 氧化 3 小时; 当需要加入改性剂时定量加入, 搅拌 10 min 后取出。

③ 铁蓝的干燥。将溶液置于蒸发皿中蒸发, 之后加入适量酒精放入烘箱中干燥, 最后研磨得成品。

(4) 总结: 本次实验共制得两份蓝色颜料, 颜色相近。制备过程中, 在沉淀的干燥方面, 处理的比较不好, 第一次实验时沉淀未经酒精漂洗便直接放入 100 °C 的干燥器中烘干 1 小时, 结果沉淀由蓝色变成蓝绿色; 第二次实验时沉淀经酒精漂洗放入 100 °C 干燥器中烘干 1 小时, 结果效果比第一次实验好很多, 样品干燥而且基本不变色。

方法二:

(1) 试剂:  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$

(2) 仪器: 烧杯, 烘箱, 研钵, 玻璃棒

(3) 步骤: 将 10 g  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  和 5 g  $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$  放入烧杯充分混合, 放入烘箱, 之后用研钵研磨得成品。

(4) 总结: 干燥后的成品掺杂有黄色小颗粒, 初步估计是过量的  $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ 。

#### 4、绿色颜料制备:

1) 氧化铬绿

(1) 原理: 重铬酸钾与还原剂 (硫) 的高温煅烧



(2) 试剂: 重铬酸钾晶体、硫粉

仪器: 研钵、坩埚、马弗炉、坩埚钳

(3) 步骤:

1 取 10 g 的无水重铬酸钾以及 1.5 g 的硫粉, 置入研钵中混合研细。

2 将混合研细的粉末放于坩埚中, 在马弗炉中高温煅烧, 保持恒温 650 °C 左右 3~5 时。

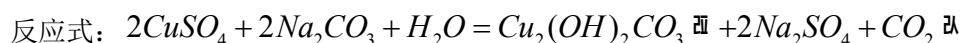
3 将煅烧产物研磨成细粉。

(4) 总结:

反应试剂要充分研细混合再进行煅烧，煅烧是研钵内应保证空气流畅，使用马弗炉要注意安全。产品为稍深的草绿色，颗粒硬度较大，在酒精、甘油以及丙酮中的分散效果都不够理想，遮盖一般。

## 2) 碱式碳酸铜

(1) 原理：在稀的硫酸铜溶液中加入碳酸钠，或将二氧化碳通入氢氧化铜悬浮液中，都可得到碱式碳酸铜沉淀。



(2) 试剂：五水合硫酸铜、碳酸钠（或碳酸氢钠）。

仪器：研钵、400 mL 大烧杯、玻璃棒、抽滤瓶、布氏漏斗。

### (3) 步骤：

1 取 14 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  和 16 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  分别在研钵中研细后再混合研磨。

2 将混合物迅速投入 200 mL 沸水中，快速搅拌并撤离热源。

3 抽滤并洗涤沉淀，将滤饼风干，得到绿色碱式碳酸铜。

### (4) 总结：

反应的温度和溶液的酸碱性会影响产品的颜色和质量，同样步骤利用碳酸氢钠可制出比上述绿色更浅的绿色。试剂加入沸水中应立刻撤离热源，如不及时容易温度过高生成黑色的氧化铜沉淀。碱式碳酸铜在较高温度下分解，产品不能进行烘干处理，产品稍有些吸潮，有一定黏性。

我们在实验过程中，制备相关颜料的物质，有些时候成果并不是那么理想，实验室的老师教导我们说，要本着严谨认真的科学态度，制备出的是什么颜色就是什么颜色。物质呈现的颜色不仅仅与物质本身有关，与其晶型、状态、颗粒大小、颗粒形状等等都有关系。研究人员可以通过扫描电子显微照相分析、X 射线结果分析、能谱、吸收光谱、发射光谱、热重分析和差示扫描量热分析、样品色度色差分析、样品的粒径与粒度分布分析等多种途径衡量颜料的性能。在实验室制备这种颜料与实际颜料的使用还相差了很多个环节，使用有机溶剂作为分散的方式也只能是将制备出来的物质稍作改造。

使用颜料的同学一般不太清楚颜料的成分、物质，只关心那种颜料的颜色、保存时间，比如画一件衣服它能保存多长时间 颜色是不是会褪色之类的。

## 5、钴紫的制备

原理： $8\text{H}_2\text{O} + 4\text{Na}_2\text{HPO}_4 + 3\text{CoSO}_4 = \text{Co}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O} + 2\text{NaH}_2\text{PO}_4 + 3\text{Na}_2\text{SO}_4$

试剂：硫酸钴、磷酸氢二钠

仪器：坩埚、酒精灯、烘箱、马弗炉、研钵、分析天平、抽滤瓶、布氏漏斗、PH 计

### 步骤：

分别称取硫酸钴 6.25 g 和磷酸氢二钠 10.625 g，将硫酸钴溶于 25 mL 40 °C 的热水中，磷酸氢二钠溶于 45 mL 50 °C 的热水中。以硫酸钴溶液加入至磷酸氢二钠溶液中，终点的 pH 值

为8~8.5。【注：得蓝相紫色絮状沉淀】

然后对混合溶液进行抽滤，用50℃热水对沉淀进行漂洗，再用酒精漂洗。干燥，粉碎

【注：研磨后得蓝相紫色细小颗粒状固体】

所得的八水合磷酸钴加入至马弗炉高温煅烧脱水，煅烧温度控制在800℃，煅烧三个小时。温度过高，易于烧结，故炉温不要超过900℃。

【注：灼烧后得棕黑色固体，实验结果不理想】

所得固体冷却后，钵体研磨磨碎的钴紫颜料。分别用乙醇、甘油、戊醇为分散剂分散钴紫颜料。

【注：钴紫颗粒结块，分散效果不理想】

## 6. 白色颜料

(1) 原理：铅白可由氧化铅和醋酸铅在通入二氧化碳的条件下在溶液中反应制得：



(2) 试剂：PbO固体、Pb(Ac)<sub>2</sub>固体、稀盐酸、CaCO<sub>3</sub>固体

仪器：250 mL烧杯两个，100 mL烧杯一个，普通漏斗一个，布氏漏斗一个，抽滤瓶一个，研钵一个，玻璃棒2根，点滴板，滤纸，PH试纸若干，启普发生器一台，铁架台一个，铁圈一个，石棉网一个，酒精灯一个

(3) 步骤：

①混合液的制备

将氧化铅与醋酸铅按质量比约2:3放入500 mL烧杯中用玻璃棒搅拌，并用酒精灯微热。

②制备CO<sub>2</sub>气体

在启普发生器底部加入碳酸钙固体，顶部分液漏斗中加入稀盐酸，待用。

③铅白的制备

在500 mL烧杯中边搅拌边通入二氧化碳气体，同时微热，使其生成乳浊液。然后撤去酒精灯，通二氧化碳直至恢复至室温。

(4) 总结：

铅白的实验看似简单，但在实验过程中问题也出现不少。首先，醋酸铅的和氧化铅固体的比例不易控制，造成产品纯度不高，影响最终产品的颜色。其次，酒精灯撤去时间较晚，可能导致部分产物分解。最后，过滤时由于制得的碱式碳酸铅过细导致其粘附在滤纸上不易刮下导致产品损失。

## 7、黑色颜料

(1) 原理：用硫酸亚铁和氢氧化钠混合在搅拌并且加热的情况下氧化。然后过滤得到胶态四氧化三铁沉淀。取出沉淀放入蒸发皿中，烘干。

(2) 试剂：3 mol/L氢氧化钠，1 mol/L盐酸，绿矾固体，15 %过氧化氢，还原铁粉

仪器：烘箱，马弗炉，烧杯，布氏漏斗，滤纸，玻璃棒，真空抽滤泵，水浴锅，酒精灯

### (3) 步骤:

①取绿矾晶体 7.5 g (要求的浓度为 70 g~80 g), 常温下用 50mL 去离子水搅拌溶解, 加入少量还原铁粉, 5 mL 1 mol/L 盐酸, 然后用 2mol/L 氢氧化钠调节 PH 到是 pH=9~10, 再加入少量还原铁粉, 用水浴锅保持温度 70~80 °C。生成暗绿色的絮状沉淀。

②取 15% 过氧化氢 5 mL, 缓慢滴加, 不断搅拌, 样品逐渐变为黑色。(注意控制过氧化氢的用量, 由于加入的过氧化氢会有大量的分解, 不便于确定过氧化氢准确用量)。

③在水浴锅中陈化 60 min 后取出冷却到室温, 抽滤, 由于氧化铁黑粉末极细, 抽滤过陈特别慢, 约 2 个小时。抽滤后得到块每升状坚硬四氧化三铁固体, 表层含微量还原铁粉。放入马弗炉中 600 °C 左右煅烧 30 min, 取出去除红色氧化铁杂质, 研磨成粉末即制成。

### (4) 总结:

①制得的铁黑粉末较细, 颜色也较接近与产品。

②制出四氧化三铁无磁性。

## 三、社会调查部分

社会调查部分我们通过网络及实际生活中采访艺术类学生的方式, 来探究丙烯、油画、水粉及国画颜料的不同特性。更好的感受不同无机颜料在不同分散剂中的特性。

### 1. 几种颜料总述

**水粉:** 水粉是水粉颜料的简称, 在我国有多种称呼如广告色、宣传色等。属于水彩的一种, 即不透明水彩颜料。由于廉价, 易学易用, 常用于初学者学习色彩画的入门画材, 其用法模拟油画技法。但其干燥后色泽会明显变灰, 使用时应注意。

**丙烯:** 一种化学合成胶乳剂 (含丙烯酸酯、甲基丙烯酸酯、丙烯酸、甲基丙烯酸, 以及增稠剂、填充剂等) 与颜色微粒混合而成的新型绘画颜料, 常用于手绘 T 恤。色泽艳丽, 水洗不掉色, 附着力强。

**油画:** 一种油画专用颜料, 由颜料粉加油 (一般为松节油) 和胶搅拌研磨而成。市场出售多为管装, 亦可自制。油画颜料的基本成分与其它绘画颜料一样由色料、载色剂和某些辅料如塑型剂、稳定剂、缓干剂或催干剂等构成。古代大师所用的颜料粉多来源于土质和矿物质。另一部分来源于植物或动物。油画颜料有毒, 使用时应注意。

**国画颜料:** 一般分成矿物颜料与植物颜料两大类。从使用历史上讲, 应先有矿物、后有植物, 就象用墨先有松烟、后有油烟。远古时的岩画上留下的鲜艳色泽, 据化验后, 发现是用矿物颜料 (如朱砂), 矿物颜料的显著特点是不易退色、色彩鲜艳。植物颜料主要是从树木花卉中提炼出来的。

### 2. 水粉颜料的个性差异

水粉颜料大部分颜色是比较稳定的, 如土黄、土红、赭石、桔黄、中黄、淡黄、橄榄绿、粉

绿、群青、钴蓝、湖蓝等等。水粉颜色的透明色彩种类较少，只有柠檬黄、玫瑰红、青莲等少数几种颜色。

### 水粉颜料的成分

制造水粉颜料需要有各种着色剂、填充剂、胶固剂、润湿剂、防腐剂等结合剂。

着色剂——使用球磨机磨研成极细的颜料粉。

填充剂——主要是各种白色颜料或小麦淀粉等。

胶固剂——糊精、树胶等。

润湿剂——冰糖、甘油等。

防腐剂——石炭酸或福尔马林。

水粉画的填充剂所采用的白色颜料有铅白、锌白、白磁土(钡白)、陶土(高岭土)等。

**铅白**——是纯白色的人造矿物质颜料。纯净的铅白与镉黄以外的其他颜料相混合都是十分耐光与牢固的。

**钛白**——是一种华美的纯白颜料，属人造矿物质颜料。无论单纯的钛白或与其他颜料混合，都是耐光与持久的，但要避免与钴黄、镉黄和洋红相混合，因为一经混合即会变黑。

白磁土——即钡白，是纯硫酸钡，为人造矿物质颜料，具有特别的耐光性和抗衡外部影响的坚固性，与其他颜料混合具有持久而坚固的特性。

**镉白**——是一种稍微偏冷的白色，耐光而持久的人造矿物质颜料。它的严重缺点是色层脆弱缺乏弹性，易龟裂散落；且易吸潮、容热；遮盖力也较薄弱。经过一定的时间后，特别是受了太阳热和潮湿的影响，就会明显地丧失遮盖力，色彩也不纯正，主要作为制造质地及品级较低的水粉颜料的附加物。

### 3. 丙烯颜料与油画颜料相比：

1) 丙烯颜料可用水稀释，利于清洗。

2) 丙烯颜料速干，颜料在落笔后几分钟即可**干燥**。而油画作品往往完成后需等几个月才能上光。

3) 丙烯颜料颜色饱满、浓重、鲜润，无论怎样调和都不会有“脏”“灰”的感觉。着色层永远不会有吸油发污的现象。

4) 油画中的油膜时间久了容易**氧化**，变黄、变硬易使画面产生龟裂现象。而丙烯颜料着色层干后会迅速失去可溶性，同时形成坚韧、有弹性的不渗水的膜，从理论上讲永远不会脆化，也绝不会变黄。

### 4. 水粉颜料与水彩颜料相比：

1) 水彩颜料的深浅是靠调整加水量的多少来控制的，而水粉颜料的深浅则用加白色的多少来调整，白色加得越多，颜色越浅。

2) 水彩颜料湿的时候和干后色彩大体一样，一般不会发生变化。水粉颜料湿的时候明度较低，颜色较深，颜色的饱和度和油画颜料一样很高，而干的时候明度较高，颜色较浅，饱和度大幅度降低。

3) 水彩颜料透明度高,水粉颜色的透明色彩种类较少, 只有柠檬黄、玫瑰红、青莲等少数几种颜色。

## 四、总结

我们组在上课的时候就决定课外实践做这个题目了。因为我们利用这学期学习元素化学的机会, 已经接触了很多种常用颜料, 再加上五彩缤纷的颜色是化学最吸引人的地方之一。但是后来我们体会到: 知道它的成分及合成原理不代表能够顺利的合成出来, 这对我们来说是一个不小的挑战。我们查阅了很多资料, 想要制备的颜料很多, 但受限于实验室的条件, 我们无法做出所有想要做的颜料。于是我们根据自己已有的知识, 对各种颜料的合成都做了一下修改, 删繁就简, 最终确定了适合在实验室合成的方法。

当然, 这之前的工作全是纸上谈兵, 第一次做实验的时候我们就遇到了很多麻烦。实验室的马弗炉最高只有 800 °C, 离要求的 1200 °C 相去甚远, 我们只好选择别的方法来制作; 在酒精灯上加热时, 浆体喷溅的太厉害, 我们只能向其中加入酒精再转移到干燥箱中加热, 当然这是在喷溅了许多次后才从助教老师那里学来的方法; 烘干器只有一个, 但是别的小组也需要用, 我们没法调到合适的烘干温度, 这对产物的影响也很大; 合成出来的钴蓝竟然是粉红的泡泡糖状的粘稠物质。诸如此类的麻烦还有很多, 有些解决的比较令人满意, 但有些仍然悬而未决。经过了三次讨论、实践、发现问题的循环, 我们还是取得了一定得成绩, 几种颜料基本上都制备了出来。这让我们还是小有成就感的。

社会实践部分也让我们纠结了很久, 我们本来是想到颜料厂之类的地方参观, 可是发现厦门没有几家规模比较大的颜料厂。最后没有办法, 只能做这种调查采访同学及艺术系学生的事情了。

在将近一个月的课外实践过程中, 我们小组走过一些弯路, 遇到过一些挫折, 但是通过大家的努力, 还是比较圆满的完成了任务。在我看来, 我们组的组员都有很好的团结合作意识, 都尽可能的为小组贡献力量。在分配任务的时候, 大家都主动要求承担比较繁重的那一份。出现了困难以后, 没有人退却, 而是积极讨论, 出谋划策。最可贵的是大家都格外珍惜这次课外实践机会, 自始至终一直保持着热情与动力。其实结果并不重要, 重要的是在实践过程中所锻炼的能力。从这个角度来说, 我认为我们小组是成功的。

### 参考文献:

- [1]王又凡 谢建成, 湖南化工 锆英石矿粉合成无机颜料的研究, 1991 年第 1 期, 32-34
- [2]朱振峰 王若兰, 中国陶瓷, 自蔓延高温合成无机颜料技术, 2004 年第 12 期, 41-42
- [3]赵彦钊 张博 朱振峰, 玻璃与搪瓷, 合成无机颜料的新技术——自蔓延高温合成, 2005 年第 2 期, 52-55
- [4]李红英 樊红莉, 广东化工, 钒酸铋黄色颜料的合成技术进展, 2010 年第 3 期, 34-35
- [5]曾卓 林元斌, 精细化工中间体, 金属络合有机颜料的研究和开发, 2011, 31 (3), 35-37

## 无机水絮凝剂的制备与实际应用调研

组长：王献策

组员：林凌漂、孙乘杰、杨旭、蒋婕、林静芳、刘璐、江云斌、胡晓铭

**摘要：**无机水絮凝剂是在处理工业废水和生活污水等环保领域普遍应用的化工产品。本实践组尝试了在实验室中使用铝片合成聚合氯化铝、使用废铁合成聚合硫酸铁，并对制得产品进行了效果检验。另外前往厦门辉创水处理科技有限公司和厦门大学漳州开发区污水处理厂对该类产品的实际应用情况进行了调研。

**关键词：**聚合氯化铝(PAC) 聚合硫酸铁(PFS) 污水处理 矾花 脱色

### 一、概述

化学絮凝科学理论和方法的研究一直是水处理的重要研究领域，也是水处理中必不可少的单元操作之一。化学絮凝主要是去除水中由不溶性物质形成的胶体及悬浮颗粒，具有除浊除藻功能；同时具有去除水中有毒有机物、重金属、致病微生物和放射性物质等作用，还可用于污泥脱水。对于某些溶解性物质，可以先采用某些方法将其变为胶体物质，然后再用絮凝法将其除去。另外，在某些情况下，絮凝作用所形成的絮体会将一些溶解性物质吸附于其上而发生吸附性絮凝现象；但想用单一的化学絮凝方法直接去除水中的溶解性杂质，目前还难以取得特别有效的结果。化学絮凝是一种古老的方法，具有较悠久的发展历史。

我国城市污水处理厂常用活性污泥法工艺，絮凝剂在废水处理中具有很重要的作用，它可以用来降低原水的浊度、色度等感官指标，去除多种高分子有机物，某些重金属和放射性物质，它可以自成独立的处理系统，又可以与其它处理单元过程进行组合，作为预处理、中间处理和最终处理过程，而且还常用于污泥脱水前的浓缩过程，以改善污泥的脱水性能。

经过絮凝剂无害处理后的水可以回用。当前国内每年工业用水、城市给水、污水处理需求絮凝剂百万吨；并且絮凝剂可以用废铝或废铁制备，能够促进资源的充分利用。因此研究絮凝剂具有很重要的意义。

聚合氯化铝和聚合硫酸铁工艺简单，可以利用废铝或废铁，价格低廉，效果也相对明显高效。因此，我们小组将其制备作为我们小组的课题。

然而实验室中的工作和学术文献的阅读并不能让我们了解到该类产品在生产环节中的真实角色，我们还从调查的两家单位得到了令人惊异的事实和十分中肯的建议。

## 二、实验部分

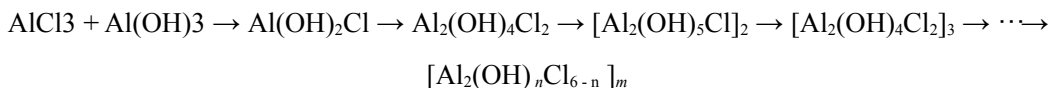
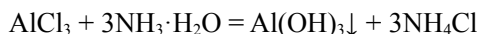
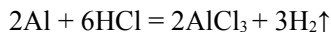
### 1. 实验室中聚合氯化铝的制备

#### (1) 实验原理

聚合氯化铝简称 PAC，其化学通式为  $[Al_2(OH)_nCl_{6-n}]_m$  ( $1 \leq n \leq 5, m \leq 10$ )，是一种新型高效无机高分子絮凝剂。PAC 具有混凝能力强，用量少，净化性能高，适应力强等特点，净化效果是传统净水剂硫酸铝的 3~5 倍。PAC 是介于  $AlCl_3$  和  $Al(OH)_3$  之间的中间水解产物<sup>[1]</sup>。它由单体、二聚体、多聚体及部分聚十三铝( $Al_{13}$ 表示)等铝的羟基配合物组成，其中  $Al_{13}$  即  $Al_{12}AlO_4(OH)_{24}^{7+}$ ；的粒度已鉴定为约 2.5 nm，它们时常结合成线性及枝状的聚集体， $Al_{13}$  的聚集体尺寸通常在几十至几百 nm。由于处于 nm 级的  $Al_{13}$  及聚集体投入水中后可在一定时间内具有稳定性而保持其原有形态，以其较高的电荷及较大的分子发挥电中和及粘接架桥作用，从而取得优良的净水效果。因此  $Al_{13}$  及聚集体被认为是 PAC 中最佳凝集-絮凝成分，其含量可反映产品的有效性。<sup>[7]</sup>经比对多种文献中的制备方法，以及实验室条件和原料所限，为得到较高聚合程度的 PAC，我们决定采用中和法制备聚合氯化铝<sup>[2]</sup>。由于易拉罐已经全部改用钢材，漳州地区又缺乏铝制品加工工业，我们的制备原料不得已采用了实验室提供的铝片。

#### (2) 实验方程式

整个反应中的方程式如下<sup>[1]</sup>：



#### (3) 实验过程

##### (1-a) 浓盐酸稀释<sup>[3]</sup>

量取 25 mL 浓盐酸 (12 mol/L) 于 250 mL 烧杯中，加水稀释至 50 mL。

##### (1-b) 浓氨水稀释<sup>[3]</sup>

量取 40 mL 28% 浓氨水于 250 mL 烧杯中，加水稀释至 100 mL，待用。

##### (1-c) 铝片的溶解<sup>[3]</sup>

称取砂纸除去外层氧化膜并剪碎的铝片 3 g，在另一 100 mL 烧杯内溶解于上述盐酸中。盐酸和铝片分三次加入，每次加入三分之一，待每份反应基本终止后再加入下一份。烧杯应盖上表面皿，反应在通风橱中进行。

##### (1-d) 浓缩聚合<sup>[3]</sup>

待铝片完全溶解后抽滤，滤液平均分成两份。取其中一份在搅拌下滴加 6 mol/L 氨水至 pH 值为 5.0~5.5 (借助精细 pH 试纸测定)，然后进行抽滤。将抽滤后的  $Al(OH)_3$  含水凝胶转移到另一个烧杯中，分散于约 100 mL 95% 工业酒精中，再次抽滤，重复一次，得较干燥沉

淀。将另一份溶解铝液在加热搅拌下加入到盛装  $\text{Al}(\text{OH})_3$  沉淀的烧杯中，至溶液透明，控制溶液体积在 50 mL 以内。把溶液置于 60 °C 恒温下聚合 3~5h，得淡黄色粘稠液体，即为聚合氯化铝溶液液体产品。

#### (1-e) 干燥<sup>[3]</sup>

将聚合后的液体产品取出一半在烘箱中进行干燥，干燥温度控制在 120 °C。约 4 h 后得干燥的淡黄色固体产品，即为聚合氯化铝。此高纯度固态聚合氯化铝极易吸水，需干燥密封保存。

#### (4) 实验数据处理

制得的液体产品约 15 mL，全部用于效果检验。制得固体产品约 5 g，因实验室条件所限，无法在大量吸水之前称量计算产率和保存样品，取约 0.5 g 用于效果检验后将已变为淡黄色糊状的产品弃置。

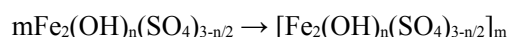
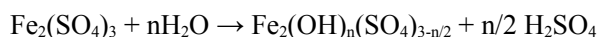
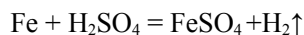
## 2. 实验室中聚合硫酸铁的制备

### (1) 实验原理

聚合硫酸铁（PFS）也称碱式硫酸铁或羟基硫酸铁，是一种无机高分子絮凝剂，简称聚铁，其分子式一般可表示为： $[\text{Fe}_2(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_{3-2n}]_m$ ， $n < 2$ ， $m = f(n)$ 。聚合硫酸铁具有良好的吸附桥架、电中和絮凝性能，絮凝体形成速度快。且密度大，沉降速度快；适用于多种水体，在 pH 4~11 的范围内均能形成稳定的絮凝体，（最佳使用条件 pH 6~9）且基本不改变原水的 pH 值；具有较强的除浊及去除水中 BOD、重金属离子、放射性元素的能力，并具有脱色、除菌、脱臭、脱油等功效；在使用时腐蚀性小，处理后水残存色度低。与其他絮凝剂如三氯化铁，硫酸铝，氯化硫酸铁，碱式氯化铝等相比，聚合硫酸铁生产成本低、投加量少、适用 pH 范围广、杂质（浊度、COD、悬浮物等）去除率高、残留物浓度低、矾花沉降速度快、脱色效果好，因而广泛应用于工业废水、城市污水、工业用水以及生活饮用水的净化处理。生产聚合硫酸铁的原料来源很多，如硫酸亚铁、钢铁酸洗废液、铁泥和铁矿石等，其中以硫酸亚铁为原料的生产工艺简单，条件温和，成品杂质少，品质高<sup>[8]</sup>。为降低成本和达到绿色化学的目的，我们采用废易拉罐为原料<sup>[6]</sup>。

### (2) 实验方程式

整个反应中的方程式如下<sup>[8]</sup>：



### (3) 实验过程

(2-a) 利用废铁制备硫酸亚铁<sup>[11]</sup>：

用砂纸将废铁罐外层漆膜除去，再用剪刀将铁罐的侧面剪成铁条，称量质量为  $m_1$ 。用

过量的 (1+1) 硫酸进行酸溶, 然后盖上表面皿, 发现产生大量气泡, 溶液呈黑色, 放置一周时间。

将所得溶液进行过滤, 得到残渣, 干燥并称重质量为  $m_2$ , 得到清液将其转移至蒸发皿中并加入适量铁粉, 加热蒸发浓缩, 并不断搅拌, 至溶液体积减少至大约原来的二分之一时趁热过滤, 同时将过量的铁粉过滤掉, 下次备用。得到清液冰水冷却, 加入一小块  $\text{FeSO}_4$  晶体促进晶体的生成。生成大量晶体后抽滤, 95% 酒精洗涤, 得到纯的  $\text{FeSO}_4$  晶体并称重质量为  $m_3$ 。

制备硫酸亚铁的数据录于表 1。

表 1 废铁罐制取硫酸亚铁的相关数据

| 废铁质量 $m_1/\text{g}$ | 残渣质量 $m_2/\text{g}$ | $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 质量 $m_3/\text{g}$ | 粗产率 (利用率) |
|---------------------|---------------------|-------------------------------------------------------------|-----------|
| 12.1                | 2.4                 | 17.5                                                        | 80.2%     |

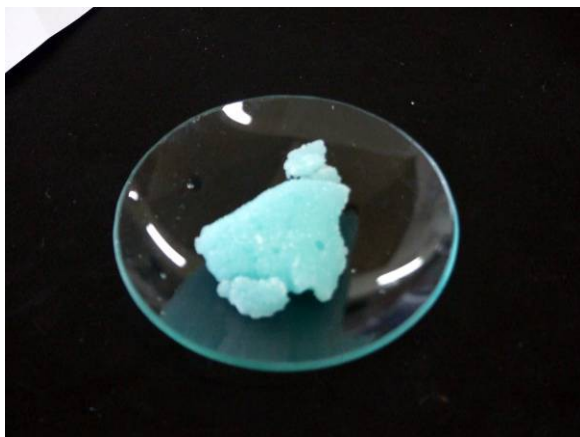


图 1 从废铁罐中制得的硫酸亚铁晶体

#### (2-b) 聚合硫酸铁的制备<sup>[8]</sup>

在 100 mL 烧杯中加入硫酸亚铁的产品, 并加入一滴 98% 浓硫酸和 18.3 mL 的水, 放入 56 °C 的水浴锅中加热, 搅拌溶解。量取 6.2 mL 的 30%  $\text{H}_2\text{O}_2$ , 并逐滴加入烧杯中, 发现溶液由浅绿变成棕褐色, 并产生大量气泡。加完后水浴加热 1h。

得到  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  胶体, 加入 1.7 mL 98% 浓硫酸, 并用饱和碳酸钠溶液调  $\text{pH}=1$ , 在磁力搅拌器上搅拌聚合 2 h。

得到红棕色粘稠液体, 等分成两部分, 一份作为液体产品, 一份放置在 120 °C 的烘箱中烘干 5 h 得到淡黄色固体产品。

#### (4) 实验数据处理

实验制得 30 mL 液体产品。由于实验时间和实验条件所限, 无法准确得到液体产品的浓度和聚合情况, 仅从外观上看符合文献要求的高聚形态。而制得的约 5 g 固体产品其称量产率没有意义, 从外观上接近商品聚合硫酸铁产品。而实验发现从废铁罐中制取硫酸亚铁的产率十分理想, 其成本取决于硫酸用量。

### 3. 实验室制得产品与商业样品净水效果的联合检验

#### (1) 实验原理

所有水絮凝剂对水中污染物的混凝作用均是电荷吸附和多孔结构裹挟的物理变化过程，影响混凝效果的因素有污染物种类、污水 pH、絮凝剂投加量等。实际应用中检测部门和污水处理者主要以 SS（颗粒度）、BOD（生物需氧量）、COD（化学需氧量）等指标检验污水处理效果。限于实验时间和实验条件，我们主要以目视对比矾花大小、沉降速率和清夜颜色深浅的方法评判污水处理效果即絮凝剂性能。对目视观察清夜对比不易分辨的，采用紫外-可见分光光度计测量具体差异。检测用污水为人工配制的粘土悬浊液和实验室废液。

#### (2) 实验过程

##### (3-a) 粘土悬浊液的配制

从实验室草坪取 30 cm<sup>3</sup> 粘土，每 10 cm<sup>3</sup> 加 400 mL 水，倾析弃去底部较大颗粒物，以搅拌时底部不出现明显沉淀为准。

##### (3-b) 实验室废液的取用

从实验室废液桶中倾出 100 mL 橙色废液，加 300 mL 水稀释，目测其内部含有大量不溶性染料颗粒、重铬酸根、钛钒铬锰铁钴铜等金属离子。

##### (3-c) 自制聚合氯化铝对粘土悬浊液的净化效果对比

实验室制得两种聚合氯化铝液体产品：

聚铝一号——聚合阶段依文献加盐酸和氨水强行将  $\text{Al}(\text{OH})_3$  混悬体系 pH 调制为 6.0~6.5，对  $\text{Al}(\text{OH})_3$  凝胶做加热处理烘去部分水分，所得略有白色浑浊的粘稠液体；

聚铝二号——按照前述改进的制备方案制取，所得为淡黄色粘稠液体。

分别取两种聚合氯化铝液体产品 1 mL，稀释至 10 mL，加入 90 mL 粘土悬浊液，用力搅拌后静置。另取 90 mL 同时配制的粘土悬浊液加 10 mL 水搅拌后同时静置。

所得目视对比结果如表 2。

表 2 两种自制聚合氯化铝的目视对比效果（静置 20 min）

| 产品名称           | 参照          | 聚铝一号                 | 聚铝二号               |
|----------------|-------------|----------------------|--------------------|
| 生成矾花/清夜浊度/沉降情况 | 无矾花/浑浊/粉状沉淀 | 未见明显矾花/较参照液浊度略轻/粉状沉淀 | 未见明显矾花/浊度明显减轻/胶状沉淀 |



图 2 为静置 20 min 后所得沉降效果实物图。

图 2 从左至右依次为参照液、加入聚铝一号、加入聚铝二号、商品固体工业级聚合氯化铝( $\text{Al}_2\text{O}_3 \leq 23\%$ )每

100 mL 粘土悬浊液投加 0.3 g。明显可见清液浑浊度呈梯度下降。

为了确定两种产品的品质差异，取参照液清液、聚铝一号净化水清液、聚铝二号净化水清液使用紫外-可见分光光度计测定吸光度和透射率<sup>[4]</sup>，同时使用精细 pH 试纸测定了三种液体的 pH 值。从表 3 所列数据可得，聚铝二号一经投入，能自发强烈地降低被处理水的 pH，使浑浊度明显下降，是所需的理想产品，选择该产品烘干制取固体。事实证明文献所载制法可以进一步改进。但是同时应该看到的是，实验室制取该产品时聚合时间不如工业品，在聚合度和净水效果上还不如商品聚合氯化铝。

表 3 自制产品分光光度法检验净水效果对比 ( $\lambda=420\text{ nm}$ )

| 产品名称  | 参照    | 聚铝一号  | 聚铝二号  |
|-------|-------|-------|-------|
| pH    | 6.0   | 3.5   | 3.0   |
| T (%) | 31.4  | 38.5  | 61.8  |
| A     | 0.502 | 0.413 | 0.206 |

#### (3-d) 聚铝二号投加量对实验室废液净化效果的影响

由实验 (3-c) 知自制产品与商品尚有差距，而实验室废液的离子浓度较粘土悬浊液更大，因此我们采取加大投加量的方法测试产品性能。

取 1mL 液体聚铝二号稀释至 10 mL，将 5 mL 稀释液与 5 mL 实验室废液于试管中混合；另取 0.5 g 已吸水的固体产品溶于 5 mL 水中，与 5 mL 实验室废液混合；再取 5 mL 实验室废液稀释至 10 mL。三试管均静置 20 min。表 4 是目视可见的效果差异情况。我们可以发现虽然加大投加量最终可能得到理想的矾花，但是聚合氯化铝的脱色能力还是十分有限的。另外加大投加量所得到的效果与成本控制是一对矛盾。

表 4 聚铝二号投加量对净化效果影响的目视比对 (静置 20 min)

| 投加量       | 空白对照     | 1/10 体积分数液体产品       | 0.5 g/10 mL 固体产品          |
|-----------|----------|---------------------|---------------------------|
| 生成矾花/清液颜色 | 无矾花/为深橙色 | 有细小矾花/颜色与对照<br>基本相同 | 生成粗大矾花并沉降/橙<br>色明显变浅但远未脱色 |



图 3 是不同投加量对净化效果影响的实物图。

图 3 中间试管为空白对照，左侧为加入液体产品后因产生矾花而色变暗的液体，右侧为加入固体产品得到的粗大矾花和较清亮的清液。

### (3-e) 商品聚合氯化铝的净水效果验证

我们从调研对象之一厦门辉创水处理科技有限公司采集到了商品聚合氯化铝样品：

工业级 PAC( $\text{Al}_2\text{O}_3 \leq 23\%$ )——土黄色细粉末；

饮用水级 PAC( $\text{Al}_2\text{O}_3 \leq 31\%$ )——淡黄色细粉末。

为了验证商品级产品的优异性能，我们进行了如下实验：

两份 200 mL 实验室废液加分别加入 0.5 g 两种商品 PAC；两份 100 mL 粘土悬浊液加分别加入 0.3 g 两种商品 PAC。污水加入 PAC 后均静置 20 min，同时静置参照液。

表 5 反映了纯度不同的商品 PAC 的净水效果也明显不同，同时说明该商品虽然性能较自制产品优异，但是对粘土悬浊液的混凝沉降作用和实验室废液的脱色作用也是很有限的。

表 5 两种商品 PAC 分别处理两种污水的目视比较（静置 20 min）

| 样品类别    | 参照                   | 工业级 PAC               | 饮用水级 PAC                 |
|---------|----------------------|-----------------------|--------------------------|
| 处理实验室废液 | 略有自然沉降，呈浓厚<br>浑浊橙色   | 形成粗大矾花沉降，液<br>体颜色明显变浅 | 形成粗大矾花沉降，液<br>体颜色清亮但仍为橙色 |
| 处理粘土悬浊液 | 自然沉降出现粉末状沉<br>淀，清液浑浊 | 形成细小矾花沉降，清<br>液清亮     | 形成细小矾花沉降，清<br>液清亮且优于工业级  |

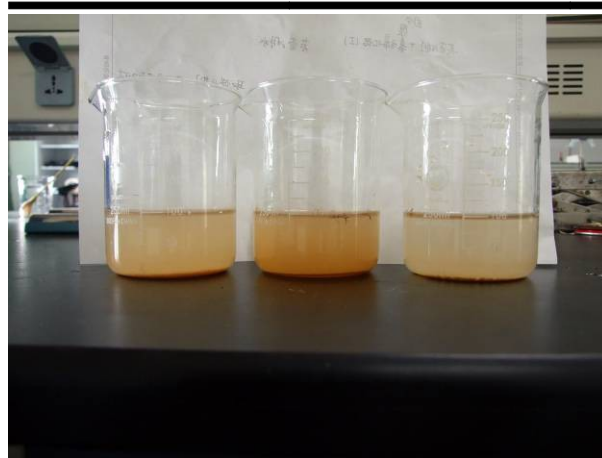


图 4 中为实验室废液参照，左为加入饮用水级 PAC，右为加入工业级 PAC。



图 5 中为粘土悬浊液参照，左为加入工业级 PAC，右为加入饮用水级 PAC。

### (3-f) 自制聚合硫酸铁的净水效果的检验

由实验 (3-c)、(3-d)、(3-e) 得聚合氯化铝在正常投加量下聚合氯化铝对所验证的两种污水的净化效果是有限的，唯一的优点是聚合氯化铝对污水的 pH 要求不高，且在正常投加量下即可自适应。

自制的聚合硫酸铁从外观上看纯度较高，但是根据文献要求应在使用时控制污水的 pH 为 7~9，为了具体检验效果我们进行了如下实验：<sup>[9]</sup>

取三个烧杯分别加入 50 mL 的实验室废液（浑浊橙色液体），分别用碳酸钠固体调 pH≈7，再分别加入 3 mL 去离子水、3 mL 自制聚合硫酸铁液体产品、3 mL 含 0.1 g 饮水用级 PAC 的稀释液，静置 15 min。观察效果，取静置后的清液用紫外-可见分光光度计测定吸光度和透射率，结果见表 6。

表 6 自制聚合硫酸铁净化实验室废液的目视对比效果和分光光度结果（静置 15 min， $\lambda=600\text{ nm}$ ）

| 产品类别         | 空白对照       | 自制 PFS             | 饮用水级 PAC           |
|--------------|------------|--------------------|--------------------|
| 初投加目视效果      | 浑浊橙色液体     | 逐渐有细密橙色矾花出现，并且开始沉积 | 立即出现大量粗大橙色矾花，并开始沉积 |
| 静置 15 min 结果 | 略有自然沉降，仍浑浊 | 分成棕黄色清液与棕黄色沉淀两层    | 分成橙黄色清液与棕黄色沉淀两层    |
| T (%)        | 26.3       | 93.1               | 98.6               |
| A            | 0.578      | 0.033              | 0.008              |

使用同样条件测试对人工粘土悬浊液的混凝效果。鉴于由表 4 得到的自制硫酸铁的性能优异，商品组使用采集的阳离子聚丙烯酰胺(PAM)样品，使用 3 mL 的 0.5 g/100 mL 溶解液数据列于表 7。

表 7 自制聚合硫酸铁净化粘土悬浊液的目视对比效果和分光光度结果（静置 15 min， $\lambda=440\text{ nm}$ ）

| 产品类别    | 空白对照   | 自制 PFS     | 阳离子 PAM              |
|---------|--------|------------|----------------------|
| 初投加目视效果 | 浅褐色浑浊液 | 有大量墨绿色矾花出现 | 液体中开始结成棕褐色小块，并沉积在液体试 |

| 样底部          |                                |                     |                      |
|--------------|--------------------------------|---------------------|----------------------|
| 静置 15 min 结果 | 自然沉降，底部有少许<br>粉末状沉淀，清液仍然<br>浑浊 | 分成近透明清液与墨绿<br>色固体两层 | 底部有许多棕色小球块，<br>清液近透明 |
| T (%)        | 7.2                            | 60.5                | 76.0                 |
| A            | 1.135                          | 0.221               | 0.120                |

从表 6 和表 7 的目视效果和分光光度数据可得，自制聚合硫酸铁的效果非常理想<sup>[10]</sup>，T 值和 A 值和原液相差很大，而和商品 PAM 样品效果很接近，尤其在处理两种对象污水的效果上优于聚合氯化铝产品。但是在预实验等试探过程中发现污水的 pH 如低于 6 会令使用效果大打折扣<sup>[5]</sup>。因此推荐在碱性污水中使用本产品<sup>[4]</sup>。另外过度加大投加量会使清液着色<sup>[5]</sup>。



图 6 从左至右依次为实验室废液原液、投加自制 PFS、投加饮用水级 PAC

### 三、社会调查部分

#### 1.对无机水絮凝剂的销售方的采访

##### (1) 调查目的

通过访问絮凝剂的生产及销售厂商，了解絮凝剂的种类、市场行情、使用方法、使用效果等，并取回多种絮凝剂样品。

##### (2) 调查内容

调查时间：2011 年 7 月 8 日上午；

调查地点：厦门辉创水处理科技有限公司；

调查对象：公司的负责人柳总；

调查方法：围绕预先准备的调研问题灵活提问，忠实记录产品演示；

调查人：杨旭、孙乘杰、林静芳；

调查分工：杨旭主要负责提问、记录、拍照，孙乘杰主要负责提问，林静芳主要负责记录。

前言：厦门辉创水处理科技有限公司是一家集研发、生产和销售水处理药剂；设计、施工及运营管理水处理工程；代理销售国内外先进的水处理药剂、设备、控制仪表等专业服务的综合型科技公司。我们希望通过这次访问，了解目前絮凝剂的市场、了解不同絮凝剂的种类、价格、使用方法、使用效果等。

调查结果：

（1-a）在水处理这一行业的基本工作流程及絮凝剂使用受哪些标准和成本的制约：

首先要确定主要污染源，根据污染源选择处理方法及处理所用的药品。若污染源主要是有机物和易致水体富营养化的氮磷等，则先用预培养的微生物进行处理，再通入沉降池进行沉降，最后将沉积物压缩至泥块。若污水呈强酸性（如电镀废水），则必须先进行中和，再处理。

一般来说，在水处理行业，客户企业完全是寻求排放标准和净水成本的平衡。比如，对于只需要通入城市污水管的厂家来说，只需要达到三级的标准，而要想排入明渠，就必须达到一级。因此厦门地区严格的监管力度是水处理行业良性发展的重要保证，也保证了像辉创这样的水处理科技公司的产品销路。现在大多数的污水处理是 PAM 与 PAC 混合使用，因为单用 PAC 的话，不能达到排放标准，单用 PAM 的话，成本又太高。（终端客户价格：PAM 为国产 2 万/吨，进口有更高聚合度和纯度的 4 万/吨；PAC 质量较均一，为 2000-4000/吨）而这两种混凝剂又是对污水选择性比较低的，普适性好，销量最大。

（1-b）该公司销售的絮凝剂主要有哪几种：

该公司主要采取合作生产和代理销售的经营方法，不参与生产细节。主要产品有：聚合氯化铝、FT 高效脱色剂、锅炉水处理剂和冷却水处理剂等；酸碱类、混凝剂、高分子絮凝剂等水处理剂。

（1-c）不同絮凝剂的使用效果：

该公司负责人为了向我们解释各种絮凝剂的使用效果，特意现场演示了不同絮凝剂的使用。第一组是加了 250 mL 印染废水、3 滴 FT 高效脱色剂（铁-镁-铝-钙盐无机高分子聚合物）<sup>[4]</sup>；另一组则加入 250 mL 印染废水、1 mL 2% 饮用水级 PAC 水溶液。分别搅拌，结果是第一组仅仅 10 多秒，就出现了絮状沉淀，第二组则用了更长时间，且第一组处理过的污水颜色明显比第二组浅。

无机高聚物絮凝剂分子结构较脆弱，本身也可能影响水质指标，其投加量与净水效果呈驼峰状曲线。而 PAM 产品的混凝效果较稳定，因其在水中维持固有高分子结构的能力更强。因此在实际应用中通常先使用脱色剂混凝染料微粒，再使用 PAC 等形成粗大矾花，最后用 PAM 等吸附矾花沉降。



图 7 左为印染废水加入 FT 高效脱色剂，右为印染废水加入饮用水级 PAC。

#### (1-d) 生产絮凝剂的原料有哪些，分别来自哪里？

目前，国内生产的 PAC 的生产地主要是河南。因为河南有丰富的铝土矿资源。厦门地区仅有蓝保（厦门）水处理科技有限公司在集美北部工业区设立的生产点，近期也计划迁往河南，因为产地的原料价格优势已经压倒了运输和贮藏的成本。

#### (3) 小结

这次的访问除了在找该公司时由于对厦门地理信息不熟悉出现了点小麻烦外，总体上来说是比较顺利的。该公司的负责人对我们一行很热情，对我们也尽可能详细地解疑答惑。通过这次访问，我们了解的絮凝剂在生产上的应用并不是像我们实验室里一样不计成本，为了压缩成本，必须考虑絮凝剂原料成本、根据不同排放标准使用不同絮凝剂以及不同絮凝剂的配合使用。另外单一使用一种絮凝剂也确实达不到去除组成复杂的污染物的目的。

## 2.对无机絮凝剂使用方的采访

### (1) 调查目的

通过调查污水处理厂，获取该厂在絮凝剂的使用方面的信息，了解絮凝剂的价格、作用、使用方法、使用效果等等，如有可能则取回少量絮凝剂样品及污水样品。

### (2) 调查内容

调查时间：2011 年 7 月 8 日下午；

调查地点：厦门大学漳州开发区污水处理厂；

调查对象：该厂的工作人员；

调查方法：参观、听取讲解辅以提问；

调查人：王献策、江云斌、刘璐；

调查分工：王献策主要负责提问，刘璐主要负责记录，江云斌主要负责拍照；

前言：厦门大学漳州开发区污水处理厂处于厦门大学漳州校区外，专门处理漳州校区的生活污水，在处理过程中有絮凝剂的应用。

调查结果：

(2-a) 污水处理厂的工作流程：

污水从进水口进入到提升泵，包括混合液泵、淤泥回流泵；然后到供氧的螺旋风机，到污泥浓缩池进行脱泥排泥（这里用到了有机高分子絮凝剂）；之后进入生化池，使用聚合氯化铝消泡，沉降好氧池里的污泥；将水引至二沉池，此时的污水已经基本干净了，最后由出水口流出排入海中，同时出水口与化验室相连，检验水质得出数据，确保污水不污染海水。

（2-b）絮凝剂的具体使用情况：

污水处理厂使用的絮凝剂很少，相比之下自来水厂使用比较多。该厂只在污泥浓缩池中使用了有机高分子絮凝剂用于脱泥，在生化池中使用了聚合氯化铝用于消泡。其他地方都没有用到絮凝剂。该厂应用的聚合氯化铝价格大约是 2000 元/吨，有机高分子絮凝剂的价格约为 2000 元/包（每包 25 kg，即 80000 元/吨）。而两者的使用方法都是由机器调节混合速率，因此具体的配比不详。但在化验室中小试聚合氯化铝的浓度与沉降速率的关系时，是在 1000mL 水中溶解约 3 g 聚合氯化铝，得到稀溶液，然后分次加入到污水中，约两分钟反应完全，静置后絮凝胶体颗粒沉降，达到净水的效果。

（2-c）索取样品：

该厂的工作人员告知我们这里的污水大多都是生活污水，测试絮凝剂恐难以产生显著效果，建议我们用河水，或者是湖水加入本地红土，自制污水，测试时才能看到更好的效果。

### （3）小结

总体来说，我们有调查到关于絮凝剂实际应用的信息，但是信息量不多。我们咨询到聚合氯化铝的价格为 2000 元/吨，与销售方的信息是相符的，使用时配制浓度约 0.3 % 的稀溶液，大约 2 min 就可以反应完全。而 2000 元/25 kg 的有机高分子絮凝剂应该是类似 PAM 的高聚物（考虑到包装成本和单价）。絮凝剂在生活污水处理方面起到的作用并不是很大，在自来水厂用得更多，并且效果也很明显。

## 四、总结

本组的实验经历除前文实验部分正式给出的两种制备方法和多个效果验证实验之外，还经历了多次重大实验失败，也因此导致了实验进度滞后、组员积极性不高的不良影响。

在查阅文献的过程中我们得到的第一种中和法制取聚合氯化铝的制法<sup>[1]</sup>，其采用 15 mL 6 mol/L 盐酸溶解 3 g 铝片，金属铝与质子的摩尔比接近 1:1，而要想达到铝片完全溶解的目的该比例必须扩大到 1:3，第一次分三组的平行试验均只溶解了三分之一的铝片，更印证了该文献的纰漏之处。而铝片若不能完全溶解就会直接导致聚合用溶液中铝的浓度不足无法完成聚合。

第二次分三组的平行试验中将盐酸用量扩至 45-50 mL，然而溶解过程中的放热既有提高反应速率的可能，也有使 HCl 挥发降低反应速率和反应效率的作用。经实验证明，分三次

加入反应物既可有效利用反应放热在较短的时间内（约 20 min）完成铝片的溶解，且由于水溶剂的沸腾，最后得到的液体体积也较小（约 30 mL）。相应的如果过分担心 HCl 挥发而向全体积盐酸中缓慢加入铝片会大大拖长反应时间（约 60 min），反应不完全的部分还需额外加热增加成本。

中和过程中文献要求调 pH 至 6.0-6.5<sup>[3]</sup>，而这要求使用非常大体积的反应溶液才能达到固液共存的效果，会造成极大的浪费。事实上为了达到铝浓度足够的目的应该控制氢氧化铝凝胶的含水量。另外实验室不能提供长于 8 小时的聚合时间，这就对溶液中铝的浓度有更高要求。在改进的制法中调 pH 约为 5.0、出现大量凝胶后即进行抽滤，随后用工业酒精吸去凝胶中的水分才保证了制得产品的成功，也有效缩短了聚合时间。

由此可见即使是被反复引用的文献<sup>[2]</sup>也是值得商榷的，任何实验方案的提出必须经过定量重建。

在聚合硫酸铁的制备过程中也遇到了类似的情况。首先文献中使用氯酸钾固体等物氧化硫酸亚铁<sup>[10]</sup>，但是这样制得的产品杂质较多，均一程度也不易控制，原子利用率也不高<sup>[11]</sup>。我们采用浓双氧水溶液则取得了良好效果<sup>[8]</sup>。

而硫酸铁聚合的过程中文献报导应在尽可能高的 pH 下进行，但在实际操作中发现受搅拌速率的限制，若 pH 调整到 2 以上硫酸铁会直接转为氢氧化铁沉淀而非聚合物<sup>[10]</sup>。

聚合硫酸铁的性能测试过程中倒是验证了 pH 与絮凝强度的关系<sup>[9]</sup>。

我们还做了许多试探性实验，但是因为实验室不能提供完备的定量检测条件，实验时间也不允许，所以在把有完整参照的实验现象整理记录之后，不得不弃去很多不适合用于论文结论的部分。当然，这与实验方案的设计混乱也有关系。这给我们提出了一个改进方向，即将试探性实验做系统安排，随时可以加入完整参照。

在三次自主实验的过程中，我们认识到完整系统的实验方案、忠实可靠的数据记录是实验室工作高效率、高产出的保证。同时文献与事实的偏差也迫使我们发展了重建和改进原始方案的能力。需要吸取教训的是实验失败对团队合作精神的严重打击，团队的领导人物尤其需要将负面情绪引导至对问题本质的分析和解决上，决不能纵容团队内部互相推诿责任。

在社会调查上，我们发现实际与理想的调查对象交流是最简单的部分，更有挑战性的是如何寻找可能的调查对象。由于本组人员没有厦漳本地人士，投石问路基本上是不可行的。因此调查的第一步是网上信息的收集。网络上只要检索条件设置得当，可以得到大量专一信息，但是与之俱来的是信息的真实性和准确性的不确定。因此我们总结得出经验，凡是涉及到调查对象的名址信息，一定要查看信息更新时间和版权有效期，且同一信息要有多家网站相互佐证才可核实。

得到了基本属实的信息之后，需要进一步圈定电话联系的范围，集美、杏林、同安等地的企事业单位因路途遥远全部舍弃。最后要在电话中得到负责人的首肯、敲定采访时间，如不能保证采访时间的即行放弃。按照如此流程确定为调查对象的厦门辉创水处理科技有限公司其联系成本仅为不足 30 min 的省内长途电话费用。与此相对的，确定厦门大学漳州校区

污水处理厂做调查对象的过程相对盲目，消耗了数十通长途电话。

总的来说，通过本次实践课程的自我学习，我们的团队虽然没有制备和保存完美的产品，但是已经对严谨的实验规程和预判性的调查策略的威力有了深刻体会，也积累了与他人合作的经验。相信本课外实践的经历对我们将来参与科研活动抑或其他创新性工作都有十分宝贵的价值。

### 参考文献

- [1]张红梅，常宏宏，李彦威，魏文珑，聚合氯化铝絮凝剂的制备，太原理工大学学报，2003 年，第 34 卷（第 6 期），741-743。
- [2]潘碌亭，束玉保，王键，吴蕾，聚合氯化铝絮凝剂的制备技术研究现状与进展，工业用水与废水，2008 年，第 39 卷（第 3 期），21-25。
- [3]刘春涛，马荣华，李莉，废弃铝箔制备高效净水剂及其应用，水处理技术，2002 年，第 28 卷（第 6 期），350-351。
- [4]谷庆宝，李发生，解建伟，孙体昌，铁-镁-铝无机复合脱色絮凝剂的制备与应用研究，化工环保，2004 年，第 24 卷（第 4 期），301-304。
- [5]王振芳，吴俊森，曹成波，张长桥，聚合硫酸铁在粉丝废水中的混凝效果研究，<http://www.chinacitywater.org>，2011 年 7 月 5 日 17:13。
- [6]张警声，王淑英，唐正霞，用工业废渣研制聚合硫酸铝铁絮凝剂，中国给水排水，2002 年，第 18 卷（第 2 期），69-70。
- [7]初永宝，高宝玉，岳钦艳，王燕，刘玉真，孔春燕，聚合氯化铝中纳米  $Al_3$  形态的分离纯化及形态表征，环境科学，2004 年，第 25 卷（第 5 期）75-79。
- [8]梁美东，阳铁建，喻文凯，聚合硫酸铁合成条件的研究，企业技术开发，2009 年，第 28 卷，22-23。
- [9]刘峙嵘，方裕勋，徐琼，朱霞萍，邹根平，聚合硫酸铁合成及性能测试，化工时刊，2003 年，第 17 卷（第 8 期），35-37。
- [10]侯曼玲，卫艳新，武战，刘浩，曹放明，高分子铁盐絮凝剂制备及其应用研究，化学推进剂与高分子材料，2003 年，第 1 卷第 4 期，1-4。
- [11]陶颖，硫铁矿烧渣制备聚合硫酸铁工艺评述，化工环保，2000 年，第 20 卷（第 5 期），25-27。

# 由黑钨矿制备钨化合物

组长：肖羽微

组员：戴建辉、戴俊伟、林国辉、刘庆龙、莫翊、许文婷、张路伟、周拙恒

**摘要：**钨是一种稀有元素，在工业和生活上有广泛的用途。钨的化合物主要从黑钨矿中提取。黑钨矿又称钨锰铁矿，主要由  $\text{FeWO}_4$  和  $\text{MnWO}_4$  组成。由于钨硬度大、熔点高、抗腐蚀性，所以经常被应用在灯丝、刀具、钻头等方面。

**关键词：**黑钨矿 钨化合物 厦门钨业 硬质合金

## 一、概述

黑钨矿是提炼钨的最主要矿石，它也叫钨锰铁矿。由于含有不同比例的铁钨酸盐和锰钨



图1

酸盐，所以如果含铁量高一些就叫钨铁矿，含锰多一些就叫钨锰矿。黑钨矿为褐色至黑色，具有金属或半金属光泽。一般它与锡矿石同产于花岗岩和石英矿中。黑钨矿产于高温热液石英脉中(图 1)<sup>[1]</sup>。由黑钨矿经过分解，净化，再分解等一系列过程可以制得  $\text{WO}_3$ ，从而进一步得到其他钨的化合物，如十二钨磷酸，钨蓝， $\text{WS}_3$  等。

厦门钨业是目前世界上规模最大的钨冶炼生产厂商，拥有年产仲钨酸铵 10000 吨的能力，主要钨产品年出口量占全国年出口总量的 35%。

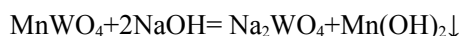
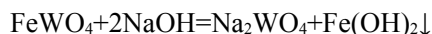
## 二、实验部分

本次实验包含一个主要实验： $\text{WO}_3$  的制备，三个次要实验：十二钨磷酸的制备、钨蓝的制备、 $\text{WS}_3$  的制备。

### 1. 由黑钨矿制备 $\text{WO}_3$

#### (1) 实验原理

矿粉用 30%~40% 的  $\text{NaOH}$  溶液在 100~110  $^{\circ}\text{C}$  下浸煮，分解产生可溶性的  $\text{Na}_2\text{WO}_4$ ：



大部分铁和锰在分解过程中分别被空气氧化为三价和四价，形成不溶性的  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  和  $\text{MnO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ，过滤时可大部分除掉。硅、磷、砷和钼等，以相应的可溶性钠盐

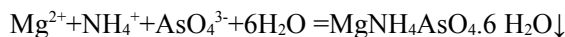
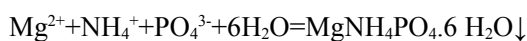
( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ 、 $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ 、 $\text{Na}_2\text{HAsO}_4$  和  $\text{Na}_2\text{MoO}_4$ ) 等形式进入溶液中, 必须在沉淀钨酸钙之前, 将它们除去。

硅的除去可用加入酸的方法降低溶液的酸碱度至  $\text{pH}=8\sim 9$ , 加热水解除去:

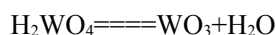


溶液中尚有少量的铁(II), 可在中和之前加氧化剂, 将其氧化为三价, 与硅一起以  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  形式沉淀出来, 过滤除去。

磷和砷的除去可使它们形成难溶的复盐晶体 ( $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{MgNH}_4\text{AsO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) 形式除去。为了阻止  $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  的水解, 必须有  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  的存在, 而为了防止  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  产生又同时需要有  $\text{NH}_4\text{Cl}$  存在:



将净化后的  $\text{Na}_2\text{WO}_4$  溶液转化为颗粒较大的  $\text{CaWO}_4$  沉淀, 然后, 在加热情况下用浓  $\text{HCl}$  把  $\text{CaWO}_4$  转化为黄钨矿  $\text{H}_2\text{WO}_4$ , 最后灼烧得  $\text{WO}_3$ :



## (2) 实验步骤

称取 4 g 固体  $\text{NaOH}$  于铁坩埚中, 加入 10 mL 水, 将坩埚用铁夹固定在石棉网上, 将此溶液加热并保持温度为  $100\sim 110^\circ\text{C}$ , 在搅拌下慢慢加入 7.5 g 矿粉, 不停地搅拌以防止矿粉沉积于坩埚底部或溅溢出来。在浸煮过程中, 要不断补充水, 使体积保持基本不变。分解反应时间约 1h。

矿样完全分解后, 停止加热, 将坩埚内容物质转至 100 mL 烧杯中, 加 20 mL 水, 并加热煮沸, 稍冷后过滤得  $\text{Na}_2\text{WO}_4$  溶液。

将上述滤液用  $6\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{HCl}$  调节  $\text{pH}$  至  $8\sim 9$ , 加热煮沸 10 min 后过滤。

将上述滤液加水至 40 mL, 加热至沸, 在搅拌下加 0.75 g 固体  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , 滴加 3 mL  $1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{MgCl}_2$  溶液, 再加热煮沸 5 min 后, 静置 3 h 以上 (最好是静置过夜), 过滤。

将上述滤液用  $\text{NaOH}$  溶液调至  $\text{pH}$  至  $8\sim 9$ , 在煮沸情况下滴加饱和  $\text{CaCl}_2$  溶液至沉淀完全为止, 静置。用布氏漏斗抽滤, 并用热水洗涤沉淀 1~2 次, 得到  $\text{CaWO}_4$ 。

把  $\text{CaWO}_4$  转移到 100 mL 烧杯中, 用水调成糊状, 加入 3 mL 浓  $\text{HCl}$  和 0.5 mL 浓  $\text{HNO}_3$ , 盖上表面皿, 再于电热板上加热半小时, 使  $\text{CaWO}_4$  完全转化为黄色的  $\text{H}_2\text{WO}_4$  沉淀 (全部在通风橱内进行)。待冷却后用布氏漏斗抽滤, 并用热洗涤液 (洗涤液配制: 40 mL 蒸馏水加 10 mL 浓  $\text{HCl}$  和 1 mL 浓  $\text{HNO}_3$ ) 洗至无钙离子。



图2

把上面所得的钨酸放在蒸发皿中，先小火加热，烘干，并用玻璃棒把颗粒压碎，然后大火灼烧，并经常搅动，直至粉末转变成柠檬黄色为止，称重。

转化温度不同， $\text{WO}_3$  产品的颗粒大小也不同，灼烧的温度越高，颗粒越小，而颗粒大小不同，颜色一般由橙色→黄色→黄绿色转变（图 2）<sup>[2]</sup>。

### （3）实验现象

溶解 NaOH 过程中控制温度在 10~100 °C 之间。加入矿粉后严格控制补水量，并补的是碱水。不断搅拌，溶液不断蒸发，没有沸腾现象。

转移后可见溶液内有黑色不溶物，过滤后得钨酸钠溶液。用 6 mol/L NaOH 调节 pH 使 pH 精密试纸变为接近绿色，即 8~9。加热，溶液沸腾。而溶液呈微红色，有少量白色浑浊。

过滤后，溶液仍为微红色，加入氯化铵和氯化镁后，溶液渐变为白色浊液。

静置 3 h 后过滤得无色溶液。滴加饱和  $\text{CaCl}_2$  后出现白色沉淀，不断滴加，取少量上层清液于试管中滴加 NaOH，无白色沉淀。即 Ca 沉淀完全。抽虑的白色沉淀物。

加浓盐酸和浓硝酸后，溶液变为黄色。加热不断沸腾，黄色加深，由于液体的量太少，中途补充少量洗涤液。基本维持半个小时加热时间。抽虑后得黄色沉淀物。

在蒸发皿中将滤纸取出，不断加热可见温度不同对  $\text{WO}_3$  的颜色影响不同，蒸发皿底部温度较高，因而产物偏深，近橙色。而蒸发皿周围温度较低，颜色偏柠檬黄。称重，计算产率。

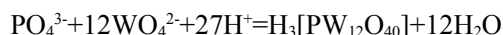
### （4）数据处理

| NaOH 质量/g | 矿粉质量/g | $\text{WO}_3$ 实际产量/g | $\text{WO}_3$ 产率/% |
|-----------|--------|----------------------|--------------------|
| 4         | 7.5    | 1.4                  | 18.67              |

## 2.十二钨磷酸的制备

### （1）实验原理

加热条件下，酸化钨酸盐的溶液和含杂原子的杂酸溶液，便可制得杂多化合物：



十二钨磷酸在强酸性条件下与乙醚生成油状醚合物，蒸发出乙醚后即可得  $\text{H}_3[\text{PW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 。

### （2）实验步骤

称取 9.47 g  $\text{WO}_3$  和 15 mL 6 mol/L 的 NaOH 溶液于 100 mL 烧杯中，待全部溶解后，再加入 2 g  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  固体，加入 40 mL 的蒸馏水，一边加热一边搅拌，待固体溶解后，以细流状加入 10 mL 浓 HCl，继续加热 1 min。冷却至室温。

如果加热后溶液变为蓝色，是因为 W(VI) 被部分还原，此时可逐滴加入 3% 的  $\text{H}_2\text{O}_2$  溶液使蓝色褪去。

向分液漏斗中加入 25 mL 乙醚和 10 mL 6 mol/L 的 HCl 溶液，再加入上述酸化的所有溶液和析出的晶体，塞上玻璃塞，充分振荡溶液并时不时开启旋塞排出乙醚蒸汽。

当乙醚和水相充分混合之后，静置 10 min 后液体分为三层：上层是醚，中层是氯化钠、盐酸和其他物质的水溶液，下层是十二钨磷酸醚合物。将下层油状物放入洁净干燥的蒸发皿中，用 80~90 °C 的水浴加热，小心将乙醚蒸发出来（乙醚易燃，严禁明火），直到液体表面出现大量晶膜，将蒸发皿移出水浴至于通风处，使乙醚在空气中慢慢挥发，即得白色或浅黄色的十二钨磷酸固体，称重，计算产率<sup>[3]</sup>。

### （3）实验现象

加磷酸一氢钠后溶液成黄色，加蒸馏水后仍有浑浊，溶液有点偏蓝色。加浓盐酸后，沉淀溶解，但由于  $\text{WO}_3$  不纯，溶液底部混有少量灰质，过滤得澄清溶液。加乙醚和盐酸后静置，溶液分为三层，有明显乙醚蒸汽味。最上层为醚，中层量最多，占绝大部分，为氯化钠盐酸和其他物质，下层为产物的醚合物。分液取出下层后在水浴锅中加热，液体大体蒸干，醚蒸发得产物，转移称量，1 g，产率为 50.84%。

### （4）数据处理

| $\text{WO}_3$ 的质量/g | $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ 的质量/g | $\text{H}_3[\text{PW}_{12}\text{O}_{40}]$ 的实际产量/g | $\text{H}_3[\text{PW}_{12}\text{O}_{40}]$ 的理论产量/g | 产率/%  |
|---------------------|---------------------------------|---------------------------------------------------|---------------------------------------------------|-------|
| 1.9                 | 2                               | 1                                                 | 1.9669                                            | 50.84 |

## 3. 钨蓝的制备

### （1）实验原理

将  $\text{WO}_3$  的悬浮液或  $\text{WO}_4^{2-}$  盐的酸性溶液进行温和还原，如用  $\text{SnCl}_2$ 、 $\text{SO}_2$ 、 $\text{N}_2\text{H}_4$ 、 $\text{H}_2\text{S}$  等还原剂，使部分 W (VI) 被还原为 W (V)，使溶液显出蓝色。

“钨蓝”是一种含有一 OH 基团的 +5 价和 +6 价的钨的混合价氧化物，其组成属于非化学计量的同素异价化合物的范畴。利用钨蓝的生成可以鉴定钨<sup>[4]</sup>。

### （2）实验步骤

#### 1、Zn 还原

取 0.5 g  $\text{WO}_3$  于试管中，加入 10 mL 1 mol/L 的 NaOH 溶液使其溶解，再加入稀盐酸酸化，再加一小粒锌粒振荡试管，静置（可是当补加稀盐酸），可观察到蓝色物质生成。

#### 2、 $\text{H}_2\text{S}$ 还原

取 0.5 g  $\text{WO}_3$  于试管中，加入 10 mL 左右蒸馏水，充分振荡，逐滴加入饱和  $\text{H}_2\text{S}$  溶液，至溶液呈蓝色。

## 4. $\text{WS}_3$ 的制备

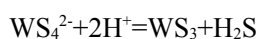
### （1）实验原理

将  $\text{H}_2\text{S}$  通入碱金属钨酸盐的中性或碱性溶液中，S 可以逐步地置换  $\text{WO}_4^{2-}$  中的 O，产生的硫钨酸盐系都易溶于水：



随着反应的进行，溶液从无色变为橙黄色。

$\text{WS}_4^{2-}$  会被酸破坏，产生  $\text{WS}_3$  沉淀<sup>[5]</sup>：



## (2) 实验步骤

取 9 g  $\text{WO}_3$  于 100 mL 烧杯中，加入 15 mL 6 mol/L 的 NaOH 溶液使其溶解，通入  $\text{H}_2\text{S}$  气体至溶液稳定呈橙黄色。

向上述溶液中滴加 15 mL 6 mol/L 的 HCl 溶液，搅拌，待反应完全后，至于 40~50 °C 水浴中加热使  $\text{H}_2\text{S}$  逸出。

将溶液冷却至室温，过滤，得沉淀  $\text{WS}_3$ 。将所得沉淀至于蒸发皿上蒸干。

## (3) 实验现象

先通入  $\text{H}_2\text{S}$  气体后，加入 6 mol/L 的 HCl 后，有灰黑色沉淀产生。水浴加热是  $\text{H}_2\text{S}$  逸出，抽滤，蒸干后的灰黑色粉末状物质。

# 三、社会实践部分

实践部分主要是到厦门钨业有限公司的研究所参观学习。厦门钨业是目前世界上规模最大的钨冶炼生产厂商，拥有年产仲钨酸铵  $(\text{NH}_4)_{10}(\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42}) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  10000 吨的能力，主要钨产品年出口量占全国年出口总量的 35%。厦门钨业下属控股子公司一金鹭公司主要从事钨粉、碳化钨粉和硬质合金的生产和销售，是国内最大的钨粉、碳化钨粉生产和出口基地，是世界上五大钨粉材料生产厂商之一。

厦门钨业的技术研发能力近几年一直保持在同行业的领先地位，公司拥有离子交换冶炼技术、仲钨酸铵结晶[控制技术](#)、碱体系远红外热压分解白钨矿技术、超细钨粉工业化生产技术、全自动电热十五管还原炉制造技术、全自动钨丝碳化炉制造技术等钨工业界尖端技术，使得公司的产品在质量和成本上极具竞争力<sup>[6]</sup>。

故此次实践活动，我们选择了参观厦门钨业。

## 1. 前期准备

### (1) 联系工作

小组讨论确定时间后，由负责同学联系厦门钨业，确立小组参观工厂的具体事宜，由组长找朱老师写推荐信。

### (2) 信息收集

前往厦门的前夕，每个组员都要查阅有关工业制钨的一些知识，对厦门钨业要有一个大概的认识。布置由漳州到厦门钨业参观到回程的一系列事宜。分配具体任务，准备好参观厦门钨业的参观流程及采访提纲。

### (3) 问题设置

小组根据收集的一些基本信息，设置一些参观过程中要问对方的一些问题。问题涉及的方面主要有：炼钨的原料来源，钨矿主要的供应商是谁；关于厦门钨业的历史，发展历程；现在的炼钨技术是自主研发的，还是借鉴国外的；公司现在的情况如何，规模达到了怎样

一个情况；公司的产品主要有哪些，这些产品主要用于哪些产业，并销往何处；公司的技术人员大多从何而来，每年会从厦大招人吗等等。

## 2. 参观流程

### （1）参观钨产品展览室

展览室列出了钨的产业链，生产流程，工业用途等等，负责人为我们介绍了厦门钨业由精钨矿到钨丝、高比合金、硬质合金这三条产业链（图 3），并向我们介绍了钨的主要性质。

展览室里还陈列了各种硬质合金刀具、钻头，高比重合金，钨丝，钨铁和稀土原料等钨产品。负责人打开展柜邀请我们拿起这些刀具观看，尤其是一些尺度很小的刀具，并向我们介绍了这些刀具的具体用途。

### （2）参观钨生产试验工厂

负责人带领我们参观了钨生产的试验工厂，向我们介绍了各种仪器，如用于选料、压印、焙烧、打磨等功能的仪器。

除此之外，负责人还带我们参观了对钨产品进行测试的过程，让我们了解由钨制成的硬质合金和高比重合金的作用效果。

### （3）采访负责人

参观过钨生产实验工厂后，负责人将我们带到了会议室。在会议室里，我们对负责人进行了简单的采访。

负责人针对我们提出的问题进行了回答，如：钨生产过程中污染的处理、钨业选址厦门的原因、钨工业在中国乃至世界的发展前景等。除此之外，负责人还以一个过来人的身份告诫我们读大学需严谨求学，练好基本功，与我们畅谈大学生活。

## 3. 后期收获及感想

### （1）采访记录

-生产钨丝的这条产业线的前景如何？

-这条产业线正在萎缩，因为现在使用白炽灯的人并不多，但在大功率照明的灯具上，钨丝还是无法取代的。

-生产过程中，有什么钨的副产品？

-钨产品的用途大概分为这些，60%生产硬质合金，9%生产高比重合金，6%用来制钨丝，20%用来制钨铁，5%用作化工原料，而厦门钨业主要经营前 3 种。同时还会有十到二十种其他元素的副产品，一般铁和锰的副产品会卖掉，而并不会说每种元素都做成一个企业。

-生产过程中，产生的废水废渣是如何处理的？

-钨业对治理污染的投入很大。当然环境污染是不可避免的，但钨业主要依靠技术治理污染，这一点厦门钨业并不缺乏资金，对劳动力保护好，生产所用溶剂少，冶炼少，废水

废渣处理后排放，所以污染较少。例如噪音污染，钨业本身就远离住宅区，其次我们的生产桶壁上加了一层黑色泡沫，可以有效降低噪音。

-在最初生产钨产品的过程中遇到了哪些困难？又是如何应对这些困难的？

-钨生产难度很大，困难不是一年两年就能解决的，要解决困难，首先我们还要对基本知识有所了解，要有较高的专业知识，同时也要集合多学科，如数学，物理，程序等等，另外很重要的一项是创新精神。

-厦门钨业的钨矿来源主要是依赖进口还是靠国内资源开采？

-有一部分是从本地开采，也有从河南等地开采，同时也会有进口，如从非洲，澳大利亚，俄罗斯等等。国外进口占一半以上。

-钨业为何会选择在厦门建厂？

-这个和企业历史的发展有关。厦门钨业的前身是氧化铝厂，也是国营 637 厂，在 1982 年才转产做钨，那是主要依靠从江西，福建省其他地方等开采钨矿。而企业污染小，没有想过要搬迁。

-钨业在中国和世界的发展前景如何？

-钨的用途很广，被称作“工业的牙齿”，掺到其他金属或非金属里面都会使物质的性能发生较大变化，而并不适宜单独使用。钨属于稀有金属，少了不行，它耐高温高硬度的特性，是世界对钨的依赖具有长期性，因此钨业至少在未来的 100~200 年内发展前景还是很好的。

-钨业的产品主要是销往何处？

-销往国外比较多，如美国，日本，瑞典，以色列等。

-关于钨产品的回收问题

-钨产品的回收很集中，只在加工区才能收集到。但是至今还未建立完整的回收体系，这也是需要加强的一个方面。

## **(2) 参观感想**

通过对厦门钨业有限公司的参观学习，我们初步了解了钨的加工流程及整个钨业的产业链。通过工厂参观和对负责人的采访，我们对钨的生产、应用、回收等方面也都有了大致的了解，拓宽了我们对钨的了解，打破了我们“钨主要是用作钨丝”这一观念的禁锢。

在参观过程中，我们也认识到一个企业的创建是来之不易的，不仅要有坚实强大的技术支持，同时也要有正确的管理理念，需要兼顾到资源，环境，劳动力等各种因素。通过与负责人的谈话，我们了解到大学生除了要学好专业知识，扎实基础，同时也要拓宽自己

的知识面，对其他专业领域的知识和技能有所了解，融会贯通，才能有所成就。更重要的是，我们要有一种创新精神支持这我们向上，一件事的成功，正是从好的想法开始的。

## 四、总结

我们小组通过这次无机化学课外实践的课程，在短短的四个星期内学到了很多東西。大学生绝不仅仅只限于学习书本上的理论知识，更要走出书本，积极实践，尤其是像化学这种以实验为基础的学科。

### 一、实验总结

从黑钨矿中提取钨进而制备其他钨的重要化合物的实验让我们受益匪浅，从中我们发现了一些平时不易发现的实验错误，尤其是第一次制备三氧化钨的失败。

通过实验，我们成功的制成了  $\text{WO}_3$ ，并且对  $\text{WO}_3$  的偏酸性有了一定的认识。

在第一次制备的过程中，我们并没有正确地掌握将黑钨矿分解的技巧，导致分解过程结束后，溶液中  $\text{Na}_2\text{WO}_4$  的含量极其的低。我们通过老师的提点和自行反思，对分解过程做了两点改进：严格控制水量和温度，使浓  $\text{NaOH}$  更好地发挥作用；在补水过程中，用  $6\text{mol/L}$  左右的  $\text{NaOH}$  溶液代替蒸馏水，促进分解反应的发生。实验结果证明，改进后的实验分解效果十分好。

第二周实验，我们吸取了第一周的教训，认真思考实验方案应该注意的事项，思考方案是否可以改进等问题，取得了不错的成果。

通过整个实验过程，我们小组团结一心，不仅巩固了我们的实验基础、实验技能，并让我们形成了思考、改进、思考的一种思维模式。

### 二、实践总结

通过对厦门钨业有限公司的参观学习让我们感受到了钨对人类生产生活的重大作用。由于钨这种金属具有高硬度、高熔点、高抗腐蚀性，故常常用于灯丝、刀具、钻头等其他材料难以胜任的器具之上。由于钨在世界范围内并不是一种储量很高的金属，故在将钨制成硬质合金应用于刀具和钻头时，通常只会用于刀头的以下部分。因为现在技术越来越发达，器件的尺度越来越小，这些硬质合金的尺度也越来越小，这让我们感慨当今世界技术的发展。

我们还了解了钨产品的生产加工流程，拓宽了我们的知识面，培养了我们热爱科学的情操。高产率、低污染、全自动的生产流程，让我们感慨科学技术的魅力。通过流程的参观，负责人与我们畅谈大学生活。真正的大学生应该走出书本，走向社会，同时要有坚实的基本功和创新的精神，才能为社会做出贡献。

### 参考文献：

- [1] 百度百科，黑钨矿，<http://baike.baidu.com/view/8774.htm>，2011 年 06 月
- [2] 蔡维平主编，基础化学实验（一），北京，科学出版社，2009 年，152~154
- [3] 胡满城、张昕主编，化学实验基础，北京，科学出版社，2001 年，174~175

[4]刘新锦、朱亚先、高飞编著，第二版，无机元素化学，北京，科学出版社，2010 年，256

[5]陈坚固、杨森根等主编，无机化学实验，厦门，厦门大学出版社，162

[6]百度百科，厦门钨业，<http://baike.baidu.com/view/870021.htm>，2011 年 06 月

# 无机阻燃剂的合成

组长：张述熙

组员：陈楷翎 韩炜琛 贾龙涛 康文惠 罗祎迹 于泓川 周丽丽

**摘要：**阻燃剂是赋予易燃聚合物难燃性的功能性助剂。无机阻燃剂一般包括氢氧化铝、氢氧化镁、赤磷、多聚磷酸铵、硼酸锌、氧化锑和钼化合物等。本实验选择氢氧化铝、氢氧化镁、硼酸锌进行合成，并检测其阻燃效果的差异。

**关键词：**无机阻燃剂  $\text{Al}(\text{OH})_3$   $\text{Mg}(\text{OH})_2$   $\text{Zn}_3(\text{BO}_3)_2$

## 一、概述

随着我国合成材料工业的发展和应用领域的不断拓展，阻燃剂在化学建材、电子电器、交通运输、航天航空、日用家具、室内装饰、衣食住行等各个领域中具有广阔的市场前景。此外，煤田、油田、森林灭火等领域也促进了我国阻燃、灭火剂生产较快的发展。国内阻燃剂的品种和消费量还是以有机阻燃剂为主，无机阻燃剂生产和消费量还较少，但近年来发展势头较好，市场潜力较大。阻燃剂中最常用的卤系阻燃剂虽然具有其他阻燃剂系列无可比拟的高效性，但是它对环境和人的危害是不可忽视的。环保问题是助剂开发和应用商关注的焦点<sup>[1]</sup>。

无机阻燃剂一般阻燃效能较低，添加量大，但有害性小，抑烟效果好，符合环保型阻燃剂的特点。无机阻燃剂的金属水合物主要以氢氧化铝、氢氧化镁为主。其具有填充剂、阻燃剂、发烟抑制剂三重功能。金属水合物阻燃机理是：受热分解时释放出结晶水。这是个强吸热反应，吸热量很大，可起到冷却聚合物的作用，同时反应产生的水蒸气可以稀释可燃气体，抑制燃烧的蔓延，且新生的耐火金属氧化物( $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO}$ )具有较高的活性，它会催化聚合物的热氧交联反应，在聚合物表面形成一层炭化膜，炭化膜会减弱燃烧时的传热、传质效应，从而起到阻燃的作用。另外，此类氧化物还能吸附烟尘颗粒，起到抑烟作用。氢氧化物阻燃剂还具有抗熔滴，促炭化，不挥发，不渗出，能长期保留在聚合物中等功效<sup>[2]</sup>。

## 二、实验部分

### 1. 无机阻燃剂的制备

#### (1) $\text{Al}(\text{OH})_3$ 的制备

将 50 克  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  溶于 100 mL 烧杯中，将烧杯



中

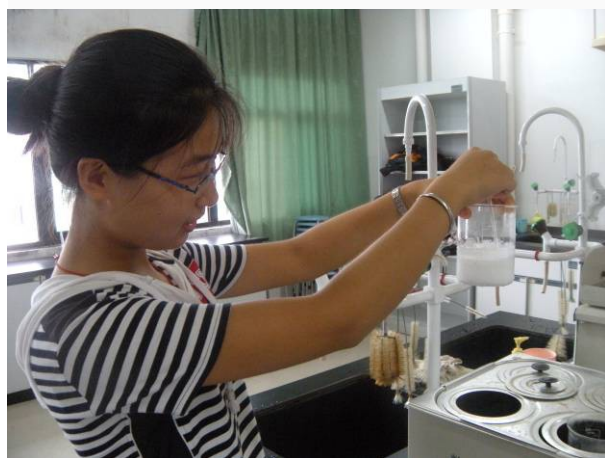
的溶液转移进 250 mL 容量瓶中，并 4 次洗涤烧杯及玻璃棒，确保溶液完全转移。用去离子水定容。量筒量取 150 mL 配置好的  $\text{AlCl}_3$  溶液于 250 mL 烧杯中，于通风橱中加入 10 mL 浓氨水，产生白色胶状沉淀。经涂抹白色胶状沉淀后的滤纸最难燃，浸泡后的其次，未经处理的滤纸燃烧最快。



## (2) $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 的制备

将氯化镁溶于 1:1 酒精水溶液中，再以 1:3 的比例和氨水反应，混合后在电磁搅拌器上充分搅拌，得到悬浊液。氢氧化镁沉淀颗粒极细，长时间放置会有部分沉降。若用普通过滤的方法分离氢氧化镁固体与溶液，氢氧化镁颗粒会堵塞滤纸，过滤速率极慢，在后程基本无法过滤。若用抽滤的方法进行分离，

则可以完成抽滤过程，但速度也偏慢，在滤纸上形成层状透明氢氧化镁层。将抽滤后的滤纸放在表面皿上，在恒温干燥箱中  $100\text{ }^\circ\text{C}$  恒温干燥 2 h，取出后将固体刮到表面皿中。得到粉末状的氢氧化镁固体。



## (3) $\text{Zn}_3(\text{BO}_3)_2$ 的制备

量取水 80 mL 加入加入四口瓶中，搅拌下加入 55 g 硼酸，硼酸只有少部分溶于水，大部分以沉淀形式存在。此时溶液澄清，且沉淀为半透明固体。再加入 25 g 氧化锌，并不断搅拌，溶液变浑浊。加热升温至  $80\sim 90\text{ }^\circ\text{C}$ ，当加热至 1.5 h，烧杯底部的白色沉淀已观察不到明显增加，加热至 3 h 后将其中一半进行抽滤，得到白色的滤饼，并放入烧杯中，在  $110\text{ }^\circ\text{C}$  下烘干，得到白色粉末状固体，即为硼酸锌<sup>[3]</sup>。

在另一半浊液中加入一定量的  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ，再进行抽滤，得到白色的滤饼，并放入烧杯中，在  $110\text{ }^\circ\text{C}$  下烘干，也得到白色粉末状固体，即为硼酸锌与氢氧化铝的混合物。

将上述固体分散在水中形成浊液，涂抹于滤纸上进行灼烧，发现阻燃效果很好。

将上述固体分散在水中形成浊液，涂抹于滤纸上进行灼烧，发现阻燃效果很好。

## 2. 阻燃效果的检验

### ① 实验步骤



将四根棉线量好长度（尽量等长），分别浸泡到  $\text{Al}(\text{OH})_3$ 、 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 、 $\text{Zn}_3(\text{BO}_3)_2$ 、 $\text{Zn}_3(\text{BO}_3)_2 \cdot \text{Al}(\text{OH})_3$  乳浊液中，将浸泡着的滤纸和棉线在阴暗处存放。取四张同样规格的滤纸，分别涂抹  $\text{Al}(\text{OH})_3$ 、 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 、 $\text{Zn}_3(\text{BO}_3)_2$ 、 $\text{Zn}_3(\text{BO}_3)_2 \cdot \text{Al}(\text{OH})_3$  乳浊液，将涂抹后的滤纸置于表面皿中于阴暗处自然晾干。一周后将浸泡后的棉线及涂抹有阻燃剂的滤纸取出。

另取未经处理的同样规格滤纸一张（因小号滤纸数量不足，且燃烧时间太短，不好记录，故用大号滤纸），分别用五个酒精灯在通风橱内同时燃烧，定量分析，记录每一张滤纸完全燃烧所需时间，计算燃烧速度。

另取未经处理的同样质地的棉线一条，方法同上，计算燃烧速度。

## ②实验结果

燃烧滤纸

| 物质   | 无涂抹物                    | $\text{Al}(\text{OH})_3$ | $\text{Mg}(\text{OH})_2$   | $\text{ZnBO}_3$                   | $\text{ZnBO}_3 + \text{Al}(\text{OH})_3$ |
|------|-------------------------|--------------------------|----------------------------|-----------------------------------|------------------------------------------|
| 燃烧时间 | 11.95s                  | 26.93s                   | 55.23s                     | 4min21s                           | 5min29s(未燃尽)                             |
| 物质面积 | 98.52cm <sup>2</sup>    | 43.01cm <sup>2</sup>     | 43.01cm <sup>2</sup>       | 43.01cm <sup>2</sup>              | 43.01cm <sup>2</sup>                     |
| 燃烧现象 | 1.发烟<br>2.蜷缩并脆裂，飘散。     | 1.发烟<br>2.形态完整<br>3.火焰较小 | 1.不发烟<br>2.形态完整<br>3.有绿色火焰 | 1.发烟(少)<br>2.外壳碎裂<br>3.火焰小，有绿色火焰。 | 1.不发烟<br>2.无火焰<br>3.形态完整                 |
| 燃烧速度 | 8.244cm <sup>2</sup> /s | 1.597cm <sup>2</sup> /s  | 0.778cm <sup>2</sup> /s    | 0.165cm <sup>2</sup> /s           | 小于 0.131cm <sup>2</sup> /s               |

实验结果：阻燃效果为  $\text{Al}(\text{OH})_3 < \text{Mg}(\text{OH})_2 < \text{ZnBO}_3 < \text{ZnBO}_3 \cdot \text{Al}(\text{OH})_3$

误差分析：

1. 氢氧化铝组的产物覆盖率和渗透率很差，导致阻燃效果不好。
2. 硼酸锌组覆盖率极高，滤纸柔韧性极差。
3. 燃烧时火焰不均匀导致误差。
4. 燃烧操作不同导致误差。

各组滤纸涂抹后晾干程度不同，有部分阻燃原因由水造成

实验结果：阻燃效果为  $\text{Mg}(\text{OH})_2 < \text{Al}(\text{OH})_3 < \text{ZnBO}_3 < \text{ZnBO}_3 \cdot \text{Al}(\text{OH})_3$

误差分析：

1. 氢氧化镁组浸泡时间不足。
2. 各组燃烧火焰大小不同
3. 由于棉线较轻，各组燃烧时均有偏离火焰的现象，导致燃烧时间略有偏差。
4. 棉线晾干程度不同，有部分阻燃原因由水导致。

## 燃烧棉线

| 物质 <sup>↵</sup>   | 无涂抹物 <sup>↵</sup>                             | $\text{Al}(\text{OH})_3$ <sup>↵</sup>    | $\text{Mg}(\text{OH})_2$ <sup>↵</sup>              | $\text{ZnBO}_3$ <sup>↵</sup>                                             | $\text{ZnBO}_3 + \text{Al}(\text{OH})_3$ <sup>↵</sup>                   |
|-------------------|-----------------------------------------------|------------------------------------------|----------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|
| 燃烧时间 <sup>↵</sup> | 24.57s <sup>↵</sup>                           | 43.14s <sup>↵</sup>                      | 28.78s <sup>↵</sup>                                | 2min30s <sup>↵</sup>                                                     | 1min31s <sup>↵</sup>                                                    |
| 棉线长度 <sup>↵</sup> | 35cm <sup>↵</sup>                             | 35cm <sup>↵</sup>                        | 35cm <sup>↵</sup>                                  | 35cm <sup>↵</sup>                                                        | 20cm <sup>↵</sup>                                                       |
| 燃烧现象 <sup>↵</sup> | 1 发烟 <sup>↵</sup><br>2 迅速烧成灰烬并飘散 <sup>↵</sup> | 1 发烟 <sup>↵</sup><br>2 火焰较小 <sup>↵</sup> | 1 不发烟 <sup>↵</sup><br>2 燃烧过程中有部分形态较完整 <sup>↵</sup> | 1.发烟(少) <sup>↵</sup><br>2 形态完整 <sup>↵</sup><br>3 火焰小,有绿色火焰。 <sup>↵</sup> | 1.不发烟 <sup>↵</sup><br>2.形态较完整 <sup>↵</sup><br>3.火焰较小,有绿色火焰 <sup>↵</sup> |
| 燃烧速度 <sup>↵</sup> | 1.424cm/s <sup>↵</sup>                        | 0.811cm/s <sup>↵</sup>                   | 1.216cm/s <sup>↵</sup>                             | 0.233cm/s <sup>↵</sup>                                                   | 0.219cm/s <sup>↵</sup>                                                  |

### 三、社会调查部分

本小组于 2011 年 7 月 12 日到厦门, 在华美达长升酒店会议室对厦门欣源恒工贸有限公司的三位负责人进行了采访与交流。该公司的阻燃剂产品主要是氢氧化铝和氢氧化镁。



#### 1.调查结果

1.请问你们工厂的工作方式是?

答: 全年工作。生产过程从采矿开始, 工艺流程较长, 所以必须全年工作。

2.请问你们工厂的产量大吗?

我们在福建地区的产量不大, 但是我们在河南还有厂房, 在福建地区产量较小的原因主要是

原因如下：1.福建缺少铝土矿。

2.环保问题。对环境影响比较差。

3.物流成本较大。

3.请问你们工厂的主要销售方向是？

答：主要是电器开关，电视机外壳，机房以及贵重物品储存室。

常常用电用火的地方。

4. 请问你们工厂的储存方式？产品保质期多长？

固体装包储存，注意防潮密封，则可长时间保存

5.请问你们的旺季是？

6月-9月，主要是为冬天准备，冬天用火用电较为频繁。

6.你们的废水废物如何处理？

废水废气都有专业的设备可以进行回收处理，尽可能循环利用，不能循环利用的要处理达到排放标准再排放。

7.如何在实际生产中运用阻燃剂？

在工厂进行测试实验时，一般采用将木材浸泡开，然后再将阻燃剂吹入缝隙；或是与涂料混合涂抹在可/易燃物表面。

8.你们的主要流程是什么？

从采矿开始，先将矿粉碎，投入反应池中，计算机控制，进行所有的反应，结束后，产品于烘干机中烘干，然后再研磨成细粉。

9.请问你们在技术上还有什么困难和需要改进的方面？

氢氧化铝及氢氧化镁的生产工艺基本成熟，但产品的白度不足，容易发黄，希望能解决这个问题。

## 2.收获与感想

通过本次的社会调查，我们小组成员都有很大的收获，以下是个人的感想：

(1) 张述熙

沟通很重要

反思一下：实践感到很满意~感谢李先生和我们小组所有的孩子们~把我从一个误区拔了出来~以前和社会人士的交流很少~要么很熟~要么有关系~离开了家庭~学校~社会人的社会属性会被我强加上功利、潜规则、厚黑，而忽略了其作为一社会属性的人的社会责任感~这对我对社会人的看法提升了一个档次，相信以后工作也会服起这份社会责任感。无可否认社会人中存在那些黑暗，但一叶障目，只看到黑暗，自己也会变得黑暗。万事只想到功利，自己就变得功利。不禁反思，现在我们应该多看点什么关于社会学的书，我们的宣传应该怎么宣传，我们的教育应该怎么教育。每日都看到新闻中各种腐朽、堕落，不知健康、积极又能几多吸引观众。不禁想起一句话：“害人之心不可有，防人之心不可无。”是否我们太执迷于

“防人之心不可无”，而渐渐不敢相信，孤立地存在，的确这个度很重要，还需要我们自己去摸索。

社会责任感，不会有明显的收获，但会造福于我们的子孙后代，更准确说是社会上的联系，让我们渐渐消除磨合、功利，和谐统一的存活。无论我们在什么位置，时刻牢记社会责任感，现阶段的校园责任感，班级责任感。

## (2) 陈楷翎

这一次的无机课外实践让我收获了很多课本以外的知识。在实验室的时候，我们按照课本上的方法试图制备出材料，但过程却远远不像想象中顺利，我们的产物浓度太低导致无法沉淀和分离。于是我们群策群力想了各种方法，最终也只获得了浓溶液。这让我深刻意识到了死读书是没用的，不运用到实际当中就不会发现问题的所在。而之后进行的社会实践则让我有更深的体会。与阻燃剂厂的负责人员交谈，他指出了我们实践的很多不足，例如进行的预先调查不足，社交礼仪不足，对知识的深入了解不足等等，这些都是我们自身难以发现的问题。他为我们讲解了生产工艺，还耐心的回答了相关方面的问题。

这次社会实践让我感受到了将课本知识运用于实际以及团队合作的重要性，让我在今后的学习工作中都会有更好的进步和提升。

## (3) 韩炜琛

通过这次实践，我了解到研究一项课题需要做充分的准备，需要进行多方面的考虑，并且只有在进行详细的计划之后才能够顺利地进行。在和外界交往中，我们还需要提高技巧，掌握更多关于和陌生人交往的方法，学习如何能让别人接受自己的请求。

## (4) 贾龙涛

这次的无机化学课外实验课相比于以往做的实验真的给我带来了全新的感受。以前做实验其实就是照葫芦画瓢，实验书上都是前人经验和已得出的结论，实验结果可预见，实验的器材，药品，用量都是貌似恰好的比例。一切都已经安排好，没有更多的自主性，那样的话激情自然也没有那么饱满。但是这次的课外实验完全就是创新性和动手能力，以及团队合作和理论应用于实践最好的诠释。

小组讨论，计划制定，实验操作，课外调研，得到了很多意外的收获。我们得自己探究具体的实验药品及其用量，这一次没有人告诉你该用什么药品，用多少了，这是一个探究的过程，同时也是一个信息获取和新信息的发现过程，这是一个无比刺激的过程。我们也从老师那里得到了许多我们应该知道且熟练掌握的技巧但却还没有接触的问题，比如我们要注意记录实验中一切的现象，因为你不知道你最后得出的是什么样子的实验结果，任何实验结果都是好的，只要这个实验是可重复的。这就需要我们能够准确敏锐地记录实验条件。

还有让我影响最深刻的，并不是在实验过程中，而是在与无机阻燃剂厂商讨论的过程，他让我们有机会与社会上的人接触，并且学到与一个人或者一个商家或者一个课题组讨论之前我们要充分地去调研和了解，要学会与人交流，还有就是学习要深入。

这一切都是通过这次实验得到的，也是意外的收获。并且是在课堂上无法去联想的东西，一切都要动手去做。这一切的一切都是一种全新的体验，让我对化学更加充满了好奇和兴趣。

#### (5) 康文慧

我们这次所做的社会实践包括了两个部分，一是在实验室做实验，二是去厂家做社会调查。

两项内容都带给我很多在课堂上不能得到的知识与体验。

第一方面是在实验室中的内容，以往做实验都是按照书上的步骤，自己几乎不曾真的设计过什么，这一次的实验却是要完全自己设计，开始认为只是制取氢氧化铝而已，没有什么难的，但是到了实验室却发现，对于用量，浓度等问题却十分模糊，开始所设计的用量等问题也不合实际，导致第一次实验有些慌乱，但是第二次的设计就完善了许多。还有第一次的时候没有带实验服，没有准备正式的报告纸，凸显我实验中的不专业性，没有作为一个化学系学生的应有素质，经过这次经验我相信我以后会在这方面大为成长。

再说社会实践方面带给我们的启示，社会实践中我们意识到我们的欠缺一是忽略了实验与现实工业当中的差异，二是做社会调研之前没有对我们要做的课题进行充分的了解，导致提出的问题专业性不强，忽略了许多学术问题，面对厂方给我们提出的问题几乎都不能很好的回答，没有当代大学生应有的素质。

所以说这次实践给了我很多的启示，从专业的角度或者从社会的角度来讲都是这样，我希望这次的经验可以为我完善自身带来良好的帮助。

#### (6) 罗祎尔

既然说是化学课外实践当然随后的总结理应对知识点的总结，但我想先谈谈一下感受。通过自己动手查阅资料，制作阻燃剂，比较所做出的阻燃剂的效果，我又一次感受到了实验的快乐，这种快乐并不同于平时无机实验的乏味，而是像高中那种制备出物质的兴奋，具体原因我也不知道。关于知识点，其实原理很简单，就是硼酸和氧化锌在 80~90 的温度下加热反应后得到硼酸锌，这一点已在前面的报告中写出。

那么这里我要谈谈我感触最深的，其实在实验室里都跟平常一样，给我映像最深的还是社会实践那一段，首先是采访那一幕，说实话刚开始把我吓了一跳，对方将采访安排到会议厅里，足以看出非常正式。其次就是，我们的问题非常业余，被对方反问了几个专业的问题我们便支支吾吾答不出来了，从而可以看出对方是精心准备，重视程度比我们高，还有特别是对方给我们指出的一点就是礼貌问题：与对方联系是不加称谓，在午休时打扰对方。

说实话，这次所谓的采访上我觉得很羞愧，让我强烈感受到态度和礼仪的缺乏，我承认我当时只是去为了完成所谓的任务，并没有对我们的课题做深入的了解，而对方对于这个本来就不关他的任务却如此重视，我真的很惭愧，或许这才是社会实践的价值，所谓书本外的东西——无论什么事都认真的态度，责任，以及人与人之间交流的礼仪及方法，我们真的需要好好去学习。这里还想向李先生并两位工作人员表达我的歉意与谢意。

### (7) 于泓川

经过这次阻燃剂的制备及课外调研，使我认识了课本外的化学。以前对化学新型材料有了更多的认识。以前很多东西只能在课本中见到，而通过这次实验，使书本里的只是变成了实际的产物，对新型材料的了解不再只是限于课本上的介绍。通过课外调研，了解了课本知识与实际生产间所存在的不同，课本知识与实际生产有明显的脱节，这也是未来教育需要改进的地方。

### (8) 周丽丽

无机化学课外实践这门课让我受益匪浅。实验操作技能方面就无须赘述了，熟能生巧，多练练自然是好的。对于实验过程中的一些问题，比如说实验记录与总结，老师及时指出了我的不足，让我可以更好的完善自我。要说收获最大的方面，应当是进行的课外调研。那位阻燃剂厂的工作人员给我们讲了很多实验室里学不到的东西。我感触最深的有两点：一，在实验室里做实验与在工厂进行工业化生产化学制剂是有着极其大的差别的，这就是理论与实际的差距；二，我们的社会经验少得可怜，从最基本的与人交往的礼仪问题都没处理好，这让我们这些受着良好教育的到学生无地自容。总之，这门课程开拓了我的视野，让我积累了一些方方面面的宝贵经验，真的是收获良多。

## 3.小结

实验室与工厂有着很大的差别，许多在实验室可行的东西放到工厂中去工业化大批量生产就会遇到这样或那样的问题；大学与社会也有着很大的差别，在大学中叱咤风云的人到社会中也可能会寸步难行。因此我们应该多考虑实际方面，多走进社会，了解我们在大学学不到的东西，才能使自己将来更好地融入社会。

## 四、总结

阻燃科学技术是为了适应社会安全生产和生活的需要，预防火灾发生，保护人民生命财产而发展起来的一门科学。随着国家经济的发展，科学技术的不断进步，阻燃剂的应用前景一片大好。而人们对环境越来越重视，无卤阻燃将会成为第一选择，尤其是一些具有优良分散性和特殊性能的新型无机阻燃剂或协同阻燃剂将具有良好的发展前景和市场空间。

### 参考文献：

- [1]阻燃剂 <http://baike.baidu.com/view/195016.htm#5> 2011/7/15
- [2]无机阻燃剂 <http://baike.baidu.com/view/2030779.htm> 2011/7/15
- [3]实验九 无机添加型阻燃剂低水合硼酸锌的制备  
<http://hxsf.yetc.edu.cn/experiment/synthesize/ss09.htm> 2011/7/15

# 一次性筷子中二氧化硫测定

组长：唐柯

组员：张劲源、张保铨、林伟庆、湛剑锋、麦钰敏、叶忠丽

**摘要：**随着社会经济的蓬勃发展，人民生活水平的显著提高。新时代方便快捷的生活方式日益得到人们的追捧和喜欢。于是乎，就催生了许多快节奏的产业，从而诞生了许多快节奏的产品。基于快节奏产品的使用方便省事，所以市场潜力巨大。然而这些产品在为人们提供各式各样的便捷与服务的同时，是不是做到了可持续发展和对环境的保护以及对健康的保证，需要我们的关注。所以我们从简单实用的一次性筷子入手，通过测定一次性筷子中二氧化硫含量以及调查人们对一次性筷子的认知，来综合分析一次性筷子的健康程度以及人们对一次性筷子的了解程度。

**关键词：**二氧化硫；调查；一次性筷子；氧化

## 一、概述（一次性筷子简介）

目前市场上流通的主要有一次性木筷和一次性竹筷。一次性筷子由于卫生方便受到餐饮业的青睐，但是一次性木筷造成大量林地被毁的问题日益凸显。中国市场各类木制筷子消耗量十分巨大，其中每年消耗一次性木筷子 450 亿双（约消耗木材 166 万立方米）。每加工 5000 双木制一次性筷子要消耗一棵生长 30 年杨树，全国每天生产一次性木制筷子要消耗森林 10 多亩，一年下来总计 3.6 万亩<sup>[1]</sup>。而且劣质木筷并不干净，只是给人一种卫生的错觉。

而一次性竹筷由于是用可以再生的竹子制作，经济又环保，越来越被广泛使用，我国还利用出口退税的优惠政策，鼓励用一次性竹筷代替一次性木筷出口，减少木材的使用，保护森林。

一些低劣加工的一次性筷子由于留存有用来“美白”的二氧化硫，其危害远大于消过毒的非一次性餐具。正规厂家生产一次性筷子所用的原料都是质地比较好的木材，不用经过特殊加工。但是一些小作坊为了降低成本，使用的都是劣质木材，看上去“肤色”就较黑，为给筷子“美白”，一些不法分子会用硫磺熏蒸漂白<sup>[1]</sup>。

筷子厂的工人先将原材料截成段、再用机器打成毛坯，然后放在火炕上烘干。烘干后，工人还将筷子用工业硫磺将熏上几天，这样做的目的是使筷子看上去洁白，而且不易发霉，最后还要使用石蜡对筷子进行抛光。对于已经发霉变黑的筷子，会被加工厂扔进装满双氧水、无水焦磷酸钠的大锅进行二次加工，出锅后的筷子就会变得洁白如初。经过硫磺气体漂白，会产生大量二氧化硫成分，而且二氧化硫遇冷会凝固。因此，用这种筷子进餐时，二氧化硫

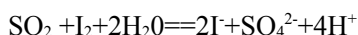
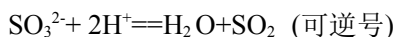
随着空气的流动很容易凝固至呼吸道，导致咳嗽、哮喘等疾病<sup>[1]</sup>。

## 二、实验部分

### 1. 酸性环境蒸馏法

#### (1) 原理概述

用加酸蒸馏的方法获取一定质量的一次性筷子样品中的  $\text{SO}_2$ ，利用其还原性，用碘将其完全氧化生成硫酸根，碘自身被还原为碘离子。通过测定碘的用量来确定二氧化硫的含量。反应式：



考虑到  $\text{SO}_2$  有较强的还原性，在酸性溶液中易被空气中的氧气氧化，因此设计用一定量的碘淀粉溶液（淀粉作指示剂）作吸收液，用于吸收蒸馏出来的  $\text{SO}_2$ 。因碘被还原使溶液由蓝色褪成无色，此时加入一定体积已知浓度的碘标准溶液使之恢复到原来的蓝色，此时碘标液的用量即为与  $\text{SO}_2$  反应的碘的量。若已知称取的一次性筷子样品的质量，通过计算可以得到样品中  $\text{SO}_2$  的含量（单位：mg/kg）。计算式：

$$C_{\text{SO}_2} = 1000cVM/m \text{ (mg/kg)}$$

式中  $c$  (mol/L)：碘标准溶液的碘浓度

$V$  (mL)：碘标液滴定体积

$M$ ： $\text{SO}_2$  摩尔质量

$m$  (g)：称取的一次性筷子样品质量

#### (2) 实验内容

##### ① 0.01667 mol/L 的碘酸钾标准溶液的配制

准确称取 0.3567 g 碘酸钾基准物于 100 mL 烧杯中，用蒸馏水溶解后，定量转入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

##### ② 0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液的配制与标定

配制：称取 12.5 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  试剂于烧杯中，加入 150~250 mL 新煮沸并冷却的蒸馏水，溶解后，加入约 0.1 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  固体，用新煮沸并冷却的蒸馏水稀释至 500 mL，储于棕色试剂瓶中。

标定：准确移取碘酸钾标准溶液 25.00 mL 于锥形瓶中，加入 10 mL 20% 的 KI 溶液及 5 mL 1 mol/L 的硫酸溶液，加水稀释至约 100 mL，立即用待标定的  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  溶液滴定至淡黄色，加入 5 mL 0.5% 的淀粉指示剂，继续滴定至溶液的蓝色刚消失，即为终点。平行标定三份，记录滴定体积。

##### ③ 0.05 mol/L 碘标准溶液（ $1/2 \text{I}_2$ ）的配制与标定

配制：称取 6.5 g 碘及 17.5 g 碘化钾，溶于 100 mL 水中，稀释至 500 mL，摇匀，保存

于棕色具塞瓶中。

标定：准确量取 30.00 ~ 35.00 mL 0.1 N 碘标准溶液，置于碘量瓶中，加约 200 mL 水及 2 滴 1% 酚酞指示液；用 0.1 N 硫代硫酸钠溶液滴定，近终点时加 3 mL 0.5% 淀粉指示液，继续滴定至溶液蓝色消失。平行标定三份，记录滴定体积。

④ 试样处理：将一次性筷子用剪刀或卷笔刀剪成碎末后均匀称取 10.0 ~ 20.0 g 试样（精确到 0.1 mg）。记录所称样品质量。

⑤ SO<sub>2</sub> 含量测定

配制碘标准溶液  $C(1/2 I_2) = 0.01 \text{ mol/L}$ ，也即将 0.1 mol/L 碘标准溶液稀释 10 倍：移取 0.1 N 碘标准溶液 25.00 mL 至 250 mL 容量瓶定容。

配制 0.05% 碘淀粉吸收溶液：取 0.5% 淀粉溶液稀释 10 倍（不用精确，用量筒量取），再加入碘标准溶液至恰成蓝色。

蒸馏滴定：将蒸馏装置连接好，检查气密性。然后将称取的试样置于圆底蒸馏瓶中，导管下端插入 50 ~ 100 mL 吸收液中。向蒸馏瓶中加水 200 mL（烧开水后的水），然后加 (1 + 3) 磷酸溶液 10 mL，立即盖塞，加热蒸馏。把滴定管与蒸馏装置组合在一起，边蒸馏边滴定，随着二氧化硫的作用会使吸收液蓝色逐渐减退，应随时滴加碘标准溶液，使溶液保持蓝色，待溶液褪色速度减慢可适当加大火力，使蒸馏瓶中的二氧化硫全部排出，继续滴定在 1 min 内蓝色保持不变，即为滴定终点，读取消耗碘标准溶液的体积 V (mL)。

$$C_{SO_2} = 1000cVM/m \quad (\text{mg/kg})$$

### (3) 实验数据记录与分析

| 酸蒸馏法实验数据记录 |           |               |               |               |
|------------|-----------|---------------|---------------|---------------|
| 样品名称       | 一次性筷子     |               |               |               |
| 样品质量       | 29.8039 g |               |               |               |
| 硫代硫酸钠的标定   | 基准物名称     | 碘酸钾           |               |               |
|            | 基准物质量     | 0.3567 g      |               |               |
|            | 标准液浓度     | 0.01667 mol/L |               |               |
|            | 标准液体积     | 25.00 mL      | 25.00 mL      | 25.00 mL      |
|            | 硫代硫酸钠体积   | 22.90 mL      | 22.50 mL      | 22.60 mL      |
|            | 硫代硫酸钠浓度   | 0.10919 mol/L | 0.11113 mol/L | 0.11064 mol/L |
|            | 平均浓度      | 0.11032 mol/L |               |               |
|            | 相对偏差      | 1.02%         | 0.73%         | 0.18%         |
|            | 平均相对偏差    | 0.64%         |               |               |

|                    |                    |               |               |               |
|--------------------|--------------------|---------------|---------------|---------------|
| 碘标准液标定             | 碘标准液体积             | 33.00 mL      | 31.50 mL      | 31.20 mL      |
|                    | 标定体积               | 28.00 mL      | 27.50 mL      | 27.35 mL      |
|                    | 碘标准液浓度             | 0.04680 mol/L | 0.04816 mol/L | 0.04835 mol/L |
|                    | 平均浓度               | 0.04777 mol/L |               |               |
|                    | 相对偏差               | 2.0%          | 0.82%         | 1.2%          |
|                    | 平均相对偏差             | 1.34%         |               |               |
| SO <sub>2</sub> 测定 | 碘标准液体积             | 1.10 mL       |               |               |
|                    | 碘标准液浓度             | 0.04777 mol/L |               |               |
|                    | SO <sub>2</sub> 浓度 | 112.84 mg/kg  |               |               |

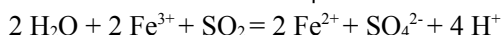
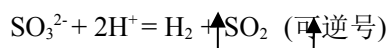
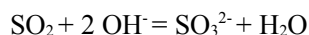
每双一次性筷子中二氧化硫含量  $3.7688 \times 10^{-4} \text{ g}$

即 112.84 mg/kg

## 2. 分光光度法

### (1) 原理概述

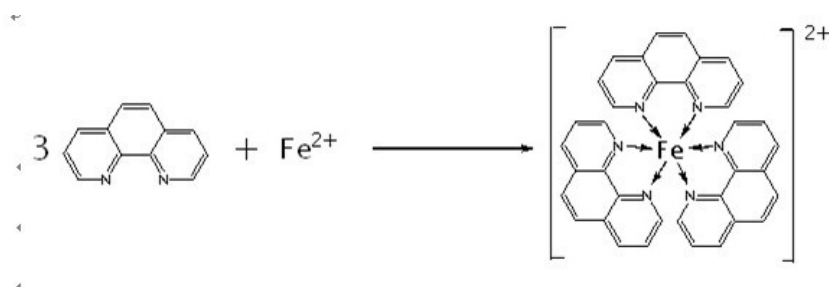
用碱液浸泡的方法将一定质量的一次性筷子样品中的 SO<sub>2</sub> 转化成 SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>，过滤后取其溶液加入适量酸从而得到 SO<sub>2</sub> 溶液。向所得溶液中加入一定体积已知浓度的铁（III）标准溶液利用 SO<sub>2</sub> 的还原性把三价铁还原成二价，再以邻二氮菲为显色剂，用分光光度法测定溶液中的二价铁含量，然后通过计算就能得到一次性筷子样品中 SO<sub>2</sub> 的含量。反应式：



与 SO<sub>2</sub> 反应的三价铁应该过量，过量的铁离子可用氟掩蔽。邻二氮菲合铁（III）的稳定常数为  $10^{14.1}$ ，邻二氮菲合铁（II）的稳定常数为  $10^{21.3}$ ，六氟合铁（III）的稳定常数为  $10^{16}$ <sup>[3]</sup>，因此可以用氟掩蔽过量的三价铁而对邻二氮菲合铁（II）无干扰。

分光光度法测定铁（II）含量的原理：根据朗伯一比耳定律： $A = \epsilon bc$ ，当入射光波长  $\lambda$  及光程  $b$  一定时，在一定浓度范围内，有色物质的吸光度  $A$  与该物质的浓度  $c$  成正比。只要绘出以吸光度  $A$  为纵坐标，浓度  $c$  为横坐标的标准曲线，测出试液的吸光度，就可以由标准曲线查得对应的浓度值，即溶液中的铁（II）含量<sup>[3]</sup>。

邻二氮菲作显色剂的条件和依据：邻二氮菲亦称邻菲咯啉（简写 pHen），是光度法测定铁的优良显色剂，具有高灵敏度、高选择性，稳定性好，干扰易消除等优点。在 pH=2~9 的范围内，邻二氮菲与二价铁生成稳定的桔红色配合物  $([\text{Fe}(\text{pHen})_3]^{2+})$ <sup>[3]</sup>。反应式：



计算式：

$$C_{\text{SO}_2} = 3125cM / mM' \quad (\text{mg/kg})$$

(说明：式中  $c$  ( $\mu\text{g/mL}$ )：直接测得的二价铁离子浓度  $M/\text{g}$ ：样品质量；  $M$ ： $\text{SO}_2$  的摩尔质量；  $M'$ ： $\text{Fe}$  的摩尔质量 )

## (2) 实验内容

### ① 样品的处理

准确称量 5.0 ~ 10.0 g 剪碎的筷子样品盛于 250 mL 烧杯中，加入 2 mol/L NaOH 溶液 20 mL，加水至 200 mL 左右，加热 30 min 以上（记录加热时间）用导管将加热产生的气体通入气球里，待溶液恢复常温后将气球中的气体压入烧瓶中。

### ② 标准曲线的制作

a. 0.1 mg/mL 铁标液的配制：准确称取 0.2158 g 铁铵矾基准物于烧杯中，加入 5 mL 6 mol/L HCl 和少量水，溶解后转移至 250 mL 容量瓶中定容。

b. 0.01 mg / mL 铁标液的配制：吸取上述溶液 25.00 mL 于 250 mL 容量瓶中，加入 5 mL 6 mol/L HCl 溶液，定容。

c. 在 6 个 50 mL 容量瓶中，分别用移液管加入 0.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 0.01 mg/mL 铁标液，再依次加入 1.00 mL 10 % 盐酸羟胺，2.00 mL 0.15 % 邻二氮菲，5.00 mL 10 % 氟化铵，5.00 mL NaAc 溶液，稀释定容，放置 10 min。在 512 nm 处，以不加铁标液的那一份为参比，测吸光度。

### ③ 试样测定

a. 将加热后的样液冷却至室温，过滤，向滤液中加入 2 mol/L HCl 约 20 mL 至溶液呈酸性，用量筒向该溶液中加入 50 mL 0.1 mg/mL 铁标液，再用移液管加入 0.15% 邻二氮菲 25.00 mL。将溶液全部转移到 250 mL 容量瓶中定容。

b. 将 a 所得溶液稀释 10 倍：取 25.00 mL 于 250 mL 容量瓶，加 6 mol/L HCl 5 mL，定容。

c. 取 20.00 mL (2) 中溶液于 50 mL 容量瓶，依次加入 0.15 % 邻二氮菲 1.80 mL，5.00 mL 10% 氟化铵，5.00 mL NaAc 定容，于 512 nm 处测其吸光度。取两份样液进行测量。

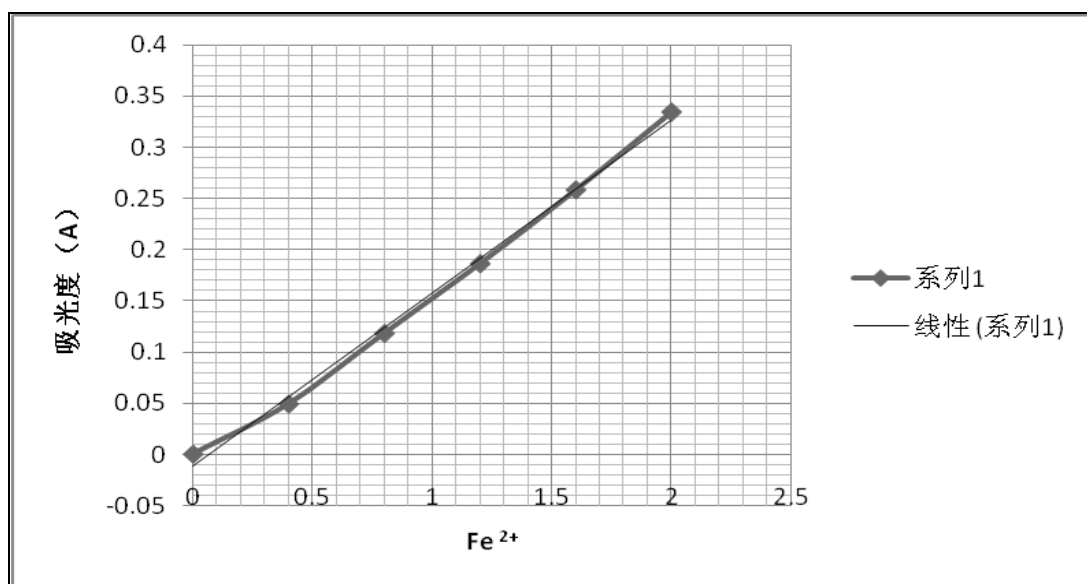
## (3) 实验数据记录与分析

表一： 基本数据记录表

|       |         |               |           |
|-------|---------|---------------|-----------|
| 样品名称： | 一次性筷子碎片 | 样品质量 $m$ (g)： | 16.4180 g |
|-------|---------|---------------|-----------|

|                                         |     |       |       |       |              |       |        |        |
|-----------------------------------------|-----|-------|-------|-------|--------------|-------|--------|--------|
| 基准物名称:                                  | 铁铵矾 |       |       |       | 基准物质量 m (g): |       | -----  |        |
| 铁标液的浓度<br>$c_0$ (mg/mL):                | 0.1 |       |       |       | 样品碱溶液加热时间:   |       | 1.5 h  |        |
| 编号:                                     | 1   | 2     | 3     | 4     | 5            | 6     | 样 1    | 样 2    |
| $c\text{Fe}^{2+}$ ( $\mu\text{g/mL}$ ): | 0   | 0.4   | 0.8   | 1.2   | 1.6          | 2.0   | 0.4309 | 0.4571 |
| 吸光度 A:                                  | 0   | 0.049 | 0.118 | 0.186 | 0.258        | 0.334 | 0.034  | 0.039  |

表二： 吸光曲线



表三： 实验结果

|     | $C(\text{Fe}^{2+})$ ( $\mu\text{g/mL}$ ) | 一次性筷子样品中 $\text{SO}_2$ 含量 $C_{\text{SO}_2}$ (mg/kg) |
|-----|------------------------------------------|-----------------------------------------------------|
| 样 1 | 0.4309                                   | 286.73                                              |
| 样 2 | 0.4571                                   | 304.17                                              |
| 平均值 | 0.4440                                   | 295.45                                              |

结果分析:

实验中采取密封式加热, 减少了  $\text{SO}_2$  的损失, 由于过滤损失了一部分, 因而测量结果略微偏低。实验中整体过程都较为准确。因为加热时碱液加入过多, 因而加热结束后溶液有 305.9 mL, 我们采取取 100 mL 稀释到 250 mL, 然后再进行步骤③。

### 3. 氧化法

#### (1) 原理概述

①. 在加热条件下的酸性介质中, 筷子中的二氧化硫可解离出来并被高锰酸钾氧化, 从而生成硫酸根存在于溶液中。

②. 硫酸根可与钡离子生成  $K_{sp}$  极小且不溶于酸的沉淀，可加入已知浓度和体积且过量的氯化钡溶液使硫酸根完全沉淀出来，再用 EDTA 法滴定溶液中过量的钡离子。

## (2) 实验内容

### ①. 0.01 mol/L EDTA 的配制与标定

称取 2 g EDTA 二钠盐，加入 200 mL 水，微热溶解后稀释至 500 mL，存于塑料瓶。  
准确称取 0.15 ~ 0.20 g 纯锌于 100 mL 烧杯，加入 10 mL (1+1) HCl，盖上表面皿，完全溶解后转入 250 mL 容量瓶。稀释至刻度。

移取 25.00 mL 锌离子标准液于锥形瓶，加入 1 ~ 2 滴二甲酚橙指示剂。滴加 20% 六次甲基四胺至呈现稳定紫红色，多加 5 mL。用 EDTA 滴定至由紫红恰变为亮黄色。平行标定三份。

### ②. 0.002 mol/L 钡溶液的配制

准确称取 0.1040 g 氯化钡，溶于水中，转入 250 mL 容量瓶，稀释至刻度。

### ③. 一次性筷子中 $SO_2$ 的氧化和收集

**装置连接：**装配好铁架台和酒精灯。带双孔软木塞的圆底烧瓶，一孔连接分液漏斗，一孔连接导管通入装有品红溶液的锥形瓶中，锥形瓶亦带有双孔软木塞，尾气通入过量 0.1 mol/L NaOH 溶液中。

**实验步骤：**将 3 根一次性筷子放入圆底烧瓶中并加少量水，连接好装置，检查气密性。将稀释后的双氧水分数次加入分液漏斗中并缓慢释放，同时使烧瓶保持在微沸环境中加热。实验过程中若品红褪色，则分时段微热锥形瓶，直到品红不再褪色则反应完全。将圆底烧瓶中反应完全溶液煮沸除过量双氧水待测。此处在总实验中应重复 3 次。

### ④. 硫酸根离子的测定

从圆底烧瓶中取 50.00 mL 溶液于锥形瓶中，加入 (1+1) HCl 数滴，滴加氯化钡溶液至不再产生沉淀。加 5 mL pH 约为 10 的氨性缓冲溶液及 4 滴铬黑 T 指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定至紫红色变为纯蓝色。平行滴定三份。

移取吸收液 10.00 mL 于锥形瓶，加入 10 mL 双氧水，待反应完全，加入约 5 mL (1+1) HCl，重复上述步骤。平行滴定三份。

## (3) 实验结果：失败

### 败因分析：

1、高估了双氧水的使用量，导致溶液过稀而使实验现象不明显，最后双氧水未除尽可能对滴定也有影响

2、一次性筷子在水溶液中煮沸后溶液显黄色，对滴定的颜色指示具有较强干扰作用

3、二氧化硫较少而品红溶液浓度过大，使现象不明显

4、实验过程中多次加入双氧水使气密性得不到保证

5、一次性筷子的生产各有不同，本批次可能含量较少

6、药品存放一星期，可能已经变质

7、反应中曾剧烈沸腾，可能有溶液从支管溅出

## 8、一次性筷子中可能有较多杂质影响结果

# 三、社会实践部分

## 1、课题背景

一次性筷子又称“卫生筷”、“方便筷”……是人类社会生活节奏加快和社会服务发到一定阶段的产物，曾被视为一种文明标志。越来越多的“一次性筷子”的使用给人们的生活带来方便。从环保的角度看，在这方便、快捷的背后是大量资源的浪费与垃圾的堆积，带来了无穷的后患。据调查，目前国内有上千家企业生产木制筷子，年消耗木资源近 500 万立方米。全国林木年采伐量约 4758 万立方米，这些筷子就占了 10.5%。生产筷子的过程中，从圆木到木块再到成品，木材的有效利用率有 60%。它的生产，是一种野蛮的掠夺行为，它的储运中伴随着难于避免的污染，而其作用，显然是不清洁和浪费。

正规的一次性筷子所用的原料都是质地比较好的木材，不需要特殊加工。然而，现在很多小作坊为了降低成本，使用的都是劣质木材，看上去“肤色”较黑，这不太美的颜色当然无法受到食用者的青睐。因此，小作坊生产者经加工处理后的一次性筷子，马上就会“改头换面”，堂而皇之地登上了人们的餐桌。现实表明，其所谓“卫生”和“方便”不过是人们一种虚幻的心理期望，它的使用与“折枝为筷”本质相同。与每餐清洗消毒、不需要众多生产基地和繁琐运送过程的多次筷子比，既不卫生，也不方便。

据调查，一次性筷子有两种制作方法：

固态的制作方式是通过硫磺的熏蒸漂白。经过硫磺气体漂白的筷子，其二氧化硫会严重超标，而二氧化硫的特性之一就是遇冷会凝固。因此，人们用这种筷子进餐时，二氧化硫随着空气的流动很容易凝固至呼吸道、咳嗽、哮喘等呼吸道疾病便随之而来。除此以外，硫磺中含有重金属，例如：铅、汞等重金属在人体内部是可以堆积的，长时间的累积会造成铅中毒或汞中毒。

液态加工的筷子的方法是通过氯气或者双氧水漂白，特别是氯气，它不仅容易造成人体内的胆结石，而且含有曾经让人们谈之色变的二恶英。至于竹筷子，为了去除筷子的毛刺，令其看起来光滑、白皙，制作者将其放入滑石粉中，通过摩擦对筷子进行加工，而滑石粉容易增加人体患胆结石的机率。

因此，一次性筷子隐藏三大危害：

**损害呼吸功能：**一次性筷子制作过程中须经过硫磺熏蒸，所以在使用过程中遇热会释放  $\text{SO}_2$  侵蚀呼吸黏膜；

**损害消化功能：**一次性筷子在制作过程中用双氧水漂白，双氧水具有强烈的腐蚀性，口腔、食道、甚至肠胃造成腐蚀，打磨过程中使用滑石粉，消除不干净，在人体内慢慢累积，会使人患上胆结石。

**病菌感染：**经过消毒的一次性筷子保质期最长为 4 个月，一旦过了保质期则很可能带上黄色葡萄菌、大肠杆菌及肝炎等<sup>[2]</sup>。

尽管不正规厂家生产的一次性筷子危害性很大，但到目前为止，我国对一次性筷子仍没有出台具体的卫生检验的标准。

## 2、调查目的

一次性筷子的使用，给人们快节奏的生活带来了便捷，但是在这种便捷后隐藏着种种隐患，因为其生产过程中用硫磺、双氧水等漂白，其残留在筷子上的有害物质如：二氧化硫、重金属等对人体的健康将会造成严重的伤害。但是因其方便且其价格低廉，越来越多的餐馆开始使用一次性筷子，顾客在不知不觉中也慢慢接受了一次性筷子的使用。

我们小组调查的主题是厦门市民和大学生对一次性筷子的了解和使用原因。我们发现，一次性筷子在我们的生活中几乎无处不在，校外的餐馆，不少使用的是一次性筷子，甚至校内的食堂，也有使用一次性筷子。在厦门很多餐馆里，一次性筷子的使用量更是难以想象，如此大量的一次性筷子的使用，必将对我国的森林资源构成一个巨大的挑战。我们小组期望在调研的同时宣传一次性筷子对人体的危害，使广大市民和同学们了解一次性筷子的危害，一定程度上为祖国的环保做出一点努力。

我们还计划走访部分厦门和漳州的餐馆，了解一次性筷子的使用量以及商家选择的原因。有可能的话还会查阅相关文献，了解相关的法律法规，以及市民和同学们对相关的法律法规的认知度。

此外，在调研结果产生后，我们将相关调研结果通过网络等渠道进行宣传，使更多的人关注一次性筷子的问题，在日常生活中减少一次性筷子的使用。

## 3、调查对象

- (1) 厦门大学漳州校区学生
- (2) 厦门市市民
- (3) 厦门和漳州部分餐馆

## 4、调查形式和方法

以发放问卷、实地考察以及访谈结合三大方式开展我们的调查：

- (1) 对于厦门大学学生采用发放问卷的方式进行调查；
- (2) 对于厦门市市民采取发放问卷和针对性采访相结合的方式进行调查；
- (3) 对于餐馆经营者群体采用实地考察以及访谈结合的方式进行深入调查。

## 5、调查内容

### (1) 一次性筷子的使用量：

- ① 消费者的使用量情况
- ② 餐馆使用量情况
- ③ 学校使用量情况

### (2) 一次性筷子如此受青睐的原因：

- ① 消费者对一次性筷子的青睐原因
- ② 餐馆对一次性筷子青睐的原因

③ 学生对一次性筷子青睐的原因

**(3) 人们对一次性筷子危害性的了解:**

① 消费者对一次性筷子的危害性的了解

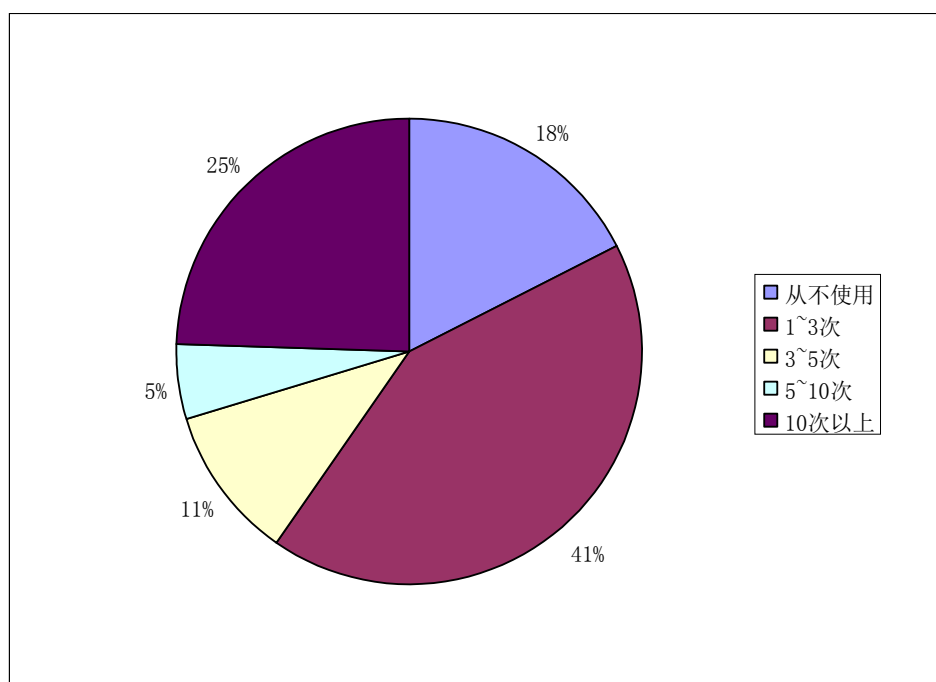
② 餐馆对一次性筷子的危害性的了解

③ 学生对一次性筷子的危害性的了解

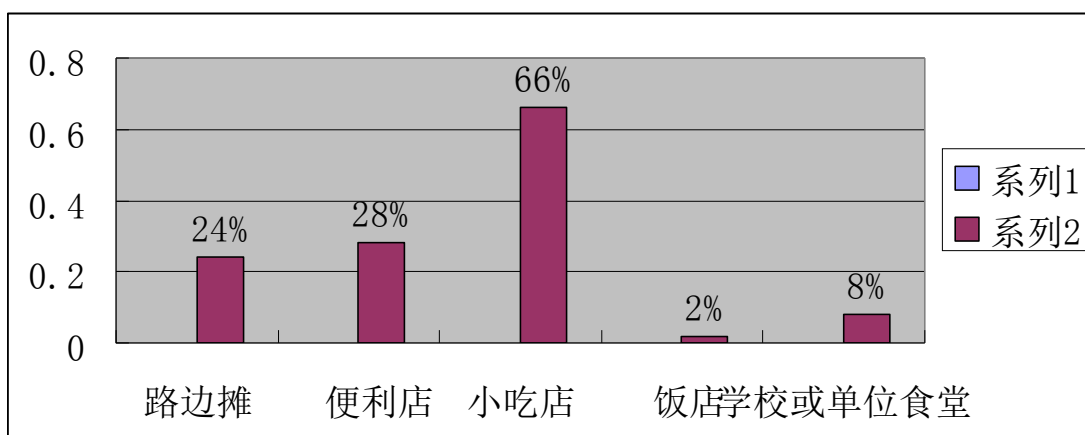
## 6、调查结果 (调查问卷原件详见附件)

**(1) 对社会群体的调查结果**

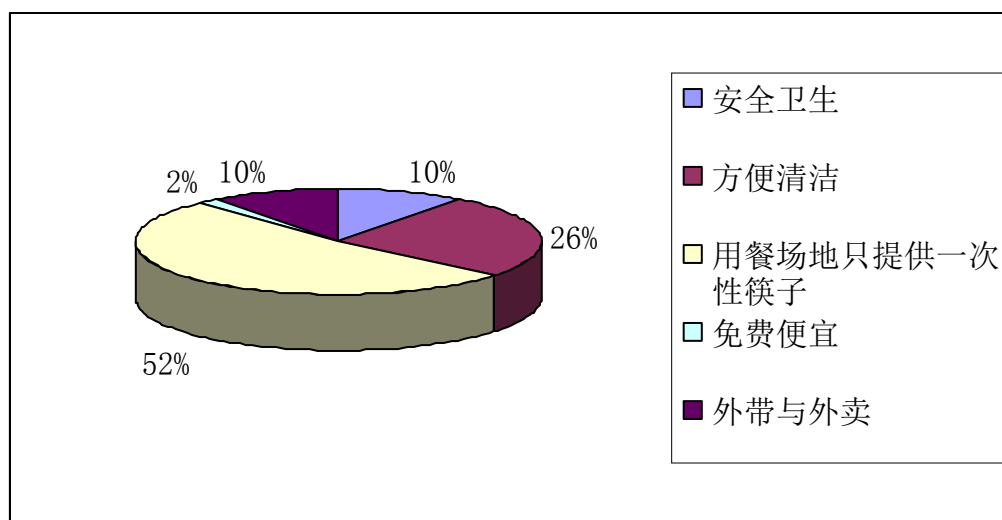
第 1 题: 你一周使用一次性筷子的次数是? (若选 1, 则跳至第 5 题)



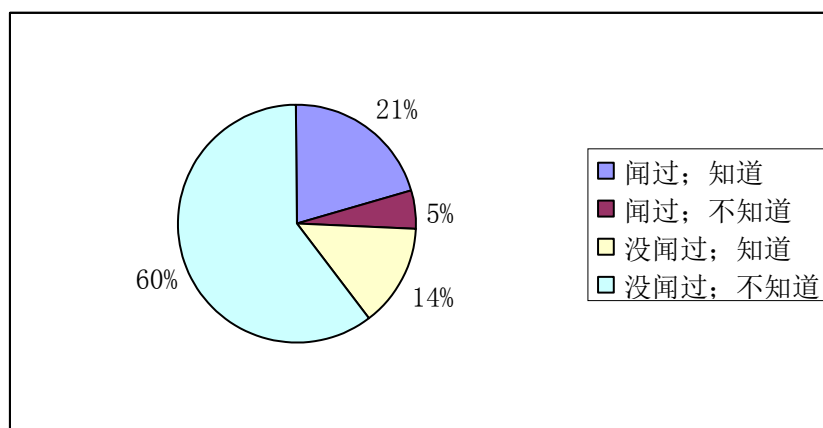
第 2 题: 您通常在哪些地方使用一次性筷子? (可多选)



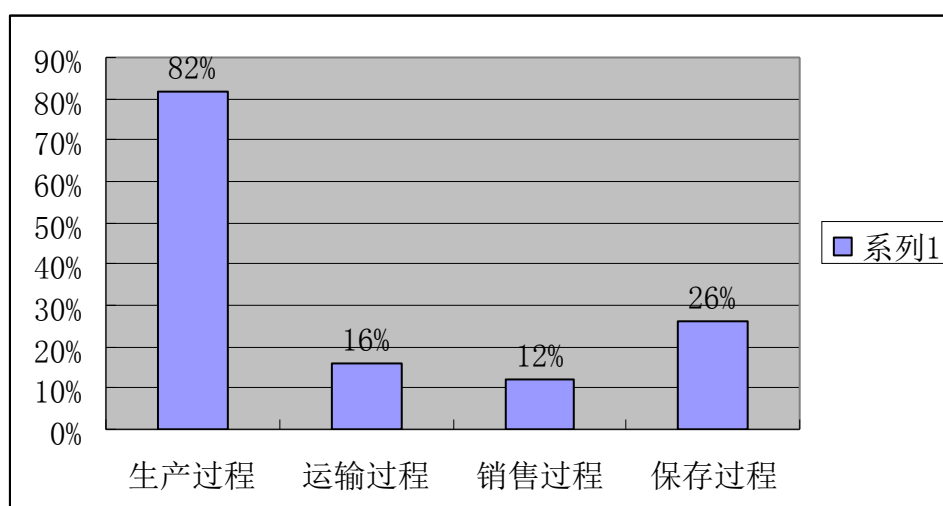
第 3 题: 您选择一次性筷子的原因是? (可多选)



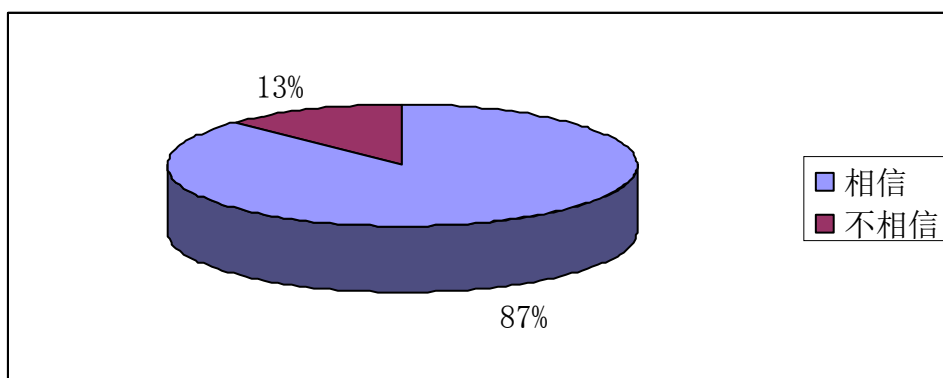
第 4 题：您用一次性筷子前是否闻过它的气味？听说过“硫磺筷子”吗？



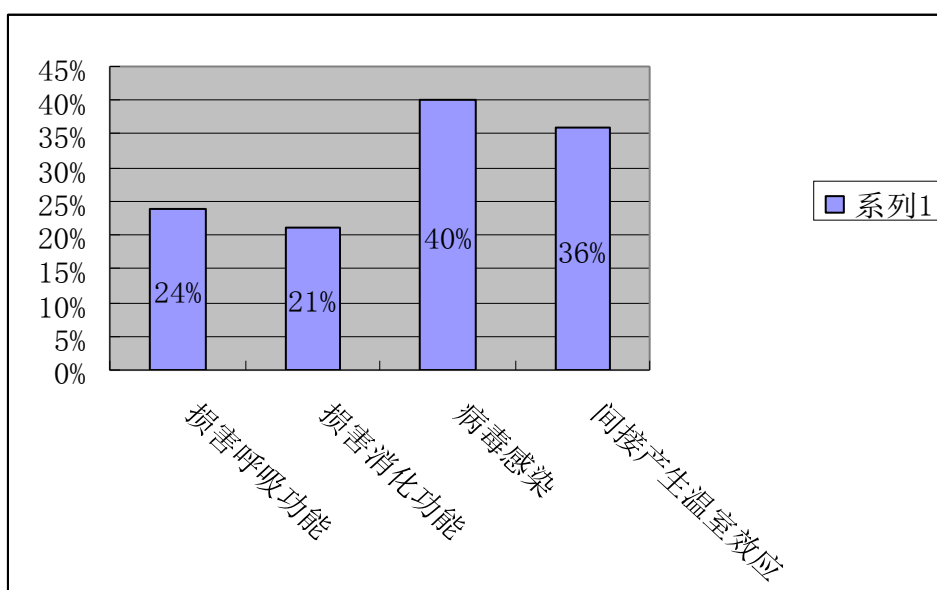
第 5 题：你认为一次性筷子的卫生问题会出现在？（可多选）



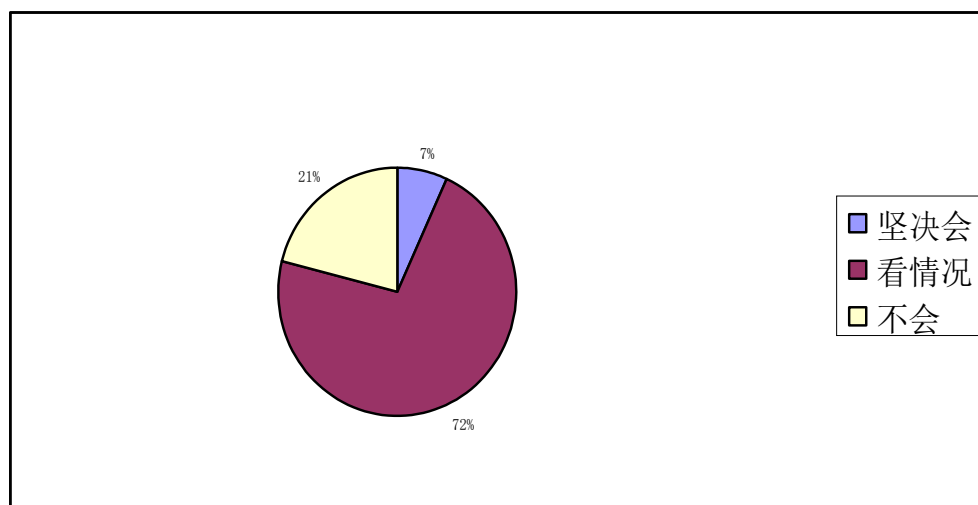
第 6 题：如果每人一天少用一双一次性筷子，那么平均一年会节约 6000 万棵树，你相信吗？



第 7 题：一次性筷子隐藏四大危害你都知道哪些？（可多选）

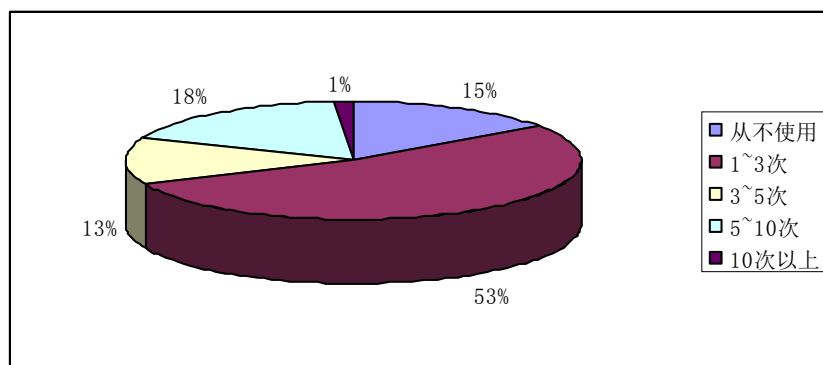


第 8 题：今后你去吃饭会拒绝使用一次性筷子吗？和别人一起吃饭时，你会劝说他们不使用一次性筷子吗？

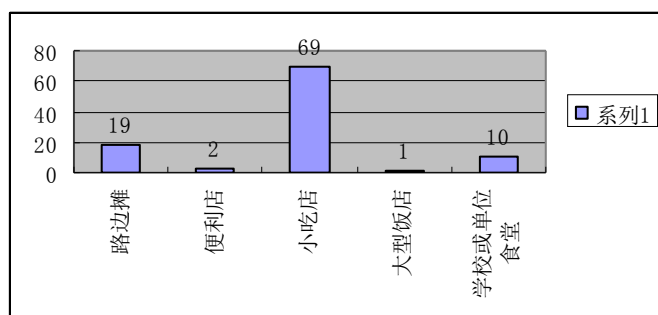


## (2) 对大学生的调查结果

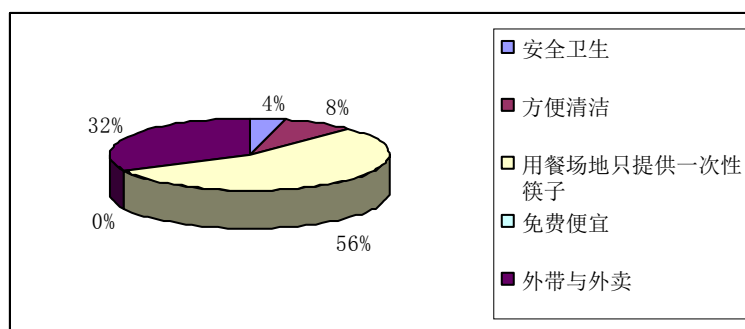
第 1 题：你一周使用一次性筷子的次数是？（若选 1，则跳至第 5 题）



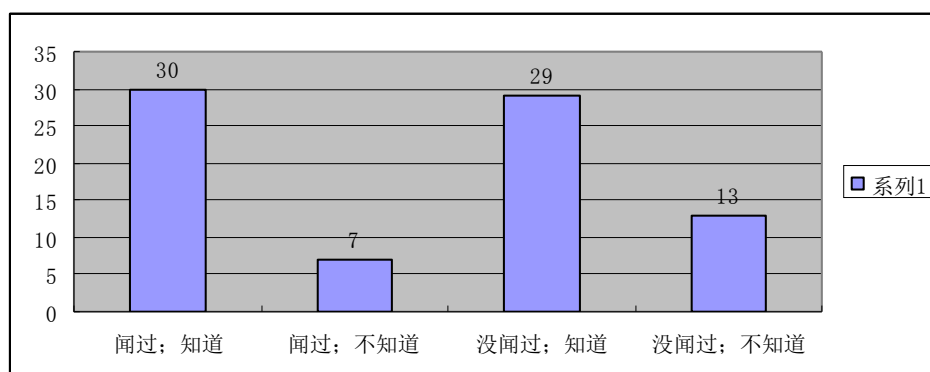
第 2 题：您通常在哪些地方使用一次性筷子？（可多选）



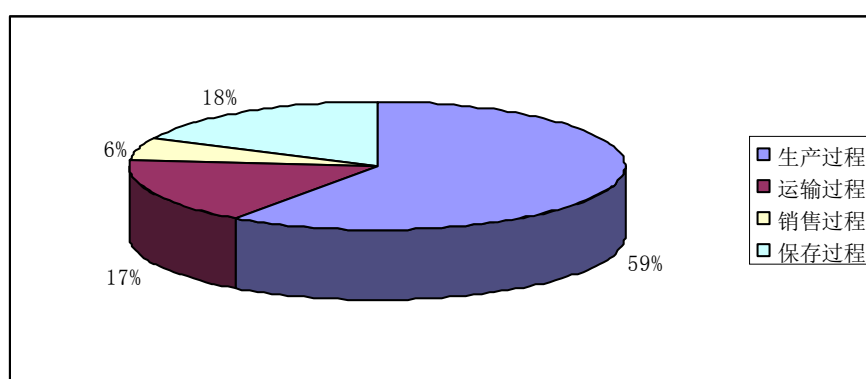
第 3 题：您选择一次性筷子的原因是？（可多选）



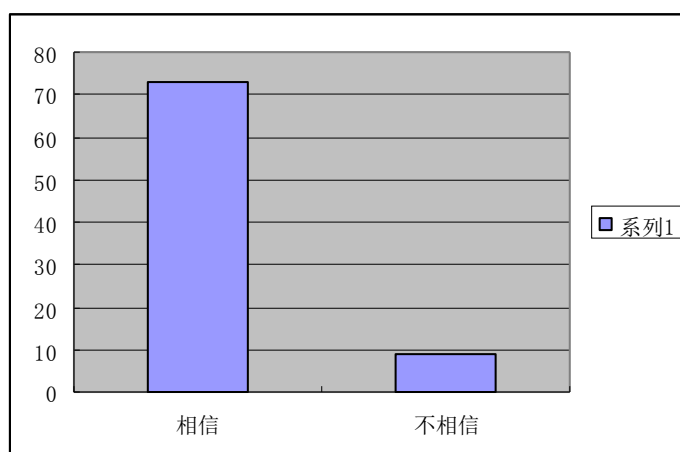
第 4 题：您用一次性筷子前是否闻过它的气味？听说过“硫磺筷子”吗？



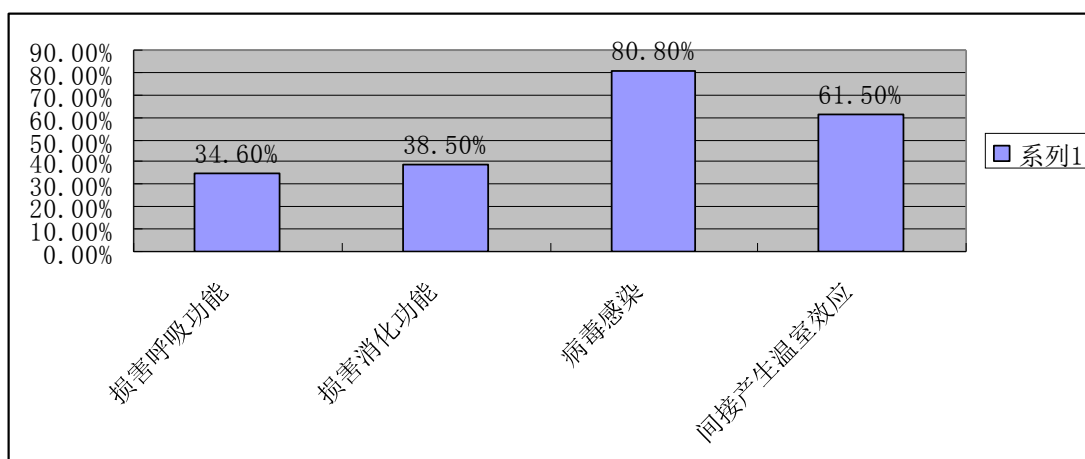
第 5 题：你认为一次性筷子的卫生问题会出现在？（可多选）



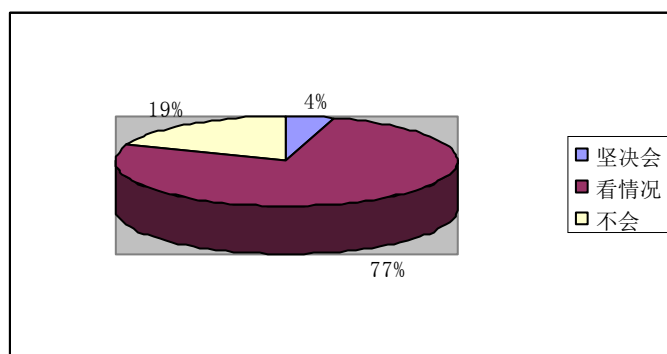
第 6 题：如果每人一天少用一双一次性筷子，那么平均一年会节约 6000 万棵树，你相信吗？



第 7 题：一次性筷子隐藏四大危害你都知道哪些？（可多选）



第 8 题：今后你去吃饭会拒绝使用一次性筷子吗？和别人一起吃饭时，你会劝说他们不使用一次性筷子吗？



### (3) 对商家的调查结果（共 10 家）

第一题：每周大概一次性筷子的用量？（或是订购一次性筷子情况：即多久订购一次以及每次订购多少）

- ①几乎不用：2 家
- ② 100 双左右/天：3 家
- ③ 200 双左右/天：2 家
- ④ 300 双左右/天：3 家

第二题：是否只提供一次性筷子？

- ①是：8 家
- ②否：2 家

第三题：为什么选择提供一次性筷子？

- ①外带：2 家
- ②方便、不用洗：4 家
- ③客户要求用一次性筷子：4 家

第四题：商家对一次性筷子的了解：

a. 您用一次性筷子前是否闻过它的气味？听说过“硫磺筷子”吗？

- A.是，有：1 家
- B.是，没有：3 家
- C.否，有：2 家
- D.否，没有：4 家

b.你认为一次性筷子的卫生问题会出现在？

- A.生产加工过程：5 家
- B.贮藏运输过程
- C.销售过程
- D.食店保存过程：2 家

E. 不觉得有卫生问题：3 家

c. 次性筷子隐藏四大危害你知道哪些？

A. 损害呼吸功能 B. 损害消化功能 C. 病菌感染：5 家 D. 一次性筷子还有可能产生“温室效应”：2 家 E. 不觉得有危害：3 家

第五题：对一次性筷子有什么建议或者是对一次性筷子有什么看法？

1. 可以贵点，但求质量好点；
2. 希望能够取缔，但前提是不影响赚钱；
3. 一次性筷子实在不卫生，希望禁用；
4. 希望一次性筷子做长点，使用起来能够像真正筷子一样；

（以上是来自 4 家商家的意见和看法，其他商家没什么看法。另外老板们一致说：一次性筷子还是蛮贵的，但是总的比较起来，还是比多次利用的筷子要划算。）

## 7、结论

我们此次调查目的在于了解厦门市部分人群一次性筷子的使用量情况以及对一次性筷子的了解，主要调查对象为社会群体及大学生群体。

**对使用者的调查显示：**

(1). 社会群体将近一半的人表示一周内一次性筷子的使用量在 1~3 双，四分之一的使用频率为 10 双以上，亦有将近五分之一的人表示从未使用一次性筷子。大学生群体则有一半以上每周使用 1~3 双筷子，仅有 1% 一周内会使用 10 双以上一次性筷子，从未使用一次性筷子的占了 15%。

(2). 超过三分之二使用一次性筷子都是主要在小吃店使用一次性筷子，这点社会群体与大学生群体是相同的，大学生还有不少是在学校食堂使用。

(3). 一次性筷子如此受人们青睐或许是不得不青睐，超过一半的被调查者都表示因为用餐场地只提供一次性筷子才使用一次性筷子，社会群体青睐一次性筷子的原因还主要有一次性筷子比较安全卫生、方便清洁，而大学生主要是因为外卖或外带食物，究其原因还是用餐场地只提供一次性筷子。

(4). 大部分社会群体（60%）都表示没闻过一次筷子的的气味，也不知道一次性筷子制作过程中用到硫磺漂白会导致有二氧化硫残留，而大学生超过一半的都知道一次性筷子中会因制作过程而残留二氧化硫，也闻过一次筷子的的气味。

(5). 一次性筷子的卫生问题社会团体及大学生群体都认为首要出在生产过程，其次是保存过程，而后是运输过程及销售过程。

(6). 绝大多数人相信每人一天少用一双一次性筷子，那么平均一年会节约 6000 万棵树。由此可见，很多人知道一次性筷子使用会给林木资源带来很大的浪费，减少一次性筷子的使用量将会对减少很多这样的资源浪费。

(7). 社会群体及大学生对于一次性筷子潜在的危害首先想到是病菌感染，其次是会间接产生“温室效应”，大多数表示对一次性筷子会带来的危害认识不全面。

(8).即使知道一次性筷子会对森林资源造成很大的浪费，也会对人体造成一定的伤害，很多人对于今后是否会继续使用一次性筷子仍表示要看情况而定。

**对商家的调查结果显示（总共调查了 10 家商家）：**

(1) 2 家商家一周内几乎不购进一次性筷子，每周使用量在 100 双左右的商家有 3 家，2 家表示一周内购进 200 双左右，3 家商家一周内购进的一次性筷子的量在 300 左右。

(2) 五分之四的商家都只提供一次性筷子。

(3) 五分之二商家选择一次性筷子的原因是方便、不用清洗，五分之二表示客人要求使用一次性筷子，另有五分之一的商家表示食物外带时需要使用一次性筷子。

(4) 十分之三的商家表示听说过“硫磺筷子”，其余则没有，五分之二商家都有闻过一次筷子的气味，五分之三则没有闻过。

(5) 有 5 家认为一次性筷子的卫生问题会出在生产过程中，2 家表示会出在商家保存过程中，3 家表示不会有卫生问题。

(6) 5 家商家认为一次性筷子的使用会存在病菌感染的问题，2 家认为会造成“温室效应”3 家认为不会存在危害。

(7).以下为商家对于一次性筷子使用的一些看法与建议：

- 可以贵点，但求质量好点；
- 希望能够取缔，但前提是不影响赚钱；
- 一次性筷子实在不卫生，希望禁用；
- 希望一次性筷子做长点，使用起来能够像真正筷子一样；

另外商家一致表示：一次性筷子还是蛮贵的，但是总的比较起来，还是比多次利用的筷子要划算。

**综上所述调查结果：**

我们不难看出，一次性筷子的使用量无论在社会群体中还是大学生群体中都不少，绝大部分使用一次性筷子的地点是小吃店，而很多小吃店只提供一次性筷子，人们不得不使用，当然也部分人选择使用一次性筷子是因为认为它比较安全卫生、方便清洁。大学生对于一次性筷子的了解会比社会群体多，但依然在使用着不仅浪费森林资源，而且对人体健康会造成威胁的一次性筷子。对于会造成一次性筷子卫生问题的环节，人们都很相信生产环节会造成卫生问题。对于一次性筷子存在的危害，人们首先想到的是病菌感染，但是一次性筷子存在的不仅，也不简单是病菌感染问题，制作过程残留的二氧化硫、石蜡会对人体造成更大的伤害。

虽然一次性筷子的使用的确给人们的生活带来了一点的便利，也节省了商家的在这方面的成本，但这些都与它所带来的问题相比而言，都显得不那么意义重大了，如若我们每个人从现在开始抵制使用一次性筷子，那么我们将可以为我们的后代留下更多的森林资源，也可以保护我们自己，让我们远离二氧化硫以及石蜡将给我们的身体带来的危害。

#### 附件：关于一次性筷子的相关调查

第 1 题：你一周使用一次性筷子的次数是？（若选 1，则跳至第 5 题）

- 1.从不使用      2.一到三次      3.三到五次      4.五到十次      5.十次以上

第 2 题：您通常在哪些地方使用一次性筷子？（可多选）

- 1.路边摊      2.便利店      3.小吃店      4.大型饭店      5.学校或单位食堂      6.你

第 3 题：您选择一次性筷子的原因是？（可多选）

- 10.安全卫生      2.方便清洁      3.用餐场所只提供一次性筷子

- 4.一次性筷子免费提供，非一次性筷子要收费      5.食物外卖或外带      6.你的观点：

第 4 题：您用一次性筷子前是否闻过它的气味？听说过“硫磺筷子”吗？

- 1.是，有      2.是，没有      3.否，有      4.否，没有

第 5 题：你认为一次性筷子的卫生问题会出现在？（可多选）

- 1.生产加工过程      2.贮藏运输过程      3.销售过程

- 4.食店保存过程      5.你的观点：

第 6 题：如果每人一天少用一双一次性筷子，那么平均一年会节约 6000 万棵树，你相信吗？

- 1.相信      2.不相信      3.你的观点：

第 7 题：一次性筷子隐藏四大危害你都知道哪些？（可多选）

- 1.损害呼吸功能      2.损害消化功能      3.病菌感染

- 4.一次性筷子还有可能产生“温室效应”

5.你的观点：

第 8 题：今后你去吃饭会拒绝使用一次性筷子吗？和别人一起吃饭时，你会劝说他们不使用一次性筷子吗？

- 1.坚决会      2.看情况      3.不会      4. 你的观点：

## 四、总结

实践是检验真理的唯一标准。我们小组选取当今社会的热点话题，将知识应用到检验一次性筷子中  $\text{SO}_2$  含量的具体实践之中，不仅加深了对知识的理解，而且在实践中提高了动手能力，加强了团队合作。

我们的课题分为实验和实践两部分。实验部分，我们分别设计了三个各具特色的实验来检测一次性筷子中  $\text{SO}_2$  含量。三个实验各有成败，实验结果也相差较大，但我觉得最重要的还是实验的过程。在实验前我们进行了精心的设计，既借鉴学长学姐们的经验，又加入了我们独创性的思想和方法。实验过程中，我们又根据实际情况进行适当调整和改进，比如说按

分光光度法的原方法是直接收集  $\text{SO}_2$ ，但考虑到  $\text{SO}_2$  量比较微小且在收集的过程中可能会导致  $\text{SO}_2$  的损失，最后我们决定直接将  $\text{SO}_2$  转化为  $\text{SO}_3^{2-}$ ，这样既可以大大减小实验的误差，又可以使操作简便化。在实验中考验的是团队合作的能力，这将极大关系到整个实验的成败。实验过程中，各个实验小组的成员通力合作，各尽其能，发挥长处，实现互补，这样提高了实验的效率，也让组员收获合作的快乐，加强了交流和合作的能力，得到锻炼。

实践部分我们采用问卷调查与实际走访相结合的方式。问卷调查比较原始，也比较简单，可操作性强，实际走访就有些困难。刚开始时，由于惯性思维不敢大胆去提问，当采访第一个成功时，我们也不再拘谨，主动大胆提问。市民和商家也非常配合，非常耐心地接受我们的采访，回答我们的问题。在采访过程中，我们也积极宣传环保知识，倡议他们减少使用一次性筷子，共同保护大自然，提高公民的环保意识。各位组员在实践中体验到未曾有的乐趣，锻炼了口才，了解了社情、民情。

在这次无机课外实践中，我们收获知识、习得经验、加深友情。在以后的学习之路上，我们要主动地参与社会实践，锻炼自己，提升能力。

#### 参考文献：

- [1] 天涯社区，百度百科，《关于在餐饮与饭店业开展减少使用一次性筷子工作的通知》
- [2] 一次性筷子危害，<http://wenku.baidu.com/view/8d0c4c205901020207409cd4.html>，2011-6-17,
- [3] 邻二氮菲与二价铁的配合，<http://www.jyu.edu.cn/huaxue/kejian/yiqifenxin/syja>，2011-7-17



## 水产养殖水质部分项目检测

组长：吴晓银

组员：陈志勇，黄俊杰，赵芳祺，肖倩，汤斌，黄吉祥，曹可，王雨薇

**摘要：**本实验主要对厦门大学漳州校区附近水产养殖的水进行水质中氮含量，磷含量，水中 COD 及溶解氧量进行检测，大致判断该水质的污染程度。

**关键词：**水质分析 溶解氧 水中 COD 氮含量 磷含量

### 一、概述

在现如今的水产养殖过程中，养殖户所投放的饲料经常是大于真正被水产品所消耗的饲料量，而且养殖饲料中含有大量的含磷和氮的有机物，导致养殖水中磷氮有机物含量增加，水质富营养化，污染。本小组欲了解厦门大学漳州校区附近水产养殖的水质情况，但我们的时间及条件有限，所以确定本小组的研究主题为《水产养殖水质部分项目检测》。

### 二、实验部分

#### 1、水样中总磷的测定

##### (1) 实验原理

在酸性溶液中，将各种形态的磷转化成磷酸根离子( $\text{PO}_4^{3-}$ )。随之用钼酸铵和酒石酸锑钾与之反应，生成磷钼锑杂多酸，再用抗坏血酸把它还原，则变成蓝色络合物，通常即称磷钼蓝。

砷酸盐与磷酸盐一样也能生成钼蓝，砷浓度大于 2 mg/L 就会有干扰，可用硫代硫酸钠去除。硫化物浓度大于 2 mg/L 有干扰，在酸性条件下通氮气可以除去。六价铬浓度大于 50 mg/L 有干扰，用亚硫酸钠除去。亚硫酸盐的浓度大于 1 mg/L 就会有干扰。用氧化消解或加氢磺酸均可以去除。铁浓度为 20 mg/L，使结果偏低 5%；铜达到 10 mg/L 不干扰测定；氟化物小于 70 mg/L 是允许的。

##### (2) 实验内容

###### (1) 钼酸铵溶液的配制

①溶解 6.5 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 50 mL 蒸馏水中

②溶解 0.18 g 酒石酸锑钾 $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 1/2\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 50 mL 蒸馏水中

③在不断搅拌下，将 (1) 钼酸铵溶液徐徐加入到 150 mL (1+1) 硫酸中，加入 (2) 酒石酸锑钾溶液并且混合均匀。

(2) 10 % (m/V) 抗坏血酸溶液的配制

溶解 10 g 抗坏血酸于水中，并稀释到 100 mL。该溶液储存于棕色瓶中，置于低温下。

(3) 5 % (m/V) 过硫酸钾溶液的配制

溶解 5 g 过硫酸钾于水中，并稀释至 100 mL。

(4) 磷酸盐标准溶液的配制

①称取 0.1085 g 磷酸二氢钾溶液溶解后转入 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，即得 0.100 mg/mL 磷储备液。

②吸取 5.00 mL 储备液于 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，即得磷含量为 2.00  $\mu\text{g/mL}$  的标准溶液。此溶液现配现用。

(5) 标准曲线的绘制

①取数支 50 mL 具塞比色管，分别加入磷酸盐标准使用液 0mL, 0.50 mL, 1.00 mL, 3.00 mL, 5.00 mL, 10.00 mL, 15.00 mL, 加水至 50 mL。

②显色：向比色管中加入 10 mL 10 % (m/V) 抗坏血酸溶液，混匀；30 s 后，加入 2 mL 钼酸盐溶液充分混匀，放置 15 min。

③测量：用 10 mm 或 30 mm 比色皿，于 700 nm 波长处，以 0 浓度溶液为参比，测量吸光度。

(6) 水样的预处理:过硫酸钾常压消解法

分取适量混匀水样(含磷不超过 30  $\mu\text{g}$ )于 150 mL 锥形瓶中，加水至 50 mL，加数粒玻璃珠，加 1 mL 3+7 硫酸溶液，5 mL 5 % 过硫酸钾溶液，置电热板或可调电炉上加热煮沸，调节温度使保持微沸 30 ~ 40 min，至最后体积为 10 mL 止。放冷，加 1 滴酚酞试剂，滴加氢氧化钠溶液至刚呈微红，再滴加 1 mol/L 硫酸溶液使红色褪去，充分摇匀。如溶液不澄清，则用滤纸过滤于 50 mL 比色皿中，用水洗锥形瓶及滤纸，一并移入比色管中，加水至标线，供分析用。

(7) 水样测定

取消解处理后的水样，向比色管中加入 10 mL 10 % (m/V) 抗坏血酸溶液，混匀；30 s 后，加入 2 mL 钼酸盐溶液充分混匀，放置 15 min。用 10 mm 或 30 mm 比色皿，于 700 nm 波长处，以 0 浓度溶液为参比，测量吸光度。

(8) 数据处理

①标准溶液的绘制

以吸光度 A-A0 为纵坐标，磷含量 ( $\mu\text{g}$ ) 为横坐标绘制标准曲线。

②结果计算

$$\text{磷(P, mg / L)} = m/V$$

式中：m——由校准曲线查得磷量， $\mu\text{g}$

V——水样体积，mL

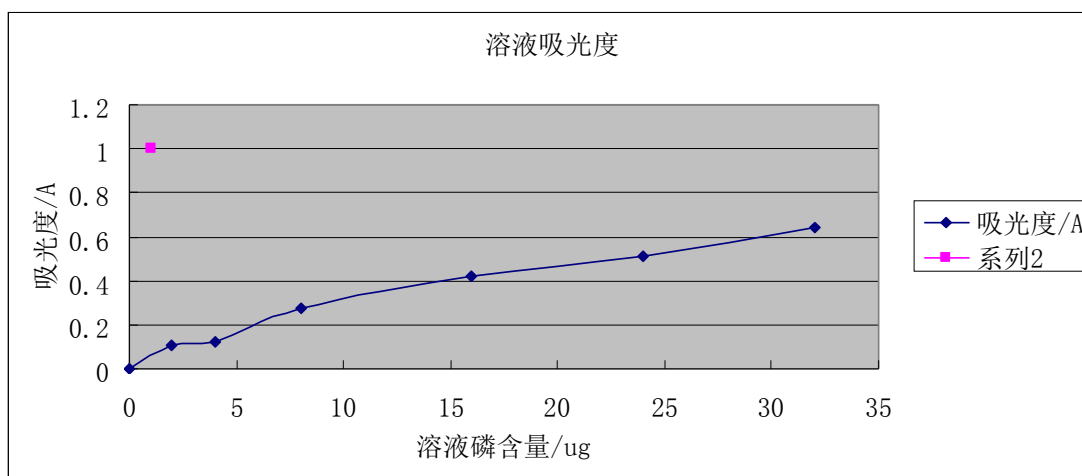
(3) 实验结果

## 标准与水样测定结果

|        |     |       |       |       |       |       |       |       |
|--------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 标准液加入量 | 0.0 | 1.0   | 2.0   | 4.0   | 8.0   | 12.0  | 16.0  | 水样    |
| /mL    |     |       |       |       |       |       |       |       |
| A      | 0   | 0.108 | 0.122 | 0.274 | 0.421 | 0.509 | 0.641 | 0.293 |

标准曲线绘制

|                      |     |       |       |       |       |       |       |       |
|----------------------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 标准使用液加入量             | 0.0 | 1.0   | 2.0   | 4.0   | 8.0   | 12.0  | 16.0  | 水样    |
| /mL                  |     |       |       |       |       |       |       |       |
| 磷含量浓度/ $\mu\text{g}$ | 0.0 | 2.0   | 4.0   | 8.0   | 16.0  | 24.0  | 32.0  | 6.0   |
| 吸光度值/A               | 0   | 0.108 | 0.122 | 0.274 | 0.421 | 0.509 | 0.641 | 0.293 |



水样吸光度: 0.2390 A

水样中的含磷量: 7.0  $\mu\text{g}$

水样总磷含量: 0.028  $\mu\text{g/mL}$  或 28  $\text{mg/m}^3$

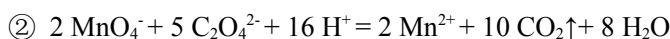
## 结果分析

1. 在实验中对水样的稀释操作会对实验结果造成误差。
2. 抗坏血酸溶液的配制浓度误差很大, 不能完全还原磷, 会导致实验结果偏小。

## 2、水中化学需氧量 (COD) 的测定

### (1) 实验原理

① 化学需氧量 COD 是指在特定条件下, 采用一定强氧化剂处理水样时, 消耗氧化剂所相当的氧量, 反映水中受还原性物质污染的程度。



水样加入硫酸酸化后, 加入一定量高锰酸钾标准溶液, 并在沸水浴中加热一段时间。然后加入草酸钠溶液与过量的高锰酸钾反应, 再用高锰酸钾回滴过量的草酸钠。

③ 通过计算求得高锰酸盐指数 ( $\text{O}_2$ ,  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ )

$$\text{高锰酸钾指数} = [5C_{\text{KMnO}_4} \cdot (V_1 + V_2)_{\text{KMnO}_4-2} C_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot V_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}] \cdot 8 \cdot 1000 / V_{\text{水样}}$$

### (2) 实验步骤

① 0.002 mol/L  $\text{KMnO}_4$  溶液的配制

量筒量取实验室准备的 0.02 mol/L 的  $\text{KMnO}_4$  溶液 20 mL，加水稀释至 200 mL 储存于棕色瓶中，避光保存。

## ② 0.0050 mol/L $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 标准溶液的配制

准确称取经 105 °C 烘干 2 h 的  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  基准物质 0.1675 g 于烧杯中，加入约 20 mL 去离子水，使之溶解，转移至 250 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

## ③ 水中 COD 的测定

移取 100 mL 水样于锥形瓶中，加 5 mL (1+3) 硫酸溶液，摇匀。加入 10.00 mL  $\text{KMnO}_4$  溶液 ( $V_1$ )，摇匀，立即放入沸水浴中加热 30 min (从水浴重新沸腾起计时，沸水溶液面要高于反应溶液的液面)。趁热加入 10.00 mL  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  标准溶液 ( $V$ )，摇匀，立即用  $\text{KMnO}_4$  溶液滴定至溶液呈微红色，记下  $\text{KMnO}_4$  溶液的消耗体积 ( $V_2$ )。重复测定三次。

## ④ $\text{KMnO}_4$ 溶液的标定

将上述已滴定完毕的溶液加热至 65 ~ 85 °C，准确加入 10.00 mL  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  标准溶液，再用  $\text{KMnO}_4$  溶液滴定至呈现微红色，记下  $\text{KMnO}_4$  溶液消耗的体积。计算  $\text{KMnO}_4$  溶液的准确浓度。平行标定三份。

### (3) 实验数据及结果

$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  基准物质: 0.1675 g 0.00125 mol 0.0050 mol/L (250 mL)

测定:

| 组别                                | 1     | 2     | 3     |
|-----------------------------------|-------|-------|-------|
| 水样 (100 mL)                       | 100   | 100   | 100   |
| (1+3) 硫酸                          | 5     | 5     | 5     |
| $\text{KMnO}_4$ ( $V_1$ )         | 10.00 | 10.00 | 10.00 |
| $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ | 10.00 | 10.00 | 10.00 |
| $\text{KMnO}_4(V_2)$              | 10.80 | 11.00 | 10.60 |

高锰酸盐指数=3.9620 ( $\text{O}_2$ , mg/L)

标定

|                                   |       |       |       |
|-----------------------------------|-------|-------|-------|
| $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ | 10.00 | 10.00 | 10.00 |
| $\text{KMnO}_4$                   | 10.40 | 10.45 | 10.50 |

$\text{KMnO}_4$  浓度: 0.001914 mol/L 平均相对偏差: 0.3 %

### (4) 注意事项

① 草酸钠标定高锰酸钾时，开始时滴定速度应很慢，待溶液中产生二价锰离子而是反应速率加快时，滴定速度才逐渐加快，当滴定至微红色并保持 30 s 不褪色，即为滴定终点。

② 本方法适用于氯离子含量不超过 300  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  的水样。若含量超过，则可将水样稀释，或加入硫酸银除去氯离子。

③ 本方法适用于高锰酸盐指数不大于 5  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}\text{O}_2$  的水样。若超过，则可酌情分取少量水样，并用水稀释后测定，但测定结果必须做稀释倍数的空白扣除。

### 3、氨氮的测定(纳氏试剂比色法)

#### (1) 实验原理

碘化汞和碘化钾的碱性溶液与氨反应水解生成淡红色胶态化合物，其色度与氨氮含量成正比，可在波长 410~425 nm 范围内测其吸光度，计算其含量。本法最低检出浓度为 0.025 mg/L(光度法)，测定上限为 2 mg/L。

实验仪器：分光光度计，25 mL 比色管(15 支)，蒸馏烧瓶(1 L)，冷凝管，锥形瓶，接液管

#### 实验试剂

蒸馏水，奈斯勒试剂，盐酸(1 mol/L)，氢氧化钠溶液(1 mol/L)，磷酸盐缓冲溶液(pH = 7.4)，氯化铵标准溶液(N 含量 0.01 mg/mL)，0.05%溴百里酚蓝指示剂，稀硫酸溶液(0.01 mol/L，3 mol/L)。

#### (2) 实验步骤

① 将 500 mL 振荡均匀的水样注入蒸馏烧瓶中，加数滴溴百里酚蓝指示剂，用 1mol/L 的盐酸或氢氧化钠溶液调节 pH 至中性(若水样不为中性)。加入 10 mL 磷酸盐缓冲溶液，加数粒瓷片(用碎砖块代替)防止暴沸。

② 将冷凝管，接液管及锥形瓶等仪器装上，并将冷凝管末端插入盛有 10 mL 0.01mol/L 硫酸溶液的锥形瓶中，然后进行蒸馏，待蒸出 200 mL 左右时，用一支小试管接取几滴蒸馏液，加一滴奈斯勒试剂，如无颜色出现，说明氨已完全蒸出，可将蒸馏液全部倒入 250mL 容量瓶中，并用蒸馏水定容。

③ 吸取容量瓶中的馏出液 25.00 mL 于比色管中。另外分别吸取氯化铵标准溶液 0.0，0.2，0.4，0.6，0.8，1.5，2.0，3.0，4.0，5.0，6.0，8.0 及 10.0 mL 于比色管中，用 3 mol/L 的稀硫酸溶液稀释至刻度。

④ 在水样管及标准管中各加 1.0 mL 的奈斯勒试剂，混合均匀。

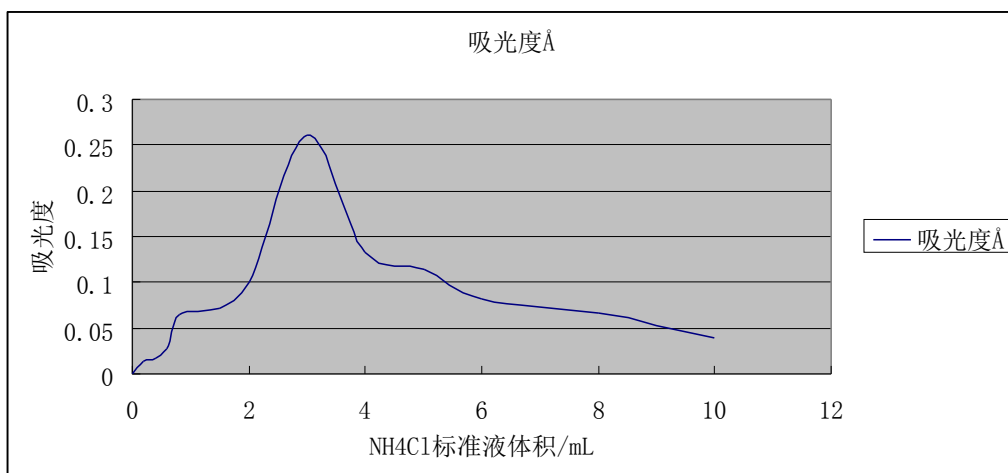
⑤ 静置 10 min 后，于 400~425 nm 波长，在分光光度计上测定其光密度。

⑥ 记录数据并计算结果。

#### (3) 数据的记录与分析

选用波长  $\lambda = 420 \text{ nm}$ ，水样的吸光度  $\bar{A} = 0.132$

|                                 |           |           |           |           |           |           |           |
|---------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| NH <sub>4</sub> Cl 标准液体<br>积/mL | 0.0       | 0.2       | 0.4       | 0.6       | 0.8       | 1.5       | 2.0       |
| 吸光度 $\bar{A}$                   | 0.0<br>00 | 0.0<br>14 | 0.0<br>17 | 0.0<br>27 | 0.0<br>64 | 0.0<br>71 | 0.10<br>0 |
| NH <sub>4</sub> Cl 标准液体<br>积/mL | 3.0       | 4.0       | 5.0       | 6.0       | 8.0       | 10.       |           |
| 吸光度 $\bar{A}$                   | 0.2<br>60 | 0.1<br>33 | 0.1<br>15 | 0.0<br>81 | 0.0<br>67 | 0.0<br>40 |           |



从图表中我们可以知道我们所取的 25.00 mL 稀释后的溜出液中的氮含量相当于 2.2 mL 或者 4.0 mL 的  $\text{NH}_4\text{Cl}$  标准液中的氮含量。通过公式计算：

$$\text{氨氮 (N, mg/L)} = (V_1 \times 0.01 \times 250 \times 1000 / 25) / V$$

$V_1$  表示水样相当于  $\text{NH}_4\text{Cl}$  标准液的用量/mL

$V$  表示最初取用水样的体积/mL

通过计算可得：由 2.2 mL  $\text{NH}_4\text{Cl}$  标准液推算可获水样含氮量为 0.44 mg/L；由 4.0 mL  $\text{NH}_4\text{Cl}$  标准液推算可获水样含氮量为 0.80 mg/L。

#### 4、明矾絮凝修正法测水中溶解氧

##### (1) 实验原理

① 水样有色或含有藻类及悬浮物等，在酸性条件下消耗碘而干扰测定，需使用明矾絮凝消除。

② 水样中加入硫酸锰和碱性碘化钾，水中溶解氧将低价锰氧化成高价锰，生成四价锰的氢氧化物棕色沉淀。加酸后，氢氧化物沉淀溶解并与碘离子反应而释出游离碘。以淀粉作指示剂，用硫代硫酸钠滴定释出碘，可计算溶解氧的含量。

③ 本实验采用碘量法。在采集的水样中加入硫酸锰和氢氧化钠-碘化钾溶液，即产生氢氧化锰沉淀，在被水中的溶解氧氧化成 4 价。酸化后，4 价的锰将碘离子氧化，然后以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠滴定。



##### (2) 实验步骤

① 称取 22.3 g 四水合硫酸锰 ( $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  或 16.9 g  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) 溶于水，用水稀释至 50 mL。此溶加至酸化过的碘化钾溶液中，遇淀粉不得产生蓝色。

② 称取 35 g 氢氧化钠溶解于 30 ~ 40 mL 水中，另称取 15 g 碘化钾溶于 20 mL 水中，待氢氧化钠溶液冷却后，将两溶液合并，混匀，用水稀释至 100 mL。如有沉淀，则放置过夜后，倾出上清液，贮于棕色瓶中。用橡皮塞塞紧，避光保存。此溶液酸化后，遇淀粉应不呈蓝色。

③ 准确称取 1.8387 ~ 1.8388 g 重铬酸钾溶于水，转移至 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度。

称取 1.2 ~ 1.3 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  溶于煮沸后放冷的蒸馏水，加入 0.2 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ，稀释至 500 mL，储存于棕色玻璃试剂瓶。

④ 在锥形瓶中加入 1 g KI、50 mL 水，加入 25.00 mL  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  溶液，加入 5 mL (1+5) 硫酸，摇匀。暗处静置 5 min 后，用 0.01 mol/L  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  溶液滴定至淡黄色，加入 1 mL 淀粉指示剂，继续滴加到蓝色刚好褪去。记录用量，平行滴定三组。

⑤ 用吸管于液面下加入 10 mL 硫酸铝钾溶液，加入 1 ~ 2 mL 浓氨水，盖好瓶塞，颠倒混匀。放置 10 min，待沉淀物下沉后，取上层清液。

用吸管插入溶解氧瓶的液面下，加入 1 mL 硫酸锰溶液、2 mL 碱性碘化钾溶液，盖好瓶塞，颠倒混合数次，静置。待棕色沉淀物降至瓶内一半时，再颠倒混合一次，待沉淀物下降到瓶底。

⑥ 轻轻打开瓶塞，立即用吸管插入液面下加入 2.0 mL 硫酸。小心盖好瓶塞，颠倒混合摇匀，至沉淀物全部溶解为止，放置暗处 5 min。

⑦ 吸取 100.0 mL 上述溶液于 250 mL 锥形瓶中，用硫代硫酸钠溶液滴定至溶液呈淡黄色，加入 1 mL 淀粉溶液，继续滴定至蓝色刚好褪去为止，记录硫代硫酸钠溶液用量。

### (3) 注意事项：

① 如果水样中含有氧化性物质（如游离氯大于 0.1 mg/L 时，应预先于水样中加硫代硫酸钠去除。即用两个溶解氧瓶各取一瓶水样，在其中一瓶加入 5 mL 1+5 硫酸和 1 g 碘化钾，摇匀，此时游离出碘。以淀粉作指示剂，用硫代硫酸钠溶液滴定至蓝色刚褪，记下用量（相当于去除游离氯的量）。于另一瓶水样中，加入同样量的硫代硫酸钠溶液，摇匀后，按操作步骤测定。

② 如果水样呈强酸性或强碱性，可用氢氧化钠或硫酸溶液调至中性后测定。

### (4) 实验数据记录

|                                                                       |          |          |          |
|-----------------------------------------------------------------------|----------|----------|----------|
| $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 称取量：0.1235 g      浓度：0.001676 g/mol |          |          |          |
|                                                                       | 第一组      | 第二组      | 第三组      |
| 标定时消耗 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$                               | 27.20    | 27.30    | 27.25    |
| 体积/mL                                                                 |          |          |          |
| $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的浓度 g/mol                           | 0.009242 | 0.009209 | 0.009226 |
| $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的平均                                 |          | 0.009226 |          |
| 浓度 g/mol                                                              |          |          |          |
| 相对偏差                                                                  | 0.17%    | -0.17%   | 0.00%    |
| 平均相对偏差                                                                |          | 0.113    |          |
| 滴定消耗 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 体                              | 7.50     | 7.25     | 7.65     |
| 积/mL                                                                  |          |          |          |
| 溶解氧的含量 mg/L                                                           | 5.54     | 5.35     | 5.65     |

|          |       |        |       |
|----------|-------|--------|-------|
| 平均值 mg/L |       | 5.51   |       |
| 相对偏差     | 0.45% | -2.90% | 2.50% |
| 平均相对偏差   |       | 1.95%  |       |

#### (5) 实验中的问题分析:

1. 由于开始对实验中具体试剂的用量没有计算好, 导致在实验过程中出现问题, 经过讨论发现开始配置的重铬酸钾浓度过大, 所以在实验的进行过程中又重新进行计算, 打断了实验过程, 造成了一度的实验混乱。而且浪费了大量的试剂, 造成污染。

在下次实验中一定做好实验前的准备工作, 细心核查好每个数据, 不再打无准备之仗。

2. 由于人员较多, 大家之间没有沟通好, 实验过程中出现了, 药剂重复配制的事情发生, 且每一步实验相互之间的衔接不好。

3. 滴定过程中, 由于事先没有做好准备工作, 出现了滴定管漏液现象, 导致重做。

4. 由于是第一次自己主动设计完成试验, 许多地方考虑的不完善, 到真正实验的时候才发现问题重重。

### 3、 社会调查部分

本小组主要对厦门大学漳州校区附近的水产养殖户进行了简单的访问调查。经调查, 大多数养殖户主要养殖罗非鱼, 南美白对虾。养殖所用饲料的组要成分为:

罗非鱼饲料原料组成:

海水或网箱养殖罗非鱼的配方: 麸皮 30%、豆饼 35%、鱼粉 15%、玉米粉 5%、槐叶粉 5%、大麦粉 8.5%、生长素 1%、食盐 0.5%。

流水或网箱养殖罗非鱼的配方: 草粉 20%、鱼粉 3%、豆饼 20%、玉米蛋白粉 20%、米糠 20%、麸皮 10%、玉米面 5.5%、骨粉 1%、食盐 0.5%。

池塘养罗非鱼的配方: 干猪粪或牛粪 50%、麸皮 37%、芝麻渣 10%、鱼粉 2%、骨粉 1%。

南美白对虾饲料原料组成: 鱼粉 27%、饼粕 35%、全麦 5 %、虾糠 6%、酵母 6%、鱿鱼内脏粉 5%、麦饭石 2%、预混料 14%、

在养殖过程中, 不少养殖户因片面追求产量, 不断向养殖水体投放饲料及肥料等, 不但使养殖成本上升, 而且使水质不断恶化, 影响水产品的生长乃至生存, 导致养殖效益低。

### 4、 总结

我们查找到的水产养殖水质参数显示:

1、 色、臭、味 海水养殖水体不得有异色、异臭、异味

2、溶解氧含量 氧是水产生物的生命元素。长期缺氧, 水产动物生长减慢; 严重缺氧, 鱼虾会浮头, 而且水产  $H_2S$ 、 $NH_3$ 、 $NO_2$  等得不到氧化分解, 毒性增大。保持足够溶氧可分解转化有毒物质。水中溶解氧最低应保持在 3 mg/L, 一般应保持在 5 ~ 8 mg/L 之间。溶氧过高会

导致鱼类患气泡病。

3、氨氮 ( $\text{NH}_3\text{-N}$ ) 含量在 0.6 mg/L 以下。氨氮的毒性与水的 pH 值有关, pH 值高时, 氨氮可转化为对鱼虾有很大毒性的分子态氨, 抑制鱼虾生长, 损害鳃组织, 加重鱼病。分子态氨在 0.2 ~ 0.5 mg/L 的致死浓度下, 会使水产动物急性中毒而死亡。鱼虾在发生氨急性中毒时, 会表现为严重不安。由于在此浓度下, 水质 pH 值呈碱性, 具有较强的刺激性, 使鱼虾体表粘液增多, 体表充血, 鳃部及鳍条基部出血明显。鱼在水域表面游动, 死亡前眼球突出, 张口挣扎。

4、化学需氧量在一定的条件下, 采用一定的强氧化剂处理水样时, 所消耗的氧化剂量。它是表示水中还原性物质多少的一个指标。标准水质化学需氧量为 0.15 mg/L。

由第二部分实验中的实验数据及结果可以得到: 水样中的磷含量: 7.0  $\mu\text{g/mL}$ , 高锰酸盐指数 = 3.9620 ( $\text{O}_2$ , mg/L), 含氮量为 0.80 mg/L, 水体的溶解氧含量 5.511 mg/L。可以看出, 高锰酸钾指数远远超过标准, 水中还原性物质质量很大。氨氮含量也高出标准的 0.6 mg/L, 水体的溶解氧基本还在标准范围之内。

由上可见, 厦门大学漳州校区附近的水产养殖区的水质污染主要是还原性物质含量过大。氨氮含量也偏高。

#### 参考文献:

- [1]蔡维平, 基础化学实验(一), 北京, 科学出版社, 2004, 240~245
- [2] 化 验 室 网 站 , 水 质 化 学 需 氧 量 的 测 定 重 铬 酸 钾 法 ,  
<http://www.chemL.com/Index.html>, 2011 年 6 月 19 日
- [3]富农网, 罗非鱼饲料配方集锦, <http://siliao.d288.com/scsl/7652375415.html>, 2011 年 7 月 10 日
- [4]化验室网站, 水质 高锰酸钾法测定, <http://www.chemL.com/Soft/Index.asp>, 2011 年 6 月 19 日
- [5]化验室网站, 土壤全氮含量测定, <http://www.chemLab2u.com/fx2/sz.htm>, 2011 年 6 月 19 日
- [6]化验室网站, 土壤有效磷含量的测定, <http://www.chemLab2u.com/h10.htm>, 2011 年 6 月 19 日
- [7]农民养殖网, 国字号水产养殖水质标准介绍,  
[http://www.yz006.com/news/201106/52154\\_01.html](http://www.yz006.com/news/201106/52154_01.html), 2011 年 6 月 21 日
- [8]仪器厂 国标 GB 11914-89 化学需氧量的测定--COD 标准测定法,  
<http://jsyh17.com/yh17-Article-205054/>, 2011 年 6 月 21 日
- [9] 中华人民共和国国家标准 海水水质标准 海水水质标准(GB 3097-1997)
- [10]百度百科, 化学需氧量, <http://baike.baidu.com/view/15959.htm>, 2011年6月19日

## 食醋中总酸度、氨基氮及游离矿酸含量测定

组长：王洋

组员：高凡、吴夏冷、王韬、郭欣、沈苍海、樊天瑜、李来阳、甄慧

**摘要：**醋，作为东方最古老的酿造调味品之一，不仅有几千年的历史，更有深厚的文化底蕴。俗话说：开门七件事，柴、米、油、盐、酱、醋、茶。生活中已是无醋不在。不论是食醋，白醋，果醋，香醋还是米醋早已进入寻常百姓家。因此，我们小组着眼于生活中常见几种醋，进行了总酸度，氨基氮及游离矿酸含量测定。实验结束后，我们在厦门部分超市中进行了市场调研，基本了解了居民对醋的需求情况。

**关键词：**醋 发展起源 养生功效 总酸度 氨基氮 游离矿酸 销售市场

### 一、概述

#### 1. “醋”字趣解



醋：“昔”意为“往日的”、“陈旧的”。“酉”为“酒”省。“酉”与“昔”联合起来表示“往日的酒”、“陈旧的酒”。

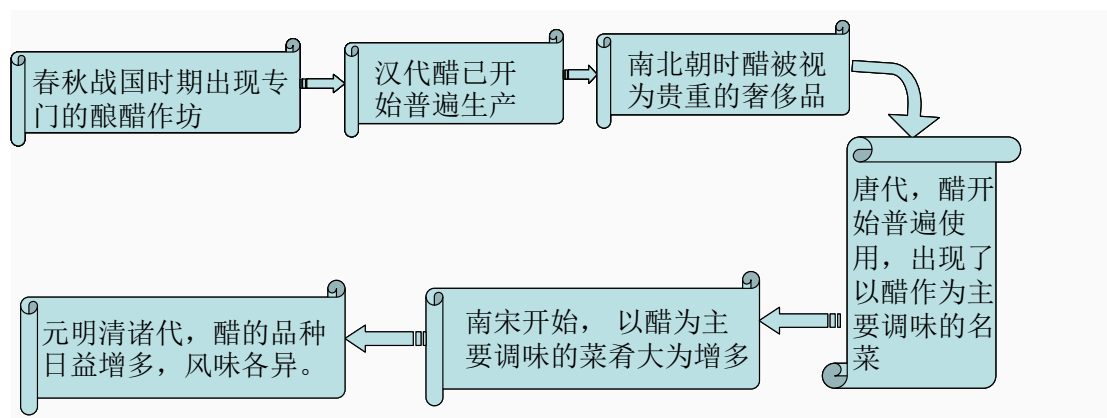
本义：酸化的陈酒。说明：陈旧酸化之后就变为醋<sup>[1]</sup>。

#### 2. 醋的起源

醋，是一种十分古老的酿造调味品，据现有文字记载，东方醋起源于中国，据有文献记载的酿醋历史至少也在三千年以上。“醋”中国古称“酢”、“醯”、“苦酒”等。

“酉”是“酒”字最早的甲骨文。同时把“醋”称之为“苦酒”，也同样说明“醋”是起源于“酒”的<sup>[2]</sup>。

##### (1) 醋的发展史



## (2) 醋的记载

春秋战国时期，《论语》中就有醋的记载。

东汉时期的著作《四民月会》中记载有醋的酿造时间：“四月四日可做酢，五月五日也可作酢”。许慎在《说文解字》中将醯解释为酸，也称酢。

北魏农学要著《齐民要术》对醋的酿制方法进行了详细记载，有专门的“作酢法”一篇。

宋陈鼓年《广韵》说：“酢浆也，醋也”，“醋”字被广泛使用，成为人们饮食生活中必备之物。

南宋开始，[吴自牧](#)《梦粱录》中记载：“盖人家每日不可阙者，柴米油盐酱醋茶”，醋已成为开门七件事之一

明李时珍《本草纲目》有载，醋有“米醋、麦醋、曲醋、糠醋、糟醋、饴醋、桃醋、葡萄醋、大枣醋、糯米醋、粟米醋等数十种”<sup>[1]</sup>。

## 3. 醋的趣闻

唐朝宰相房玄龄的夫人好嫉妒，唐太宗有意赐房玄龄几名美女作妾，房不敢受。太宗知是房夫人执意不允，便召玄龄夫人令曰：“若宁不妒而生，宁妒而死？”意为，若要嫉妒就选择死，并给她准备了一壶“毒酒”。房夫人面无惧色，当场接过“毒酒”便一饮而尽，以示“宁死而妒”。其实李世民给她的毒酒只是一壶醋。于是就有了“吃醋”之典。

## 4. 四大名醋



明末清初与山西老陈醋、镇江香醋、福建红曲米醋与“保宁醋”并列为清代流传至今的“四大名醋”。

山西老陈醋: 老陈醋产于清徐县,为我国四大名醋之首。老陈醋色泽黑紫,“绵、酸、甜、醇厚”回味悠长。

镇江香醋:以“酸而不涩,香而微甜,色浓味鲜,愈存愈醇”等特色是四大名醋之一。

福建红曲米醋：泉州[永春老醋](#)就是源于历史上著名的福建红曲米醋。

保宁醋：有近 400 年历史,是[中国四大名醋](#)之一<sup>[1]</sup>。

## 5. 醋的妙用

**(1) 调味作用：**醋作为调料可以增加食物的酸味、香味，可使食物增加鲜美的口味，还使胃酸增加，促进食欲，帮助消化，并有一定的杀菌作用，且可解除食物的腥味，使食物更加鲜美，别有风味。在烹制食品过程中加点醋，可保护食品中的维生素 C 不受减少和破坏，因为维生素 C 在弱酸性的环境下比较稳定，醋有破坏抗坏血酸酶的作用，因而保存了维生素 C 不被破坏。所以在炒菜时加点醋，不仅使菜肴脆嫩可口，还能保护其营养成分。如炒绿豆芽既可使豆芽脆嫩可口，又有保存维生素 C 少受损失的作用。在做鱼时，如糖醋鱼、酥鱼加醋，不仅可以去除腥味，增加鲜味，还使鱼刺软化，有利于钙的吸收。炖牛、羊肉时放点醋，能使肉容易煮烂味美。食用海带，先在水中放几滴醋煮一下，海带可变柔软可口，吃油腻的食品，加点醋或蘸醋吃可减少油腻感。食醋还有降低咸味的作用，如食物过咸可加些醋可降低咸味。醋含钾较多，在人体中有利于把多作的钠排出。

**(2) 防病作用：**醋有开胃，增进食欲，消食化积的作用。并能促进唾液和胃液的分泌帮助消化吸收，使食欲旺盛。在炎热的夏季食欲减退时，用加醋调凉拌菜，不但味美可口增进食欲，帮助消化，还有很好的抑菌和杀菌作用，起到预防肠道疾病的功效。冬春季正是流行性感冒和呼吸道疾病的流行季节，如把食醋放时容器内，在火炉上加热熏屋内，也有较好的防治效果。因醋的醋酸有很好的抑菌和杀菌作用，病菌和酸性环境里不易生存。如甲型链球菌、卡他球菌、肺炎双球菌、流感病毒等致病菌，醋都能抑制和杀灭他们。“醋蛋”、“醋泡冰糖”和“醋泡花生米”每日坚持食用，则是心血管病人的一剂良方，即可软化血管，又有降低胆固醇的作用，也是中老年人的一种保健佳品。

**(3) 药用价值：**醋在中医药中自古以来就是一味重要的中药，其性味酸、苦、温。功能活血散瘀，开胃消食，消肿软坚，散瘀破结，解毒杀虫，治癰疔疮等。李时珍《本草纲目》中记载：“酸温。散解毒，下气消食……少饮和血行气……”根据中医理认，蛔虫“得酸则伏”。故吃醋可缓解蛔虫病带来的胃肠绞痛，急性肾炎。醋还有为醉酒者醒酒之用，醋在酒作用生成乙酸乙酯，因而减少胃肠道和血液中的酒精浓度而起到有醒酒的作用。此外，民间验方常用醋治疗腮腺炎、体癣、灰指甲、肠道蛔虫、毒虫叮咬等都有一定效果。醋不但作为药引子应用，还可用于中药的泡制如醋灸，以改善药物性能，增加疗效。

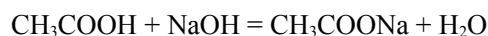
醋虽有许多益处，但使用不当，也会带来害处。因醋味酸，故不宜过食，否则也会伤胃、损齿、不利于筋骨。患胃酸过多的溃疡病患者也不宜食醋。烹调醋不能用铜器等金属器皿，因为醋能溶解铜，可引起“铜中毒”<sup>[3]</sup>。

## 二. 实验部分

### I 酸碱滴定法测定食醋中总酸度和氨基氮含量

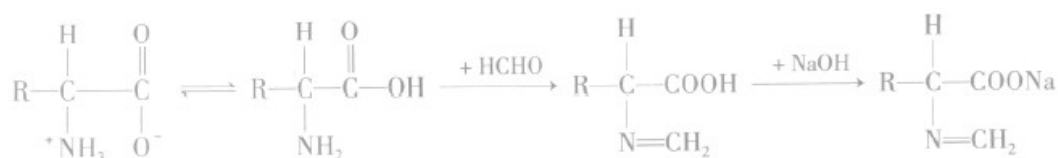
#### 1. 实验原理

食醋中的酸基本包括挥发酸：乙酸（主要）、甲酸、丙酸、丁酸等（微量）；不挥发酸：乳酸、苹果酸、琥珀酸、柠檬酸、葡萄糖酸、丙酮酸等。食醋的总酸度以醋酸计算，根据酸碱中和反应



以酚酞作为指示剂，用 NaOH 标准溶液对食醋进行滴定，进而求出食醋中的总酸度。

氨基酸态氮亦称氨基氮。氨基酸含有酸性的—COOH，也含有碱性的—NH<sub>2</sub>。它们互相作用使氨基酸成为中性的内盐。当加入甲醛溶液时，—NH<sub>2</sub> 与甲醛结合，其碱性消失，使—COOH 显示出酸性，可用 NaOH 标准溶液滴定。完全中和时体系的 pH 约为 8.5~9.5，可选用酚酞作为指示剂。



为了减小食醋颜色对终点判断的影响应先用活性炭对其进行脱色。

结果表示 测定结果表示见公式(1):

$$X = \frac{c \cdot (V_2 - V) \cdot K \times 14}{m} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：X--每 100 g (或 100 mL)试样中氨基态氮的毫 g 数,mg/100 g (或 mg/100 mL);

c--氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V<sub>2</sub>--加入中性甲醛溶液后,滴定试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V--甲醛空白对照中消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m--试样的质量, g (或体积 mL);

K--稀释倍数; 14--1 mL 1N 氢氧化钠标准滴定溶液相当于氮的毫 g 数<sup>[4]</sup>

#### 2. 实验仪器与试剂

实验仪器：电子天平（722 型）、碱式滴定管（3 支）、2 mL 移液管（1 支）、250 mL 锥形瓶（若干个）。

实验试剂：邻苯二甲酸氢钾基准物、酚酞试剂、NaOH 固体、去离子水、待测食醋（食醋 1 镇江陈醋、食醋 2 山西老陈醋、食醋 3 天立老醋、食醋 4 香醋、食醋 5 白醋、食醋 6 白米醋）  
甲醛溶液

#### 3. 实验步骤：

### (1) 食醋的脱色处理

取适量食醋加入烧杯中，再加入适量活性炭，搅拌、放置、然后用常规漏斗进行过滤。再向滤液中加入活性炭继续过滤直至滤液颜色达到要求。

### (2) 0.1 mol/L NaOH 标准溶液的配制与标定

用天平称取 2 g NaOH 固体溶于小烧杯中，加水溶解，转移至塑料试剂瓶中，加水稀释至 500 mL。

在电子天平上，用精确称取 3 份 0.4 ~ 0.6 g 邻苯二甲酸氢钾基准物分别放入 3 个 250 mL 锥形瓶中，加入 30 ~ 40 mL 去离子水溶解，加 1 ~ 2 滴酚酞指示剂。用待标定的 NaOH 溶液分别滴定至微红色且半分钟内不退色即为终点。记录数据。

### (3) 食醋总酸度的测定

a. 食醋 1 ~ 4 号 用 25 mL 移液管移取 25.00 mL 经脱色处理后的食醋于 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度。摇匀后用移液管移取 25.00 mL 稀释后的溶液于 250 mL 锥形瓶中，加水至 100 mL，加入 2 滴酚酞试剂作为指示剂。用 NaOH 标准溶液滴定至溶液呈微红色，记录下 NaOH 溶液的消耗体积 V1。平行滴定三次。

b. 白米醋、白醋 用移液管移取 2.00 mL 食醋于 250 mL 锥形瓶中，加水至 100 mL，加入 2 滴酚酞试剂作为指示剂。用 NaOH 标准溶液滴定至溶液呈微红色，记录下 NaOH 溶液的消耗体积 V1。平行滴定三次。

### (4) 氨基氮含量的测定

在上述滴定完的溶液中加入 10 mL 甲醛溶液，摇匀。此时指示剂的颜色褪去，继续用 0.1 mol/L NaOH 标准溶液滴定溶液呈微红色，记录此次 NaOH 溶液消耗体积 V2。

甲醛空白试剂 向 250 mL 锥形瓶中加入 100 mL 去离子水，10 mL 甲醛试剂，用 0.1 mol/L NaOH 标准溶液滴定至溶液呈橙红色。记录消耗的 NaOH 的体积 V。

## 4. 数据处理及分析

### (1) 数据处理

| 氢氧化钠标定 1      |         |         |         |
|---------------|---------|---------|---------|
| 组别            | 1       | 2       | 3       |
| 邻苯二甲酸氢钾质量/g   | 0.4308  | 0.4064  | 0.4172  |
| 滴定体积/mL       | 22.87   | 21.23   | 22.64   |
| 氢氧化钠浓度/ mol/L | 0.09224 | 0.09374 | 0.09023 |
| 平均浓度/ mol/L   | 0.09207 |         |         |
| 标准偏差          | 0.18%   | 1.81%   | -1.99%  |
| 平均偏差          |         | 1.33 %  |         |
| 氢氧化钠标定 2      |         |         |         |
| 组别            | 1       | 2       | 3       |
| 邻苯二甲酸氢钾质量/g   | 0.4732  | 0.4209  | 0.4480  |
| 滴定体积/mL       | 22.80   | 20.25   | 21.60   |
| 氢氧化钠浓度/ mol/L | 0.1016  | 0.1018  | 0.1016  |

|               |         |         |         |
|---------------|---------|---------|---------|
| 平均浓度/ mol/L   |         | 0.1017  |         |
| 标准偏差          | -0.03%  | 0.12%   | -0.09%  |
| 平均偏差          |         | 0.08 %  |         |
| 氢氧化钠标定 3      |         |         |         |
| 组别            | 1       | 2       | 3       |
| 邻苯二甲酸氢钾质量/g   | 0.6731  | 0.4097  | 0.4215  |
| 滴定体积/mL       | 42.08   | 25.63   | 26.45   |
| 氢氧化钠浓度/ mol/L | 0.07833 | 0.07827 | 0.07803 |
| 平均浓度/ mol/L   |         | 0.07821 |         |
| 标准偏差          | 0.15%   | 0.08%   | -0.23%  |
| 平均偏差          |         | 0.15 %  |         |

表 1 NaOH 标准溶液的标定

|                  |         |        |        |             |         |        |         |        |        |
|------------------|---------|--------|--------|-------------|---------|--------|---------|--------|--------|
| 样品名              | 食醋 1    |        |        | 食醋 2        |         |        | 食醋 3    |        |        |
| 氢氧化钠<br>浓/mol/L  | 0.1017  |        |        | 0.10170     |         |        | 0.07821 |        |        |
| V1 mL            | 16.40   | 16.40  | 16.35  | 19.88       | 19.78   | 19.62  | 13.75   | 13.70  | 13.70  |
| 总酸度/ mol/L       | 8.3394  | 8.3394 | 8.3140 | 10.109<br>0 | 10.0581 | 9.9767 | 5.3770  | 5.3574 | 5.3573 |
| 平均总酸/mol/L       | 8.3309  |        |        | 10.0480     |         |        | 5.3639  |        |        |
| 相对偏差/%           | 0.10    | 0.10   | -0.20  | 0.61        | 0.10    | -0.71  | 0.24    | -0.12  | -0.12  |
| 平均相对偏差%          | 0.71    |        |        | 0.14        |         |        | 0.16    |        |        |
| 样品名              | 食醋 4    |        |        | 食醋 5        |         |        | 食醋 6    |        |        |
| 氢氧化钠浓度/<br>mol/L | 0.07821 |        |        | 0.09206     |         |        | 0.09206 |        |        |
| V1 mL            | 16.07   | 16.20  | 16.17  | 15.75       | 15.70   | 15.70  | 9.50    | 9.35   | 9.50   |
| 总酸度/ mol/L       | 6.2842  | 6.3350 | 6.3233 | 7.2497      | 7.2267  | 7.2267 | 4.3728  | 4.3038 | 4.3728 |
| 平均总酸度/<br>mol/L  | 6.3142  |        |        | 7.2344      |         |        | 4.3498  |        |        |
| 相对偏差/%           | -0.47   | 0.33   | 0.14   | 0.21        | -0.11   | -0.11  | 0.53    | -1.06  | 0.53   |
| 平均相对偏差%          | 0.31    |        |        | 0.14        |         |        | 0.71    |        |        |

表 2 食醋中总酸度的测定

|                   |         |        |        |          |        |        |          |        |        |
|-------------------|---------|--------|--------|----------|--------|--------|----------|--------|--------|
| 样品名               | 食醋 1    |        |        | 食醋 2     |        |        | 食醋 3     |        |        |
| 氢氧化钠浓度<br>/mol/L  | 0.10165 |        |        | 0.010165 |        |        | 0.007821 |        |        |
| V mL              | 0.25    |        |        | 0.25     |        |        | 0.21     |        |        |
| V <sub>2</sub> mL | 3.12    | 3.19   | 3.10   | 17.68    | 17.90  | 18.10  | -        | 6.95   | 6.80   |
| 氨基氮量/ mol/L       | 1.6337  | 1.6736 | 1.6223 | 0.9922   | 1.0047 | 1.0161 | -        | 0.2952 | 0.2886 |

|                   |          |        |         |          |       |        |         |        |        |
|-------------------|----------|--------|---------|----------|-------|--------|---------|--------|--------|
| 平均氨基氮量/<br>mol/L  | 1.6432   |        |         | 1.0043   |       |        | 0.2919  |        |        |
| 相对偏差/%            | -0.58%   | 1.85%  | -1.27%  | -1.21%   | 0.04% | 1.17%  | -       | 1.13%  | -1.13% |
| 平均相对偏差%           | 1.25%    |        |         | 0.8%     |       |        | 1.12%   |        |        |
| 样品名               | 食醋 4     |        |         | 白醋       |       |        | 白米醋     |        |        |
| 氢氧化钠浓度/<br>mol/L  | 0.010165 |        |         | 0.007821 |       |        | 0.09206 |        |        |
| V mL              | 0.25     |        |         | 0.25     |       |        | 0.2     |        |        |
| V <sub>2</sub> mL | 6.04     | 5.21   | 4.03    | 16.1     | 16.05 | 16.00  | 0.25    | 0.21   | 0.20   |
| 氨基氮量/ mol/L       | 0.3296   | 0.2823 | 0.24933 | 0.6942   | 0.692 | 0.6898 | 0.0258  | 0.0052 | 0      |
| 平均氨基氮量/<br>mol/L  | 0.2871   |        |         | 0.6920   |       |        | 0.0103  |        |        |
| 相对偏差/%            | 14.81%   | -1.65% | -13.15% | 0.32%    | 0.00% | -0.32% | 150%    | -50.0% | -100%  |
| 平均相对偏差%           | 9.90%    |        |         | 0.21%    |       |        | 100.00% |        |        |

表 3 食醋中氨基氮含量的测定

## (2) 误差分析

首先由于食醋脱色的效果不同, 因而对滴定终点的观察存在一定影响; 第二, 从误差的情况来看, 氨基氮含量测定实验的误差明显偏大, 这也与滴定更复杂以及滴定终点颜色变化更不明显有关; 其次就是实验中的操作不够规范, 也是导致存在误差的重要原因。

## II 分光光度法测定食醋中氨基氮的含量

### 1、实验原理

醋酸中的氨基氮与显色剂反应, 产生吸收光的波长峰值在 370 ~ 380 nm 处。由于在此范围内空白对照的吸收值较高, 不利于比色, 故选取波长为 400 nm 的光进行测定。

### 2、实验仪器与试剂

实验器材: 分光光度计、恒温水浴锅、100 mL 容量瓶、25 mL 比色管 (若干个) pH 计

实验试剂: 硫酸铵 (GR)、醋酸-醋酸钠缓冲溶液、1:1 甲醛、乙酰丙酮溶液、

### 3. 实验步骤:

(1) **硫酸铵标准溶液的配制** 将硫酸铵在 105 °C 下烘烤 2 小时, 配制成 1 g / L 的溶液, 再用移液管取此溶液 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。

(2) **显色剂的配制** 取 12.8 mL 1:1 甲醛和 7.8 mL 乙酰丙酮混合, 去离子水稀释至 100 mL, 摇匀。

(3) **缓冲溶液的配制** 将 1 mol/L 乙酸钠与 1 mol 乙酸混合, 用 pH 计调至溶液 pH 值为 4.8。

#### (4) 氨基氮的测定

a. 标准溶液的配制与标准曲线的绘制

以硫酸铵作为氨基氮标准溶液, 在 25 mL 比色管内分别加入 0.20、0.40、0.60、0.80、1.00

mL硫酸铵标准溶液,再分别加入10 mL乙酸-乙酸钠(1 mol/L)缓冲溶液和10 mL显色剂,用去离子水稀释到刻度,摇匀,于100 °C水浴中加热15 min,取出冷却至室温。在400 nm波长下测定吸光度,绘制校准曲线。

#### b. 食醋中氨基氮的测定

取1.00 mL食醋于100 mL容量瓶中加水稀释至刻度,摇匀。取此溶液2.00 mL于比色管中分别加入10 mL醋酸-醋酸钠(1 mol/L)缓冲溶液和10 mL显色剂,用去离子水稀释到刻度,摇匀,于100 °C水浴中加热15 min,取出冷却至室温,在波长400 nm下测定吸光度,并利用标准曲线计算食醋中氨基酸态氮的含量。

### 4、数据处理与分析

#### (1) 数据处理

表 4 氨基氮含量标准曲线

| 表 2 |       |            |
|-----|-------|------------|
| 样品名 | 吸光度   | 氨基氮含量/ g/L |
| 醋 1 | 0.016 | 0.47       |
| 醋 2 | 0.017 | 0.50       |
| 醋 3 | 0.008 | 0.23       |

表 5 食醋中氨基氮含量的测定

#### (2) 误差分析

分光光度法所得到的结果与酸碱滴定法得到的结果有很大差距,经过分析主要有以下几个原因:一是本身待测液的显色剂和缓冲液的配制都不精准,由于不清楚具体浓度,而只能采用大概估计的方法去进行配制;二是加热的过程中,由于比色管中部分有机试剂受热逸出,而使得待测液更不准确;三是由于本身实验设计不是很严谨,两种测量方法所得到的都不是相对准确的值,因而相互之间误差也很大<sup>[5]</sup>。

## III 试纸法检验食醋中的游离矿酸

### 1、适用范围:

食醋中游离矿酸、硫酸、硝酸、盐酸、磷酸、有机酸、草酸,最低检出浓度为 0.5% (5 min

内)

## 2、实验仪器与试剂:

玻璃棒、表面皿、分析天平、50 mL量筒、10 mL量筒、烧杯、100 mL容量瓶、定性滤纸  
95%乙醇,冰醋酸,NaOH固体,百里香酚蓝固体,溴麝香草酚蓝溶液

## 3、实验步骤:

### (1) 试纸的制备

#### a. 百里香酚蓝试纸:

取 0.2 g NaOH 溶于 50 mL 水中,配得 4 g/L 的 NaOH 溶液;

取 0.1 g 百里香酚蓝溶于 50 mL 95%的酒精中,再加入 6 mL NaOH 溶液,加水至 100mL。将滤纸浸透后阴干,备用。

#### b. 溴麝香草酚蓝试纸

取 25 mL 溴麝香草酚蓝加入 3 mL 4 g/L 的 NaOH 溶液,加水至 50 mL,将纸条浸透后阴干备用。

### (2) 游离矿酸的检测

用玻璃棒沾少许试样,点在百里草酚蓝试纸上,若试纸变为紫色,表示有游离矿酸存在。

用玻璃棒沾少许试样,点在溴麝香草酚蓝试纸上,若试纸变为紫色。表示有游离矿酸存在。

再分别用不同浓度的乙酸溶液作对照。

## 4、实验结果与分析

| 试纸法测定矿物酸 |    |      |      |    |      |        |
|----------|----|------|------|----|------|--------|
| 样品编号     | 1  | 2    | 3    | 4  | 5    | 6      |
| 百草酚蓝试纸   | 显色 | 显色较淡 | 显色明显 | 显色 | 显色较淡 | 显色相当明显 |
| 溴麝香草酚蓝   | 无  | 无    | 无    | 无  | 无    | 无      |

[6]

## 三、社会调查

**实践时间:** 2011 年 7 月 12 日 星期二

**实践地点:** 厦门超市

**实践方式:** 走访

**实践背景:** 我国食醋市场多数都是地方性的小品牌或区域性的知名品牌,全国性的强势品牌非常少,食醋行业整体的营销水平并不高。为了更精准了解食醋产品的消费需求,竞争态势和潜在的市场机会,使食醋生产企业能够做到根据消费者的需求进行产品市场推广,我们组选择对厦门食醋产品做了一次大概的市场调研。

**实践内容：**调查沃尔玛，好又多，家乐福等超市中各种食醋销售量以及同种类型食醋中不同品牌所占比重。

### 调查结果：

以下是本次食醋产品消费者需求市场调研的部分主要结论：

调查结果显示，不同食醋中生产的最多的是镇江香醋，所占比率为 27.9%，其中以恒顺品牌居多；其二为泉州永春老醋，所占比率为 20.6%；山西陈醋比率为 11.8%，主要为紫林品牌；其它品牌合计为 39.7%。其中“保宁醋”极少见。从以上调研结果中可以看出，作为四大名醋之首的镇江香醋在现今食醋行业中仍占很大比重。由于调研地点为厦门市，隶属福建省，故本省的泉州永春老醋具有一定销售优势。而同为四大名醋之一的“保宁醋”，其生产规模和经济效益被远远抛在后面。

#### （1）镇江香醋

优点：“酸而不涩，香而微甜，色浓味鲜，愈存愈醇”

地位：四大名醋之冠

获奖情况：目前国内同行业中唯一的国际国家双金奖产品

#### （2）山西老陈醋：

优点：颜色黑紫、气味清香、食之绵酸、酸而不涩

地位：质量居全国食用陈醋系列首位。

获奖情况：1956、1965 年全国调味品鉴定会第一名；1979、1980 年轻工部、山西省优质产品；1981、1985、1990 年国家优质产品银奖。

#### （3）永春老醋：

特点：品质优良，其性温热，酸而不涩、酸中带甜、醇香爽口、回味生津，久藏不腐。它区别于其他食醋，不需外加食盐和防腐剂，含有多种氨基酸等营养成分以及多种对人体有益的发酵微生物。

#### （4）保宁醋：

优点：色泽红棕、酸味柔和、醇香回甜、久存不腐

地位：中国四大名醋之一，惟一的药醋，素有“东方魔醋”之称。

获奖情况：1915 年曾在“巴拿马太平洋万国博览会”与国酒茅台一并获得金奖。

## 四、总结

无机课外实践的感受：

在第一次实验课上，实验的整体过程不是非常顺利，因此组内稍稍弥漫着低气压。比如最初的食醋脱色，比我们设想的要困难的多，前几次试验都不是很成功，这也在一定程度上影响了实验的进度。不过因为大家都有一种执着探索的精神，所以经过几次尝试，我们终于将几瓶食醋都成功脱色，得到了清澈洁净的溶液，这种喜悦感是很强烈的，也很大鼓舞

了组内的士气。因此，在这节课的后一段时间内，分工更加的合理，大家似乎形成了一种默契，你来做什么我来做什么，一切都井井有条，而且相互之间非常友好融洽，一扫阴霾。

之后第二次的实验内容是分光光度法的测定实验。一开始由于得到的试剂没有表明浓度，因而在配制缓冲溶液的时候出现了比较大的问题。一开始我们按照缓冲体系的 pH 值粗略的配制，但是甄慧等几个同学对这样方法的准确性提出了很大质疑。经过讨论，我们决定还是稀释浓溶液再进行准确标定。但是之后，第一次实验过程还是出现了很多问题，显色剂配备不准，加热过程中出现了很多有机试剂挥发，各种各样的不准确导致了最后得到的数据曲线完全是不符合常理的，与我们查文献得到的大概结论大相径庭。虽然当时已近中午，有些组已经完成先行离开了。但是经过大家讨论，为了让这个实验做的更有意义，全组重新进行实验，最后终于得到了合理的曲线。大家都油然而生一种从事科研的神圣感。虽然整个实验用到了好几种有机试剂，而且全是有毒有害的，大家的手也基本都变黄了，但是因为得到了不错的实验结果，成功的喜悦满溢在每个人的心田。

其实最让我们成长的还是社会实践的过程。原本老师已经帮我们预先联系了夏商淘化大同调味品有限公司并呈递了介绍信，但是在就要去工厂实践的前一天，负责食醋厂参观的小组同学和对方联系确认时，还是以一些隐晦的理由遭到了对方的拒绝和阻挠。之后进行大型超市食醋品种和销量调研的小组也不是非常顺利。一是超市的各个岗位的人员都不愿意帮助我们，二是在乐购超市，对方甚至以为我们是商业间谍，召集了保安队长礼貌地把我们“请”出了超市。后来反思这个过程，一是我们当时没有携带证明身份的介绍信，难以取得超市人员的信任；二是在进行调研时一些诸如公开照相的动作太明显，没有采用聪明谨慎的方式，很容易引起对方的怀疑；三是面对保安队长所谓“违反规定”的强硬话语时没有合理的针锋相对，比如要求对方把规定明确出示给我们，让作为顾客的我们知道到底违反了什么以及这种“违反”是否真的是违反。第一次出师不利很正常，不过从此影射出当代大学生之所以进入社会就手足无措，无法被用人单位所需，究其原因就是我们与社会接触太少。社会真是一个让人迅速成长起来的地方，所以我们一致认为，大学生如果想真正成为优秀的人才，除了在学业上要优秀、在学校参与一些学生组织和社团培养一定兴趣和能力外，还很重要的一点就是要接触社会、了解所需和适应社会。去兼职、打工和社会实践都是很好的方式。只有经历了这样的锻炼过程我们才能真正成长和成才。

四周的时间飞快的过去了，整体来说无论是课题的完成还是组内成员的配合都算顺利和愉快，相互之间也培养了“战友”般的感情。对我们来说，也认识到了，脱离原来那些“条条框框”，自己去搜索资料以及设计实验和付诸实践的过程是很复杂、困难但有趣的。这其实就是我们心中最基础的科研训练，让我们在这样一个自主的过程中学习其基本方法，为未来发展，无论基础研究还是企业研发打下基础。这是一个很好的锻炼机会，又是一次很奇妙的过程。希望以后还能有很多这样的经历，让我们学有所用，把知识和技能真正运用到实践中，提升我们的专业素质和实践技能。

**参考文献:**

- [1] mestars, 醋, <http://baike.baidu.com/view/16074.htm>, 2011-7-13 21:12
- [2] 朱修, 漫话中国食用醋的历史起源, <http://wenku.baidu.com/view/ce078521dd36a32d737581bd.html>, 2011-7-13 21:23
- [3] 醋食疗养生功效, <http://www.zhong-yao.net/yangs/cs/zd/200807/145603.html>, 2011-7-13
- [4] 耿金灵 殷海燕 王岩, 食醋中总酸量和氨基酸态氮含量测定方法的比较, 大学化学, 2009, 第 24 卷 第 2 期, P51-P53
- [5] 刘晓庚 曾尚义 陈学恒, 光度滴定法同时测定酱油中游离酸和游离氨基氮, 中国调味品, 1995, 第 12 期, P19-P23
- [6] 沈瑶 黄华 鲁绯 侯彩云, 食醋中游离矿酸测定方法的比较及分析, 中国调味品, 2011, 第 5 期, P109-P113

# 化学湖湖水中重金属离子的测定

组长：吴明

组员：蔡俊斌，陈俊波，娄珂，马宇曦，魏桦，吴子寒，庄梦琦

**摘要：**水中重金属离子含量如果过多，就会对人体产生严重危害。化学实验室排放的废水中含有较多量的重金属离子，本方案的目的是定性地检测出其中存在的主要重金属离子，并定量地测出其中一种或几种重金属离子的具体含量。同时，对化学实验室的废水处理过程做一番调查，以及通过问卷调查的形式了解一下周围人群对水中重金属污染的认识程度。

**关键词：**实验室废水 化学湖 重金属离子污染 危害

## 1、 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，对我校本部化学湖湖水中的重金属离子进行了测定。

## 2、 实验过程

### 1 化学湖废水水样的采取

6月25日，我们几个男生前往本部化学湖采取水样。我们分四个不同的地方采取水样；在采取前，我们先用长木棒按顺时针方向搅拌一分钟，然后在用农夫山泉的4L的瓶子装取水样。取回后，放在阴凉干燥处静置了两天。

### 2 水样的定性分析

#### 第一周

#### (1) 水的 pH 值的测定

- ① 对水样进行过滤处理；
- ② 对电位计进行两点校正；
- ③ 用电位计测定溶液的 pH 值

#### (2) 水样的预处理

水样的消解：当测定含有机物水样中的无机元素时，需进行消解处理。消解处理的目的是破坏有机物，溶解悬浮性固性，将各种价态的欲测元素氧化成单一高价态或转变成易于

分离的无机化合物。消解后的水样应清澈、透明、无沉淀。本试验采取湿法消解法中的硝酸消解法。

**硝酸消解法：**取混匀的水样 50 ~ 200 mL 于烧杯中，加入 5 ~ 10 mL 浓硝酸，在电热板上加热煮沸，蒸发至小体积，试液应清澈透明，呈浅色或无色，否则，应补加硝酸继续消解。蒸至近干，取下烧杯，稍冷后加 2%  $\text{HNO}_3$ （或  $\text{HCl}$ ）20 mL，温热溶解可溶盐。若有沉淀，应过滤，滤液冷至室温后于 50 mL 容量瓶中定容，备用。

### (3) 定性地检测出水样中存在的主要重金属离子种类

经过预处理后的水样，如果水中的重金属的离子含量过低，低于检出限量，则没法测定出离子，要对水样进行浓缩处理，使金属离子的浓度高于检出限量。

① 加入适量  $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的  $\text{HCl}$ ，溶液中如果生成大量白色沉淀则主要含有  $\text{PbCl}_2$ ， $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ， $\text{AgCl}$ ，离心分离出沉淀，洗涤沉淀，过滤。溶液 A 保留。

将处理好的沉淀投入热水中，部分沉淀如果不溶解，设为沉淀(一)，得到溶液 B。离心出沉淀，并洗涤沉淀，向沉淀中加入  $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的氨水，如果得到灰色沉淀，则说明含有 Hg 离子，同时得到无色溶液 C。

**对溶液 B 进行处理：**向溶液中加入 6 mol/L 的硫酸，则可能出现白色沉淀，并得到溶液 D，向 D 中加入 6 mol/L 的  $\text{HAc}$ ，0.5 mol/L  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ，如果得到黄色的沉淀，再向沉淀中加入 6 mol/L  $\text{NaOH}$ ，如果沉淀溶解，则说明溶液中含有二价铅离子。而加硫酸时出现的白色沉淀则是  $\text{PbSO}_4$ 。

**溶液 C 处理：**将此溶液分为两份，一份滴加一滴酚酞，逐滴加入 6 mol/L 的硝酸，如果红色消失，生成白色沉淀（浑浊）；另一份滴加 1 滴 0.5 mol/L 的  $\text{KI}$  溶液，生成淡黄色的沉淀，则说明上述溶液中含有银离子。

② 用硫代乙酰胺和 0.3 mol/L 的  $\text{HCl}$  处理溶液 A，如果有沉淀则设为(二)，并得溶液 E，

**对沉淀(二)进行处理：**向沉淀(二)中加入  $(\text{NH}_4)_2\text{S}(\text{aq})$  和 4 mol/L  $\text{KOH}$  溶液，如果出现沉淀则含  $\text{HgS}$ ， $\text{PbS}$ ， $\text{Bi}_2\text{S}_3$ ， $\text{CuS}$ ， $\text{CdS}$ ，设此沉淀为(三)，所得溶液为 F。

**对沉淀 (三) 进行处理：**加入 2 mol/L 的硝酸，如果出现部分沉淀溶解，则设没溶解的沉淀为(四)，所得溶液为 H。

**对(四)进行处理：**加入王水，若沉淀溶解再加入 0.5 mol/L  $\text{SnCl}_2$ ，若出现灰色沉淀，则说明溶液中含有汞离子；

**对 H 溶液进行处理：**先加入 6 mol/L 的硫酸，如果在上面的步骤中证明有铅离子的存在，在此过程中会出现白色沉淀，为验证确实有铅离子的存在，可以向沉淀中加入 2 mol/L 的  $\text{NH}_4\text{Ac}$ ，沉淀溶解，再加入 0.5 mol/L 的  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ，又生成黄色沉淀，再加入 6 mol/L 的  $\text{NaOH}$ ，沉淀溶解，再加入 6 mol/L 的  $\text{HAc}$ ，又生成黄色的沉淀。所得的溶液为 I。

**对于溶液 I 进行处理：**先加入 6 mol/L 的氨溶液处理，如果生成白色沉淀，则设所得的溶液为 J；

**对沉淀作如下的处理：**加入 0.3 mol/L 的  $\text{Na}[\text{Sn}(\text{OH})_3]$ ，如果生成黑色沉淀，则可验证溶液中含有铋离子；

**对溶液 J 进行处理：**把溶液 J 分成两份，向其中一份加入硫代硫酸钠固体，如果出现棕红色固体则为铜。往分离出来的液体中加入  $\text{H}_2\text{S}$  溶液，如果生成黄色沉淀则为  $\text{CdS}$ ，证明原溶液存在镉离子。向另一份加入 0.2 mol/L 的黄血盐溶液  $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ，如果生成红褐色沉淀则可证明原溶液存在铜离子。

**对溶液 F 进行处理：**往溶液 F 中加入 6 mol/L 的  $\text{HAc}$  溶液和  $\text{H}_2\text{S}$  溶液，如果生成沉淀往沉淀加入 6 mol/L 的  $\text{HCl}$ ，如果再生成黄色沉淀，则将沉淀分离出来，设滤液为 K。往沉淀中加入 6 mol/L 的氨水，等沉淀溶解后再加入 3% 的  $\text{H}_2\text{O}_2$ ，使溶液充分反应后再加入 2 mol/L 的  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  和 0.5 mol 的  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  生成白色沉淀后再加入 6 mol/L 的  $\text{HAc}$  充分反应后再加入 0.5 mol/L 的  $\text{AgNO}_3$  和 6 mol/L 的  $\text{NH}_3$ ，若生成棕红色沉淀，则表明原溶液中存在砷离子。

**对溶液 K 进行处理：**对溶液进行加热，分成两份。一份加入  $\text{Fe}/\text{HgCl}_2$ （饱和），如果有灰色沉淀生成则证明原溶液中含有四价的锡离子；另一份溶液加入  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  固体，溶液充分反应后再加入  $\text{H}_2\text{S}$  溶液和  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  固体，若生成沉淀则往沉淀中加入 6 mol/L 的  $\text{HCl}$ ，充分反应后再加入  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  固体，若生成橘红色沉淀，则证明原溶液中含有  $\text{Sb}$  离子。

**对溶液 E 进行处理：**往溶液中加入硫代乙酰胺  $\text{NH}_3\text{-NH}_4^+$  缓冲溶液，若生成沉淀，则将沉淀分离出来，往沉淀中加入  $\text{KClO}_3$  和  $\text{HNO}_3$ ，充分反应后继续加  $\text{Na}_2\text{O}_2$  和  $\text{NaOH}$ ，若生成沉淀则将沉淀和溶液分离，设溶液为 L。

**对沉淀做如下处理：**往沉淀中加入稀  $\text{HCl}$ ，如果有部分黑色沉淀不溶解，则证明原溶液中有  $\text{Mn}$  离子存在。将滤液分成三份：第一份加入 0.5 mol/L 的  $\text{NH}_4\text{SCN}$  溶液，如果有血红色溶液出现，再加入  $\text{NH}_4\text{F}$  固体，振荡，如果溶液的颜色消失，则证明原溶液中存在  $\text{Fe}$  离子，向第二份中加入饱和的  $\text{NH}_4\text{SCN}$  溶液和少量饱和的  $\text{NaF}$  溶液，再加入少量戊醇，振荡试管，若在有机层中出现蓝色，表示有  $(\text{NH}_4)_2[\text{Co}(\text{SCN})_4]$  生成，则证明原溶液中含有钴离子。第三份中加入少量的氨水，使溶液呈弱碱性，再加二滴 1% 丁二酮肟试剂，若有鲜红色沉淀生成，则证明原溶液中有镍离子存在。

**对溶液 L 的处理：**往溶液中加入 6 mol/L 的  $\text{HCl}$  和  $\text{NH}_4\text{Cl}$  固体充分反应后再加入 6 mol/L 的  $\text{NH}_3$ ，如果生成沉淀，则将沉淀分离，设溶液为 M。往沉淀中加入 0.1% 的铝试剂，如果沉淀变为红色，则证明原溶液中有铝离子。

**对溶液 M 的处理：**往溶液中加入 0.5 mol/L 的  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  如果生成沉淀，则将沉淀分离，设溶液为 N。往沉淀中加入 6 mol/L 的  $\text{HNO}_3$ ，充分反应后再加入 6 mol/L 的  $\text{NaOH}$ ，往生成的黄色沉淀中再加入 3 mol/L 的  $\text{HNO}_3$ ，3% 的  $\text{H}_2\text{O}_2$  和戊醇。如果上层溶液呈深蓝色，则证明原溶液中存在铬离子。

**对溶液 N 的处理：**往溶液中加入 6 mol/L 的  $\text{HCl}$  和黄血盐溶液  $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ，充分反

应，再加入 6 mol/L 的 NaOH 溶液，再充分反应，加入 6 mol/L 的 HCl 如果生成灰白色沉淀，则证明原溶液中存在锌离子。

③ 结果：但当我们预处理结束后，按照设计好的实验步骤进行时，却几乎观察不到任何明显现象，第一次实验失败了。

**失败的原因总结：**第一次的实验我们以一次完美的失败告终。我们失败的原因主要是由于之前对化学湖湖水中重金属离子的浓度没有好好了解，所以导致实验的计划完全被打乱。然后还有就是我们的计划也不够全面，没有往这方面想。

### 3 再次实验

#### 第二周

由于浓缩法没有什么效果，所以我们决定采取离子交换法来提高水样中的离子浓度。

##### (1) 实验原理：

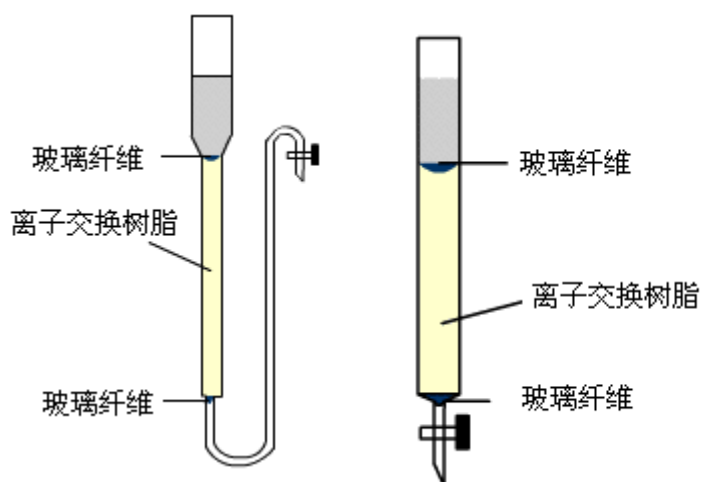
管柱法是将水样流经离子交换柱，离子交换在柱中进行。开始时，流出液为柱上树脂中的介质水， $H^+$ 浓度几乎为零。随着水样的不断通过，流出液中的  $H^+$ 浓度达到一定的值，此时流出液的  $H^+$ 浓度代表水样中金属离子的量。当树脂中活性基团的  $H^+$ 被金属离子完全交换后，流经交换柱的水样把柱中  $H^+$ 冲稀，因此，流出液中的  $H^+$ 浓度又逐渐降低，直至水样中的  $H^+$ 的本底浓度。

##### (2) 实验内容：

**过滤：**将水样进行过滤处理，取出其中的杂质，以便进行离子交换。

**装柱：**在柱管底部装填少量玻璃丝，柱管注满水，倒入一定量的湿树脂，让其自然沉降到一定高度。装柱时应防止树脂层中夹有气泡。要保证树脂颗粒浸泡在水中。

交换柱：



**加样：**将 1 L 滤液按适当的流速，流经交换柱，进行交换。

**洗涤：**用合适的洗涤液将树脂上层残留的试液洗下去，同时把交换出来的离子和不发生交换作用的带异性电荷的离子及其它中性分子洗去。

**淋洗：**用适当的淋洗剂，以适当的流速，将交换上去的离子洗脱并分离，淋洗完的浓缩体积为 100 mL。

**再生：**使交换树脂上的可交换离子回复为交换前的离子，以使再次使用。有时洗脱过程就是再生过程

#### 4 测量铁离子的含量

##### 实验原理：

可见分光光度法测定无机离子，通常要经过两个过程，一是显色过程，二是测量过程。为了使测定结果有较高灵敏度和准确度，必须选择合适的显色条件和测量条件，这些条件主要包括入射波长，显色剂用量，有色溶液稳定性，溶液酸度干扰的排除。

- (1) **入射光波长：**一般情况下，应选择的  $\lambda = 508 \text{ nm}$  的光为入射光。
- (2) **显色剂用量：**显色剂的合适用量可通过实验确定。
- (3) **溶液酸度：**选择适合的酸度，可以在不同 pH 缓冲溶液中加入等量的被测离子和显色剂，测其吸光度，作 DA-pH 曲线，由曲线上选择合适的 pH 范围。
- (4) **有色配合物的稳定性：**有色配合物的颜色应当稳定足够的时间。
- (5) **干扰的排除：**当被测试液中有其他干扰组分共存时，必须争取一定的措施排除干扰。邻二氮菲与  $\text{Fe}^{2+}$  在  $\text{pH}=2.0 \sim 9.0$  溶液中形成稳定橙红色配合物。配合的  $\epsilon = 1.1 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

配合物配合比为 3:1，pH 在 2~9（一般维持在  $\text{pH} = 5 \sim 6$ ）之间。在还原剂存在下，颜色可保持几个月不变。 $\text{Fe}^{3+}$  与邻二氮菲作用形成淡蓝色配合物稳定性较差，因此在实际应用中加入还原剂使  $\text{Fe}^{3+}$  还原为  $\text{Fe}^{2+}$  与显色剂邻二氮菲作用，在加入显色剂之前，用的还原剂是盐酸羟胺。此方法选择性高  $\text{Br}^{3+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Hg}^{2+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$  及  $\text{Ag}^{+}$  等离子与邻二氮菲作用生成沉淀，干扰测定，相当于铁量 40 倍的  $\text{Sn}^{2+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{SiO}_3^{2-}$ ，20 倍的  $\text{Cr}^{3+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$ 、 $\text{VPO}_3$  ~ 45 倍的  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$  等离子不干扰测定。

##### 仪器与试剂：

1、 仪器：721 型分光光度计

500mL 容量瓶 1 个，50 mL 容量瓶 7 个，10 mL 移液管 1 支，5 mL 移液管支，1 mL 移液管 1 支，滴定管 1 支，玻璃棒 1 支，烧杯 2 个，吸耳球 1 个，天平一台。

2、 试剂：（1）铁标准溶液  $100 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ，准确称取 0.43107 g 铁盐  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$  置于烧杯中，加入 0.5 mL 盐酸羟胺溶液，定量转依入 500 mL 容量瓶中，加蒸馏水稀释至刻度充分摇匀。

（2）铁标准溶液  $10 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。用移液管移取上述铁标准溶液 10 mL，置于 100 mL 容量瓶

中，并用蒸馏水稀释至刻度，充分摇匀。

(3) 盐酸羟胺溶液  $100 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  (用时配制)

(4) 邻二氮菲溶液  $1.5 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  先用少量乙醇溶液，再加蒸馏水稀释至所需浓度。

(5) 醋酸钠溶液  $1.0 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$

### 实验内容与操作步骤：

#### 1. 准备工作

- (1) 清洗容量瓶，移液管及需用的玻璃器皿。
- (2) 配制铁标溶液和其他辅助试剂。
- (3) 开机并试至工作状态，操作步骤见附录。
- (4) 检查仪器波长的正确性和吸收池的配套性。

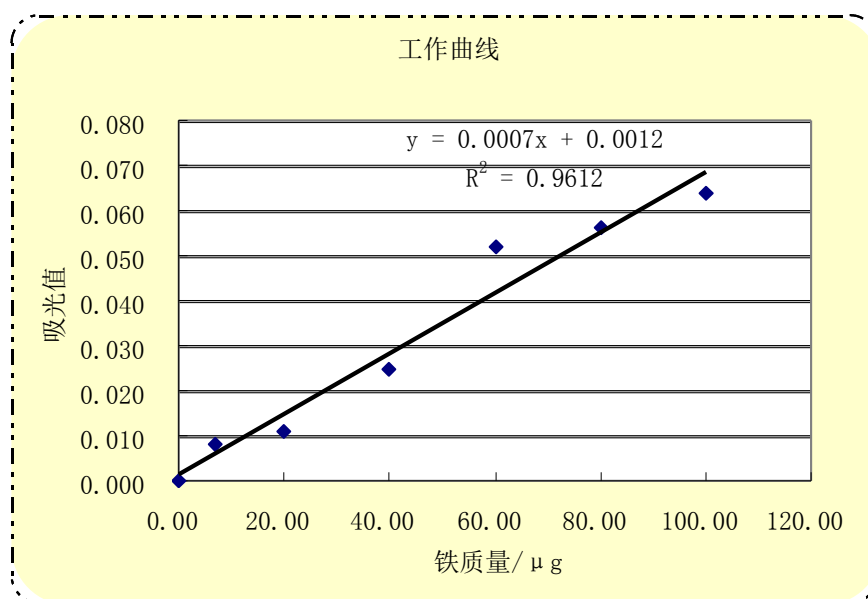
#### 2. 铁标溶液的配制

准确称取  $0.3417 \text{ g}$  铁盐  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2\cdot 12\text{H}_2\text{O}$  置于烧杯中，加入  $10 \text{ mL}$   $\text{HCl}$  加少量水。溶解入  $500 \text{ mL}$  容量瓶中加水稀释到容量瓶刻度。

#### 3. 绘制吸收曲线选择测量波长

取两支  $50 \text{ mL}$  干净容量瓶，移取  $100 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  铁标准溶液  $2.50 \text{ mL}$  容量瓶中，然后在两个容量瓶中各加入  $0.5 \text{ mL}$  盐酸羟胺溶液，摇匀，放置  $2 \text{ min}$  后各加入  $1.0 \text{ mL}$  邻二氮菲溶液， $2.5 \text{ mL}$  醋酸钠溶液，用蒸馏水稀释至刻度线摇匀，用  $2 \text{ cm}$  吸收池，试剂空白为参比，在  $440\sim 540 \text{ nm}$  间，每隔  $10 \text{ nm}$  测量一次吸光度，以波长为横坐标，吸光度为纵坐标，确定最大吸收波长





### 3、 社会调查

#### 1 参观污水处理系统

我们先后采访了 2 位在实验室工作的老师和 1 位后勤集团工作人员，从我们获得的信息来看，漳州校区这里分有机和无机的废水倾倒池，废水就经过管道通往废水池，然后收集在水池中，具体的处理系统还没有建设好。废水是定时满池后进行处理的，处理时分高浓度和低浓度进行不同的处理，水样会定期检查是否合格。但总的来说漳州校区的实验室废水处理系统还不是很完善。然后我们也到本部就本部

实验室废水的问题采访了黄彦捷学长，从学长那里我们知道本部的实验室废水处理具有一个完整的处理体系；但主要是由中联环污水处理公司负责处理。

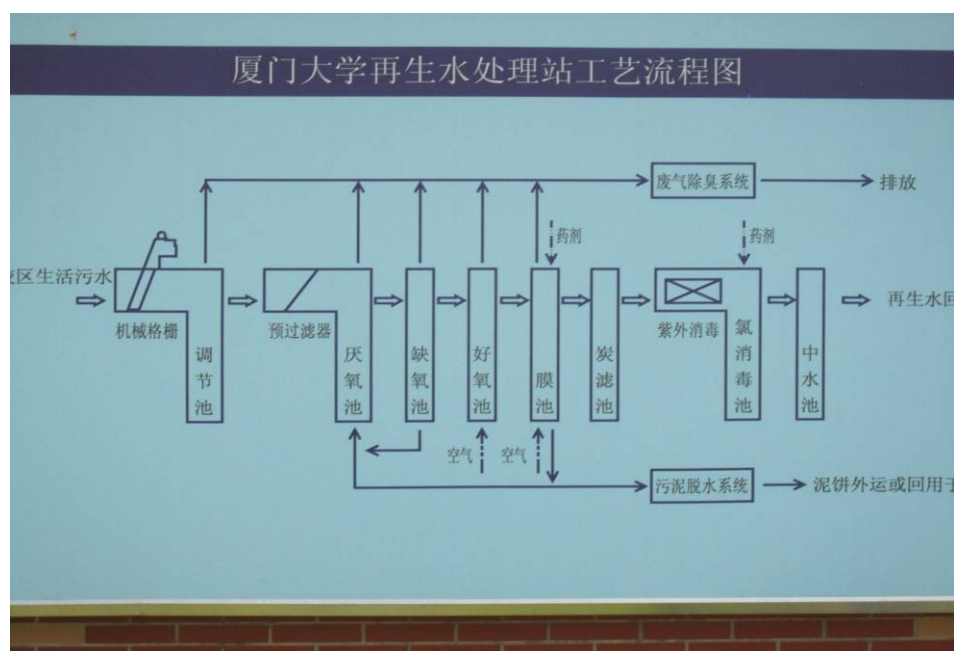


表 1 按流程和处理程度划分的处理工艺

| 工艺类型 | 预处理工艺 | 一级处理工艺 | 二级处理工艺 | 三级（深度）<br>处理工艺 | 污泥处理处置<br>工艺 |
|------|-------|--------|--------|----------------|--------------|
|      |       |        |        |                |              |

|      |              |                               |             |                          |                      |
|------|--------------|-------------------------------|-------------|--------------------------|----------------------|
| 目的   | 除去漂浮物及部分悬浮状物 | 去除污水中易于沉淀的悬浮固体、调节 pH、减轻废水腐化程度 | 除去污水中的有机污染物 | 除去残余的有机物、氮、磷、重金属、无机盐等污染物 | 除去产生的污泥              |
| 常用设备 | 格栅、抽升泵房、沉砂池  | 初沉池                           |             |                          |                      |
| 常用方法 | 筛滤法          | 沉淀法、上浮法、预曝气法                  | 活性污泥法、生物膜法  | 深度生物处理、深度化学或物化处理、膜处理、消毒  | 浓缩、消化、脱水、堆肥、热处理、卫生填埋 |

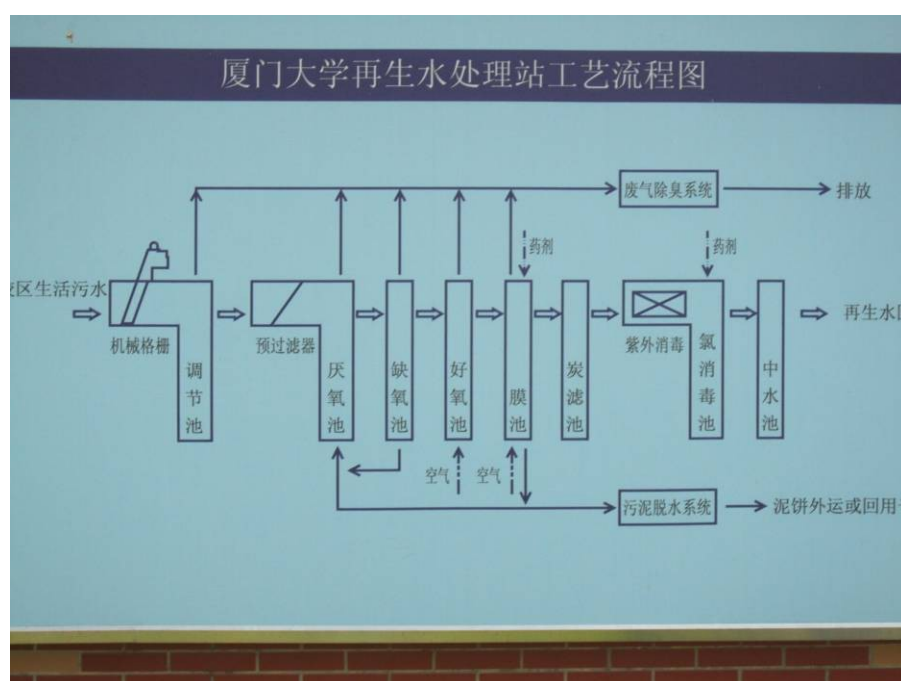


表 2 按作用原理划分的处理方法

|      |                            |                                |                    |                      |
|------|----------------------------|--------------------------------|--------------------|----------------------|
| 分离方法 | 物理处理法                      | 化学处理法                          | 物化处理法              | 生物化学处理法              |
| 具体方法 | 筛分、沉砂、沉淀、隔油、气浮、过滤、离心分离、磁分离 | 中和、化学沉淀、氧化与还原、电解、湿式氧化、焚烧、脱色、消毒 | 调节、混凝、吸附、离子交换、蒸发浓缩 | 好氧生物膜法、好氧活性污泥法、厌氧生化法 |



## 2 问卷调查



关于人们对水中重金属污染的认识情况

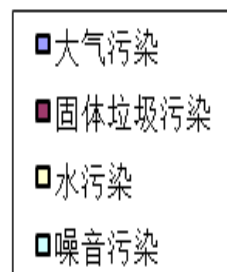
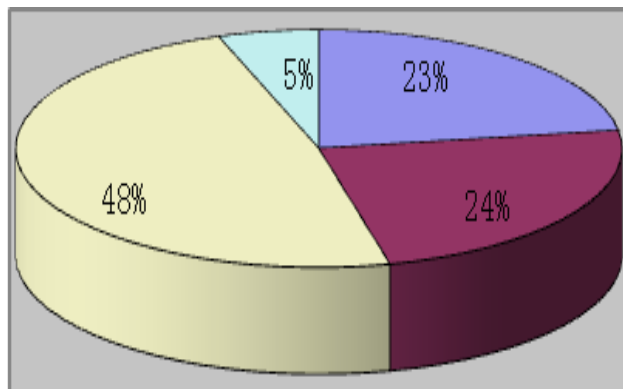
性别：

年龄：

职业：

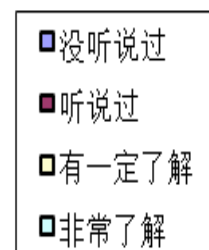
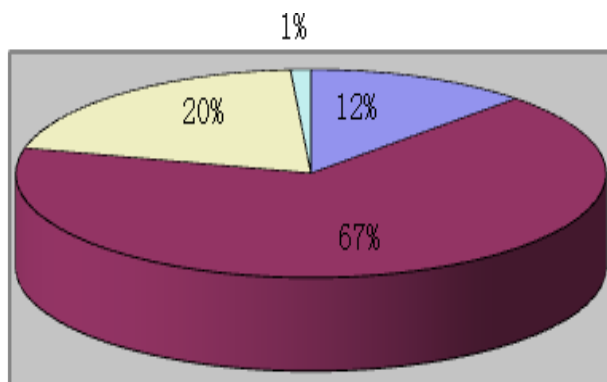
1. 请问，您知道目前中国最严重的环境污染是哪一项吗？

A. 大气污染 B. 固体垃圾污染 C. 水污染 D. 噪音污染



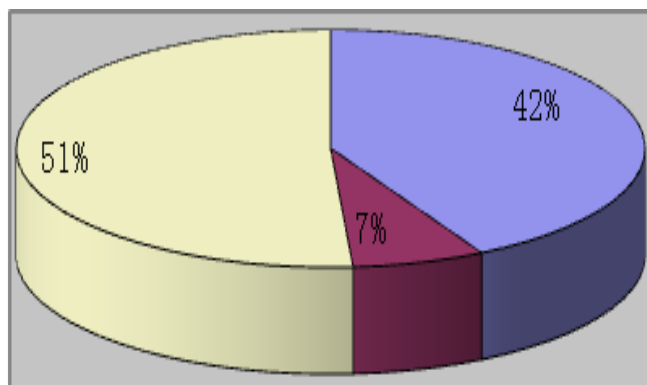
2. 您以前听说过重金属污染这一概念吗？

A. 没听说过 B. 听说过 C. 有一定了解 D. 非常了解



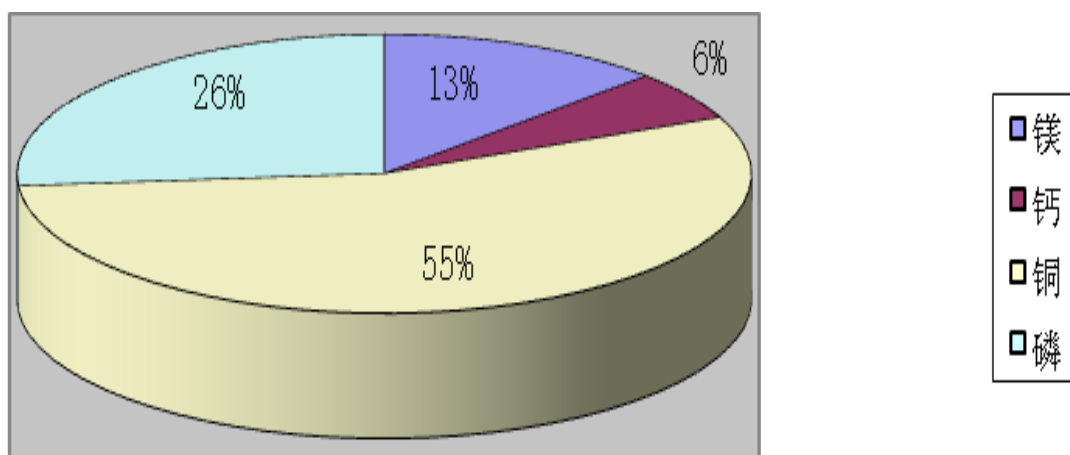
3. 您觉的您目前所喝的纯净水中是一点金属离子都没有的吗？

A. 不是 B. 是 C. 不清楚



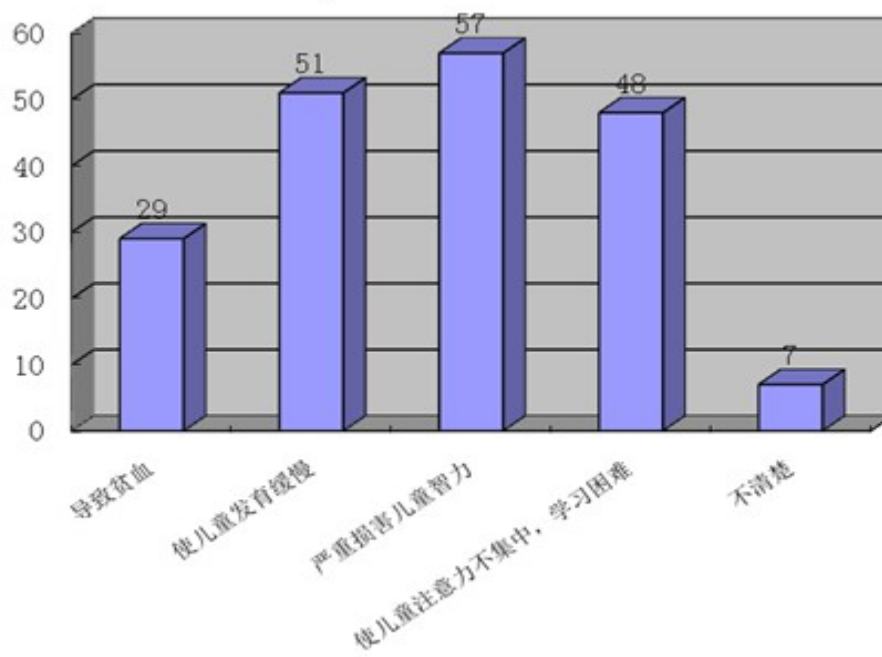
4. 您知道下面哪一种是属于重金属的吗？

A. 镁 B. 钙 C. 铜 D. 磷



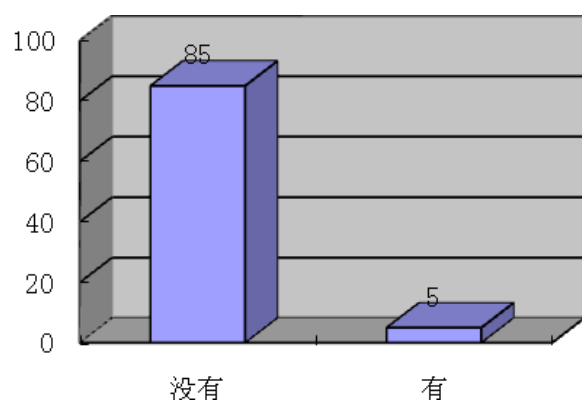
5. 您知道铅含量过多对儿童会有哪些危害吗？（可多选）

- A. 导致贫血      B. 使儿童发育缓慢      C. 严重损害儿童智力      D. 使儿童注意力不集中，学习困难      E. 不清楚



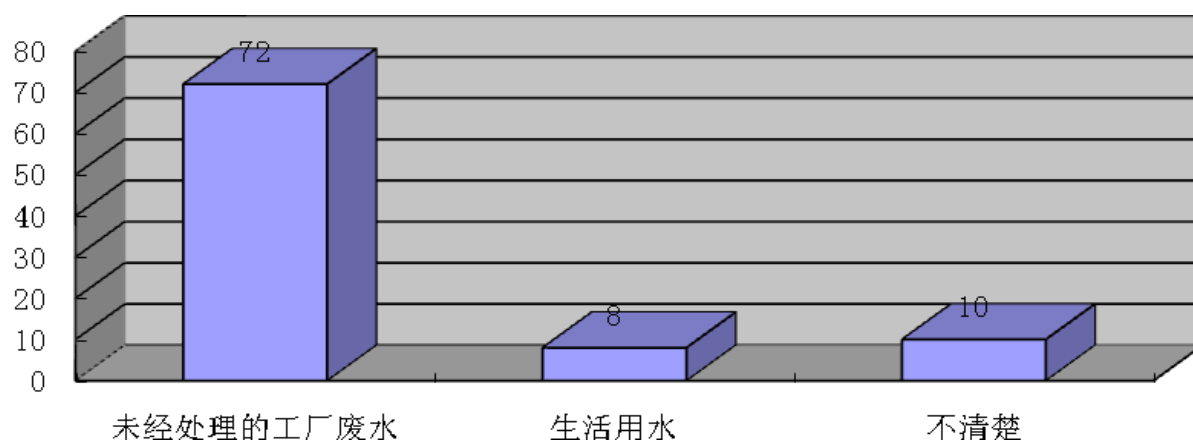
6. 您是否遇到过身边的人发生重金属中毒的例子？

- A. 没有      B. 有



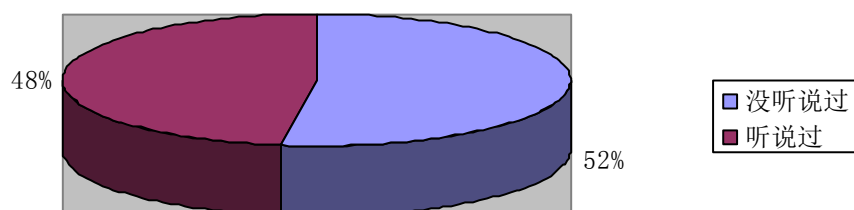
7. 您知道水中的重金属污染主要来源是什么吗?

A. 未经处理的工厂废水 B. 生活用水 C. 不清楚



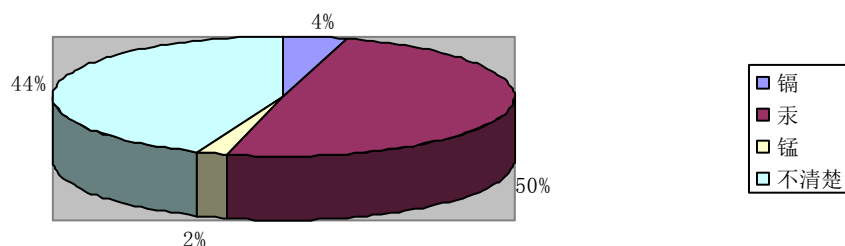
8. 您听说过五十年代日本的“水俣病”事件吗?

A. 没听说过 B. 听说过



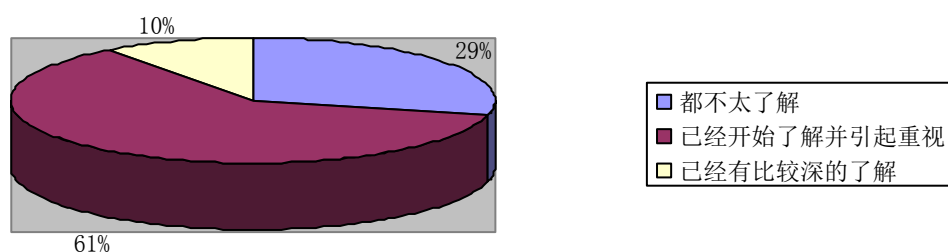
9. 如果您听说过, 那么您知道那是由哪种金属中毒而引起的吗?

A. 镉 B. 汞 C. 锰 D. 不清楚



10. 您觉得如今大众对水的重金属污染这一问题的认识程度如何呢？

A. 都不太了解 B. 已经开始了解并引起重视 C. 已经有比较深的了解



总回收 90 份。

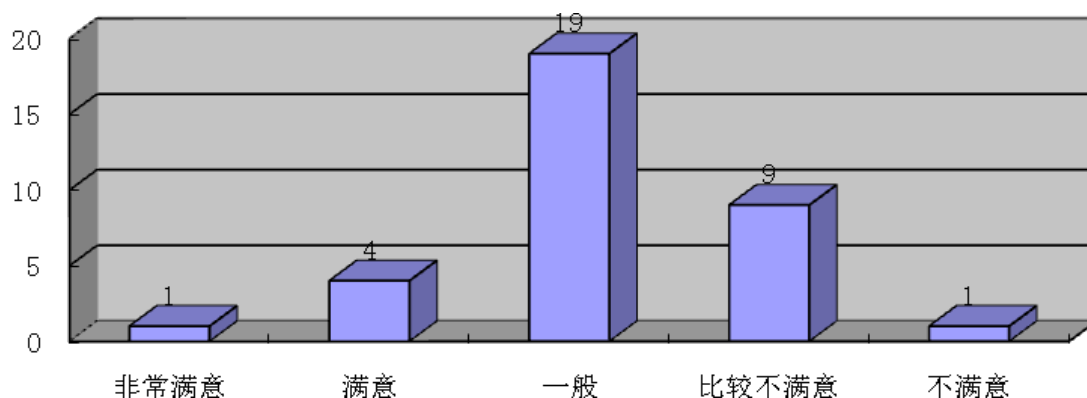
## 实验室污水处理问卷调查

各位学长、学姐：

你们好!我们是 10 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“化学湖中重金属离子的检测”,特来本部进行调查.

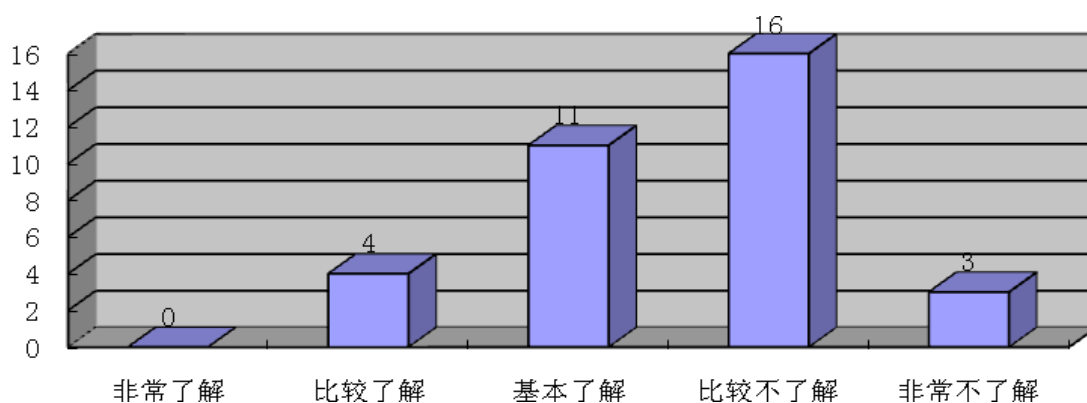
1. 请问，您对实验室污水的处理现状满意吗？

A.非常满意 B.满意 C.一般 D.比较不满意 E.不满意



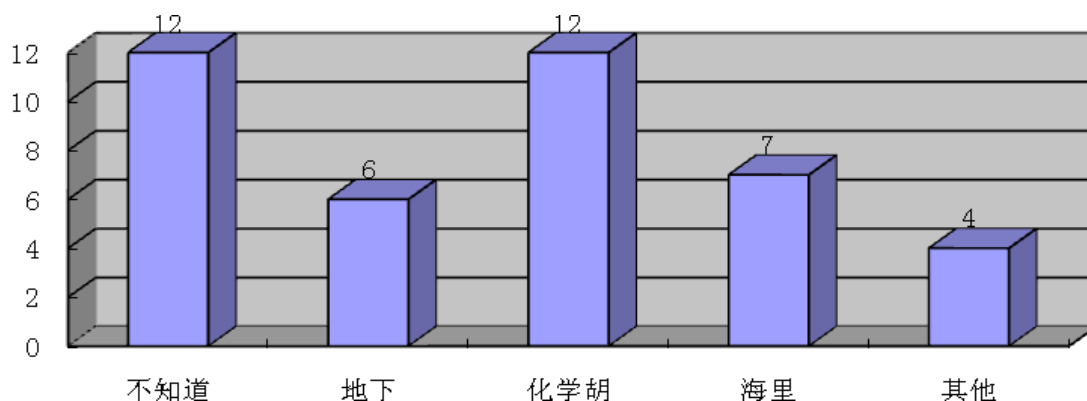
2. 您对实验室的废水处理情况了解多少?

A.非常了解 B.比较了解 C.基本了解 D.比较不了解 E.非常不了解



3. 您认为实验室的污水排到了哪里? (不定项)

A.不知道 B.地下 C.化学湖 D.海里 E.其他\_\_\_\_\_

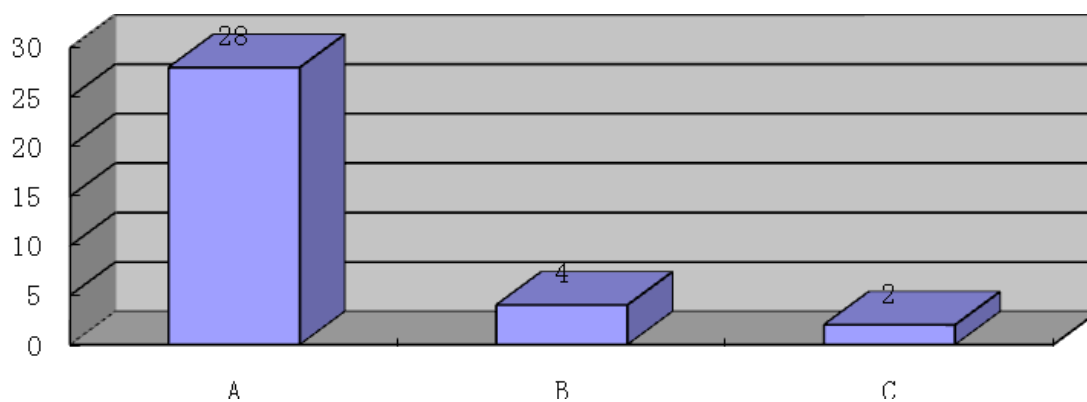


4. 请问, 你认为实验室排除的污水对环境的影响大吗?

A 会做成污染, 因为实验室里含有很多有害化学物质

B 影响不大, 因为实验室的排放量较小

C.不会造成影响, 因为实验室排出的污水一般是经过处理的



5. 您所在实验室的研究方向是什么?

A. 化生 B.有机 C.无机 D.分析 E.理论 F.电化 G.催化 H.其他\_\_\_\_\_

| 研究方向 | 有毒药品                                  |
|------|---------------------------------------|
| 生化   | Hg、Cd、EB、丙烯酰胺、乙腈等                     |
| 有机   | 甲醇、乙酸乙酯、二氯甲烷等                         |
| 无机   | 乙醇、丙酮、N,N-二甲基甲酰胺、氯仿、甲苯、吡啶、重金属盐、乙腈、甲醇等 |
| 分析   | 甲醇、Hg、Fe、Cd、Cl <sub>2</sub> 、有机试剂等    |
| 电化   | 硫酸、王水、铁氧化钾、HF、重铬酸钾等                   |
| 催化   | Pb、甲基丙烯酸甲酯、强酸、重金属离子、Cr、V、甲苯等          |

6. 该实验室用量最多的有毒药品是什么？

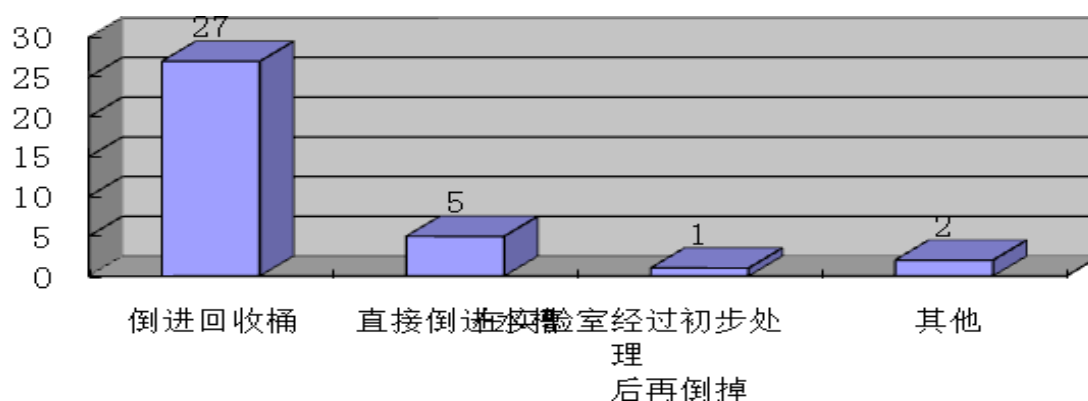
7. 实验后的废旧液,您通常怎样处理？

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\_\_\_\_\_



其他：部分回收，部分倒入水槽，分类处理。

8. 请写下您对污水处理的宝贵意见：

- 1) 分类回收，及时处理；
- 2) 在每个楼层增设废液回收桶；
- 3) 集中处理，同一排放到固定的治污点；
- 4) 降低污水 pH 达到环境要求；
- 5) 去除重金属离子；
- 6) 中和有机酸根；
- 7) 形成无挥发性液体排放；
- 8) 明确细则，以防违规操作；
- 9) 让大众了解污水处理过程，消除疑惑。

感谢您的参与，祝您心想事成！

总回收 34 份。

#### 4、 结束语

在参与实践的过程中虽然我们遇到了很多的困难，但是我们都坚持了下来，并且从中学到了很多我们以前没有学到的东西。我们学会了如何和同学完美地合作、如何分配好每个人的任务、如何应对突发情况等一系列的新的知识。真的要感谢无机化学课外实践这门课！

#### 5、 致谢

感谢朱亚先老师为我们提供了一次自主设计实验的机会！

感谢两位助教老师的悉心指导！

感谢漳州校区实验室的几位老师给我们详细介绍了有关漳州校区的实验室废水处理情况！

感谢黄彦捷学长给我们详细介绍了本部的实验室废水处理系统！