



基于环保理念的物化实验项目综合设计

任淑霞^{1,2}, 边刚^{1,2}, 刘微^{1,2}, 杜建龙^{1,2}, 闰明涛^{1,2}

(1. 河北大学 化学国家级实验教学示范中心, 保定 071002; 2. 河北大学 化学与环境科学学院, 保定 071002)

摘要: 近年来, 高校实验室废液排放问题备受关注, 各高校出台了相关的管理措施。该文结合示范中心物理化学实验项目的开设, 设计了一个基于环保理念的本科综合实验项目——实验室废液中五水硫酸铜的回收及热分析。通过此综合实验项目的教学, 不仅回收了五水硫酸铜, 而且可以使学生巩固已有无机化学知识(沉淀、洗涤、固液分离、浓缩结晶)和分析化学的相关知识, 掌握新的理论知识(热重分析谱图的认识), 提高操作技能, 培养环保意识, 锻炼学生分析问题, 解决问题的能力。同时, 该实验的综合设计也可作为思政教育素材, 宣传国家的生态文明建设。

关键词: 实验室废液; 环保理念; 物理化学实验; 综合实验; 思政教育

中图分类号: G642.0

文献标志码: A

DOI: 10.12179/1672-4550.20210200

Comprehensive Design of a Physical Chemistry Experiment Project Based on Environmental Protection

REN Shuxia^{1,2}, BIAN Gang^{1,2}, LIU Wei^{1,2}, DU Jianglong^{1,2}, RUN Mingtao^{1,2}

(1. National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education, Hebei University, Baoding 071002, China;

2. College of Chemistry & Environmental Science, Hebei University, Baoding 071002, China)

Abstract: In recent years, the discharge of waste liquid in laboratories in universities and colleges has attracted much attention. Universities and colleges have issued relevant management measures. According to the Physical Chemistry Experiment Project of the Demonstration Center, a comprehensive undergraduate experiment project is designed based on the concept of environmental protection—recovery and thermogravimetric analysis of copper sulfate pentahydrate in laboratory waste liquid. Through the teaching of this comprehensive experiment project, copper sulfate pentahydrate can be recycled and students can consolidate their existing knowledge of inorganic chemistry (precipitation, washing, solid-liquid separation, concentrated crystallization) and analytical chemistry, and master knowledge of the new theory (the understanding of thermogravimetric analysis spectrum). The project can improve students' operational skills, cultivate students' awareness of environmental protection, exercise students' ability to analyze and solve problems. At the same time, the comprehensive design of the experiment can be used as a material of ideological and political education to publicize the construction of national ecological civilization.

Key words: laboratory waste; environmental protection concept; physical chemistry experiment; comprehensive experiment; ideological and political education

随着环境污染的日趋严重, 人们的环境保护意识逐渐增强。学生对做实验过程中产生的废液由不假思索地倒入下水池的初级阶段转为询问老师废液收集在哪里的中级阶段。早在 2005 年 7 月, 国家环境保护总局与教育部联合下发了《关于加强高等学校实验室排污管理的通知》, 以加强实验室废弃物的管理。各高校化学实验室纷纷

制定了实验室危险废弃物的分类收集、存储的管理办法, 购置了集装箱, 将废弃物外委给相关资质单位处理。本着能够回收利用, 降低污染物的排放浓度及排放量, 达到国家排放标准的目标, 各高校实验技术人员也在不断探索实验室废液的自行处理方法^[1-3]。如何把废液处理融进实验教学, 这不仅能够培养学生具有减少或消除化学实

收稿日期: 2021-07-21; 修回日期: 2021-09-28

基金项目: 河北省高等学校教育教学改革研究与实践课题(2020GJJG515); 河北大学化学与环境科学学院第二批院级教改项目(H2-06005)。

作者简介: 任淑霞(1973-), 女, 硕士, 高级实验师, 主要从事实验教学与环境保护方面的研究。

验造成环境污染的责任担当意识, 达到意识层面的最高阶段, 而且能够培养学生的综合实验技能, 应是高校化学实验室发展的又一个目标^[4-6]。

1 实验选题的依据、目的和意义

物理化学开设的热力学实验——热分析法测定含水盐的脱水温度和脱水量以及电化学实验——电池电动势的测定是比较经典的实验项目, 也是科研和工业中比较重要的测试手段^[7]。实验教师进行实验综合设计, 开设了综合实验项目——实验室废液中五水硫酸铜的回收及热分析。更改原实验用市售分析纯五水硫酸铜为分析对象, 变为测定回收五水硫酸铜差热, 学习差热-热重分析的基本原理及处理方法等实验内容。分析其热重谱图, 使其与标准谱图进行对比, 判断回收产品的纯度。电池电动势测定产生的五水硫酸铜废液浓度约为 0.1 mol/L (6400 mg/L), 远远超过三级排放标准 2 mg/L^[8]。将电池电动势测定产生的五水硫酸铜废液回收处理作为实验的一部分, 这样不仅节省废液外委处理的费用或者减轻实验技术人员处理废液的劳动量, 也能有效培养学生的环保意识, 同时使学生能完成一项完整的实际需要解决的研究工作, 提高学生的动手能力和操作技能, 培养学生分析问题、解决问题的能力, 可取得多层面的效果。

此综合实验项目的开设, 实现了在实验室中将实际与理论联系起来, 使实验项目实题化, 可融入多个知识点, 将不同分支学科连贯起来, 增加实验的综合性。实题化的实验项目, 使学生对实验具有真实的认知和产生对实题解决的求知欲和新奇感, 激发了实验兴趣^[9]。它不仅使学生巩固已有的知识, 掌握新的理论知识, 还提高了操作技能, 培养了环保意识。

2 实验设计可行性

本实验依托学院物理化学实验课开设的特点, 融合无机化学、分析化学、物理化学 3 个基础类别的实验于一体, 设计该综合实验项目。实验中心物化实验已经采取了虚拟仿真线上预习, 教师可把废液回收的操作流程及注意事项通过线上的方式让学生提前预习。只要教师控制好课堂节奏, 在不增加学时的情况下, 学生可以利用 DTA-TG-DTG 联合热分析仪采集数据等待的

时间, 完成废液中五水硫酸铜的回收处理操作。操作时以先前回收的五水硫酸铜为热重分析对象, 回收产品为下一批学生的操作对象。

3 实验设计内容

3.1 实验目的

1) 掌握热重分析仪的使用技能及工作原理, 熟悉谱图的绘制及结果分析。

2) 加强化学专业学生的环保意识, 环境专业的学生了解环境工程是一门相互交叉、渗透的学科。学会一项实际任务的完整设计、培养学生实践技能及知识综合应用的能力。

3) 巩固无机、分析化学相关知识。

3.2 实验试剂与仪器

1) 实验试剂: 氢氧化钠、(1+1)硫酸、无水乙醇, 以上均为分析纯, 以及回收的五水硫酸铜(固体)、 α -氧化铝(分析纯, 200 目筛)。

2) 玻璃仪器及其他用品: 100 mL、200 mL、800 mL 烧杯, 玻璃棒, 温度计, 吸耳球, 蒸发皿, 5 mL 吸量管, pH 试纸, 研钵, 标准筛(200 目), 镊子, 小瓷坩埚。

3) 仪器设备: 真空抽滤泵、原子吸收分光光度计, 离心机、DTA-TG-DTG 联合热分析仪, 万分之一电子天平, 电加热套, 酸度计。

3.3 实验步骤

3.3.1 热重分析原理及装样、采集

1) 教师了解学生的预习情况, 讲解热重分析仪器的结构与原理。

2) 学生使用回收处理的五水硫酸铜进行研磨、过 200 目筛、装样, 进行测定, 采集信息。

①将回收的五水硫酸铜用研钵研细, 用 200 目的标准筛过筛, 将过筛后的粉末保存于广口试剂瓶中。

②将适量的五水硫酸铜粉末和 α -氧化铝(200 目过筛, 并经过干燥处理)装入瓷坩埚中踏实, 体积约为坩埚的 3/4。用万分之一天平称量所取五水硫酸铜的实际重量。

③开启差热分析仪电源, 升起加热电炉, 将装有 α -氧化铝和五水硫酸铜样品的坩埚分别放置在相应的热电偶板上, 降下加热炉。

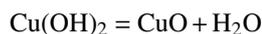
④打开计算机, 启动热分析数据/分析工作站软件, 进入新采集界面并按要求填写相关选项和参数测定, 点击“确定”后系统自动进入时

时采集程序,当到达设定时间后,采集程序自动停止。

3.3.2 五水硫酸铜废液的处理

1) 用量筒量取 500 mL 0.1 mol/L 的五水硫酸铜废液于 800 mL 的烧杯中,将烧杯置于加热套内加热。

2) 计算等量反应所需氢氧化钠的质量约为 4.0000 g,并在 4.0000~4.0050 g 之间称取,少量水溶解,并加入到步骤 1) 里的烧杯中,用玻璃棒搅拌,将温度计插入烧杯中,当温度到达 55 °C 时,再持续加热 5 min,让氢氧化铜沉淀完全转变为氧化铜沉淀,关闭加热套电源,取出烧杯,静置,如图 1 所示。(注:一般认为 CuO 在水溶液中为不溶物质^[10]。)



(a) 氢氧化铜沉淀 (b) 氧化铜沉淀

图 1 沉淀转变过程

3) 吸取上述步骤 2) 烧杯静置后的上清液 10 mL 置于塑料试管中,用于原子吸收光谱法测定铜离子的浓度,与标准比较,判断是否达到排放标准,并采用倾倒入法去除上清液。

3.3.3 判断上清液中铜离子浓度是否满足排放标准

1) 使用原子吸收光谱法测定铜的含量

① 仪器与药品: AA7003 型原子吸收分光光度计、铜空心阴极灯; 50 mL 容量瓶 7 个, 5 mL 吸量管 2 只; 铜标准储备溶液 200 μg/mL。

② 光源, 铜空心阴极灯; 灯电流, 3.5 mA; 波长, 324.8 nm; 狭缝宽度, 0.1 nm; 压缩空气压力, 0.2~0.3 MPa; 乙炔压力, 0.06~0.07 MPa; 乙炔流量 2 L/min; 火焰高度, 6~7 cm 左右。

③ 火焰法测定的操作: 按照操作提示开关机。

④ 实验操作步骤

a. 铜溶液标准系列的配置: 配置浓度为 200 μg/mL 铜标准储备溶液, 分别吸取铜标准溶

液 0.0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 7.0 mL, 移入 50 mL 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀, 备用。

b. 绘制标准曲线: 用原子吸收分光光度计, 在波长 324.8 nm 处, 用最佳条件以空白溶液为零点, 标准溶液按由低浓度到高浓度的顺序, 依次测定其吸光度。以吸光度对浓度作图, 得到其标准曲线。

c. 上清液中铜含量的测定: 无需稀释, 直接测定。

根据测定值计算, 判断是否达到排放标准。

(注: 该步骤受课堂时间限制, 感兴趣的学生需要在原子吸收分光光度计仪器平台实验室开放时间, 预约实验技术人员到相关实验室操作。)

2) 利用 pH 值判断上清液中铜离子浓度是否满足排放标准

为了确保废液中铜离子的排放浓度达标, 我们利用分析化学中学到的溶度积的知识, 使用酸度计或者 pH 试纸, 测定废液的酸碱值, 判定达标排放与否。

原理如下: $\text{Cu}(\text{OH})_2 \rightleftharpoons \text{Cu}^{2+} + 2\text{OH}^-$

溶度积 K_{sp} 是达到沉淀溶解平衡时的离子积。溶度积规则: 在一定温度下, 溶度积为常数, 而离子积不是常数。可以根据离子积与溶度积的相对大小, 判断溶液中是否有沉淀生成。在此, 转换一下思路, 离子积中铜离子的浓度以排放标准计:

$$2 \times 10^{-3} \text{ g/L} \div 64 \text{ g/mol} = 3.125 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$$

当溶液的温度在 18~25 °C 时, $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 的溶度积为 2.2×10^{-20} , 则:

$$3.125 \times 10^{-5} [\text{OH}^-]^2 = 2.2 \times 10^{-20}$$

$$[\text{OH}^-] = 2.6533 \times 10^{-8} \text{ mol/L}$$

当溶液中 $[\text{OH}^-] > 2.6533 \times 10^{-8} \text{ mol/L}$ 时, 就能保证废液中铜离子的浓度低于排放标准。

又因为水的离子积为:

$$K_w = [\text{H}^+][\text{OH}^-] = 1 \times 10^{-14}$$

$$\text{所以} [\text{H}^+] < \frac{K_w}{[\text{OH}^-]} = \frac{1 \times 10^{-14}}{2.6533 \times 10^{-8}} = 3.769 \times 10^{-7}$$

$$\text{pH} > -\lg[\text{H}^+] = 6.42$$

因此, 溶液中 pH 大于 6.42 时, 上清液中铜离子的浓度低于排放标准。

3.3.4 五水硫酸铜的回收

1) 杂质离子的去除: 由于学生的疏忽, 废液中有可能含盐桥溶液的钾离子、氯离子, 以及回收引入的钠离子、原有的硫酸根离子。所以需要产生的氧化铜沉淀进行清洗。将 3.3.2 节中步骤 3) 烧杯内上清液用倾倒法排放, 并用去离子水 200 mL 清洗剩余氧化铜悬浊液, 静置、分层、倾倒去除上清液, 重复 2 次, 如图 2 所示。

2) 将步骤 1) 中最后一次的氧化铜悬浊液倒入 50 mL 的离心管中, 置入离心机中, 设置转速 3800 r/min, 时间 2 min, 如图 3 所示。



(a) PH 值检测 (b) 倾倒排放
图 2 上清液 pH 值检测及倾倒排放



(a) 沉淀离心机 (b) 固液分离

图 3 沉淀离心机分离

3) 离心沉淀完成后, 取出离心管, 缓慢地倾倒出上清液。然后在其中一支离心管中加入 (1+1) 硫酸 5 mL, 震荡、溶解后倒入另一支离心管溶解, 依次倒入剩余离心管中溶解。

4) 将最后溶解的离心管中的硫酸铜溶液置于表面皿中, 底部加热水浴蒸发、浓缩得到固体五水硫酸铜, 无水乙醇洗涤、真空过滤泵过滤、储存, 用于下批次学生热重分析使用, 如图 4 所示。



(a) 蒸发过程 (b) 结晶

图 4 硫酸铜溶液的蒸发、浓缩、结晶

3.3.5 谱图分析

回收工作完毕, 回到热分析仪实验台, 数据采集已经结束, 在教师指导下开始分析谱图, 记录数据, 判断回收五水硫酸铜的纯度。

1) 根据软件绘制出的差热曲线, 列出差热曲线峰谷的起始、终止、峰值温度, 解释五水硫酸铜的脱水过程。

2) 根据软件绘制的热重谱图, 定量计算脱水量。

3.4 思考题

- 1) 离心机的转速, 及离心时间如何确定?
- 2) 为什么要将氢氧化铜沉淀转变为氧化铜?
- 3) 如果溶液中含有少量的铁离子, 应该怎么除?
- 4) 蒸发浓缩结晶的五水硫酸铜为什么会潮湿, 如何才能解决这个问题?
- 5) 论述硫酸铜废液的其他处理方法^[11]?
- 6) 如果判断排放不达标, 该怎么办?
- 7) 影响差热分析实验结果的因素有哪些? 如何防止?
- 8) 为什么要控制升温速度? 升温过快有何后果?
- 9) 为什么拆热分析中的温度必须从参照物中得到?

4 实验教学效果

通过问卷调查, 同学们非常赞同对此实验的综合改编——利用实验等待时间, 再次熟悉、巩固无机化学、分析化学理论知识及实际操作的机会。通过联系相关实验的废液回收, 利用新学习的物理化学知识及仪器分析其回收物品的纯度和性质, 学生的学习兴趣较之前有很大的提高, 并且更加严谨、认真的对待每一个实验操作细节, 认真记录实验数据。学生对分析谱图也极大的感兴趣, 积极比对其他组回收的五水硫酸铜的热分析谱图, 找差距, 分析为什么? 通过对热分析法测定含水盐的脱水温度和脱水量实验项目的综合改编, 使课堂探究学习氛围变得更加浓厚, 给学生留下了深刻的实验教学印象。同时, 此实验的改编, 也是一个教师结合教学对学生进行的一次课程思政教育。建设生态文明是关系人民福祉、关乎民族未来的大计, 是实现中华民族伟大

复兴中国梦的重要内容。作为化学教师一定要将这一项党的重要思想理论在学化学的学生心理扎根。金山银山我们要,因为我们要满足人民日益增长的物质要求,绿水青山我们也要,因为我们要满足人民对美好生活的追求。在利用化学知识创造五彩斑斓的物质生活时,一定要研究绿色化生产工艺,尽可能的从源头控制污染,要有“谁污染,谁治理”的责任担当,做好环保的善后工作。

5 结束语

大学的使命之一就是教学和实践联系起来,将三废处理融入实验教学中,学生对开设这样的综合实验项目满意度很高^[12-13]。就如本实验,充分利用主体实验等待的时间,融入与主体实验使用化学试剂相关联的实验教学废液回收内容,使有效教学转变为优质教学。以实验室三废处理为实题化素材编制的实验项目可以增强学生的责任感,激发实验兴趣,培养学生的综合素质和综合能力,促进学生的全面发展,更好地发挥实验教学验证理论的内涵和其培养学生创新能力的外延功能。实验技术人员和授课教师应当积极利用开设实验项目的科学性、实践性,结合实验中心仪器的利用率,将实验产生的三废加以教学利用,培养学生的综合素质。

参考文献

[1] 刘洋. 高校实验室废液处理和管理办法的初

- 探[J]. 环境与发展, 2017, 29(10): 113-114.
- [2] 麦艺焱, 张以科, 何广坚, 等. 高校实验室废液管理的探讨[J]. 实验室研究与探索, 2011(11): 414-416.
- [3] 张键, 周骥平, 周俊, 等. 高校实验室废液处置体系的初步建构[J]. 实验技术与管理, 2014, 31(8): 232-235.
- [4] 尹文萱, 谢广元, 李颖, 等. 化学实验教学中废弃物处理[J]. 实验技术与管理, 2016, 33(5): 40-43.
- [5] 赵祥华, 王莉敏, 元智玲. 绿色综合化学实验改革及其人才培养[J]. 四川职业技术学院学报, 2017, 27(4): 107-112.
- [6] 曾玲, 韩冰, 文菁. 高校实验室废液收集和处理初探——以岭南师范学院化学化工学院为例[J]. 高校实验室工作研究, 2018(4): 91-94.
- [7] 马志广, 庞秀言. 物性参数与测定[M]. 2版. 北京: 化学工业出版社. 2009.
- [8] 国家环境保护总局. 污水综合排放标准: GB8978-1996[S]. 1998-01-01.
- [9] 宋岭. 人工智能时代下未来教学的系统性变革[J]. 高等理科教育, 2018(3): 8-14.
- [10] 熊言林, 黄萍, 张燕, 等. 新制氢氧化铜分解温度的实验探究[J]. 化学教学, 2008(9): 15-17.
- [11] 范小玲, 王振文, 谢金平, 等. 一种由硫酸铜废液制备高纯球形氧化铜的方法: CN 104108738 A [P]. 2014-10-22.
- [12] 张秀霞, 耿春香, 卢磊, 等. “固体废物处理与处置工程”四化教学模式探索[J]. 实验技术与管理, 2016(3): 211-213.
- [13] 何荣幸, 黄成, 彭敬东. 物理化学实验教学改革创新教育思路[J]. 西南师范大学学报(自然科学版), 2012, 4(37): 186-189.

编辑 钟晓