无机与有机混合物的含量分析 ——以探究鼻可乐成分为例

王雨欣¹, 丁淑媛^{1,2}, 张守林¹, 徐林¹, 唐亚文^{1,*}

¹ 南京师范大学教师教育学院, 化学与材料科学学院, 南京 210023

² 江苏省海门中学, 江苏 南通 226100

摘要: 在化学实验课堂上, 以生活中常见药品作为实验对象更能激发起学生对化学学习的兴趣。鼻可乐是一种常见的市售洗鼻剂, 主要成分为氯化钠、柠檬酸与柠檬酸钠, 是一种典型的无机物与有机物的混合体系。本文设计了对鼻可乐的组成进行定量分析的方法, 并且通过实验验证其合理性, 以期鼻可乐成分分析实验进入高校分析化学实验课堂提供指导方法。学生通过该实验不仅能掌握恒重灼烧、沉淀滴定等实验基本操作方法, 而且能更好地理解定量分析数据的方法。

关键词: 热分解; 恒重实验; 沉淀滴定; 鼻可乐

中图分类号: G64; O6

Content Analysis of Inorganic and Organic Mixtures: A Case Study of the Compositional Analyses of Nasalcare

Yuxin Wang¹, Shuyuan Ding^{1,2}, Shoulin Zhang¹, Lin Xu¹, Yawen Tang^{1,*}

¹ School of Chemistry and Materials Science, School of Teacher Education, Nanjing Normal University, Nanjing 210023, China.

² Haimen Middle School, Nantong 226100, Jiangsu Province, China.

Abstract: For chemistry experimental teaching, using the common medicine in daily life as the experimental object can greatly arouse students' interest in chemistry learning. Nasalcare is a commonly commercial nasal detergent which mainly contains sodium chloride, citric acid and sodium citrate, representing a typical mixture of inorganic substances and organic substances. In this paper, a quantitative analysis method for the composition analyses of Nasalcare is designed, and the rationality is verified by experiments. This work is anticipated to provide the methodological guidance for the involvement of compositional analyses of Nasalcare experiment into the university analytical chemistry experiment class. Through this experiment, students can not only master the basic laboratory skills, such as constant weight of crucible and precipitation titration, but also have a better understanding of the method of quantitative analysis of data.

Key Words: Thermal decomposition; Constant weight test; Precipitation titration; Nasalcare

2017年, 教育部高等学校化学类专业教学指导委员会发布了化学类专业化学理论教学和实验教学建议内容。沉淀及其转移、洗涤、干燥、恒重、滴定等实验操作是定量分析化学实验中的重要组成部分^[1-3]。由于重量法实验耗时长, 实验过程繁琐, 很多学校已经取消了该方面的教学内容。目前, 绝大部分高校的分析化学实验都是以滴定为主, 特别是酸碱滴定、氧化还原滴定、配位滴定内

收稿: 2021-05-24; 录用: 2021-06-21; 网络发表: 2021-07-01

*通讯作者, Email: tangyawen@njnu.edu.cn

基金资助: 南京师范大学教改重点项目(2021NSDJG015)

容偏多。而沉淀滴定由于其突变现象不清楚,误差较大,很多高校往往不开设这方面的实验。如何设计创新型分析化学实验,将恒重操作实验与沉淀滴定的知识点相结合,在相对较少的学时中培养学生的动手能力^[4],对于实现对定量分析化学实验的教学目标具有重要意义。

鼻可乐是一种市面上常见的洗鼻剂,主要成分为柠檬酸、柠檬酸钠以及氯化钠。其中,柠檬酸与柠檬酸钠是优良的缓冲溶液和螯合剂^[5],能够调节鼻腔的 pH,抑制病菌的生长;同时,与进入鼻腔的粉尘、重金属离子、污染物结合,清除污染物;而氯化钠则能够发挥消炎、杀菌的功效。鼻可乐作为专业的洗鼻产品,对鼻炎、鼻窦炎、慢性鼻炎、过敏性鼻炎等都非常有效。以鼻可乐为教学模型进行有机物与无机物混合物含量分析的科学探究,利用灼烧法和沉淀滴定法分析鼻可乐药品的含量,对于培养学生实验操作能力,了解有机物和无机物的基本化学性质,加强恒重实验和沉淀滴定实验操作的训练具有实际意义。同时,利用生活中常用的药物作为试验对象,有助于促进理论知识学习与真实世界的关联,提高学生运用化学知识解决实际生活问题的能力。

1 实验目的

- (1) 了解无机和有机混合物的性质;
- (2) 学习常见的样品前处理技术,如灼烧、恒重等;
- (3) 练习沉淀滴定实验操作;
- (4) 掌握定量分析数据处理方法。

2 实验原理

根据鼻可乐的说明书,其主要成分为柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)、柠檬酸钠($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)以及氯化钠。柠檬酸与柠檬酸钠属于有机物,易燃烧分解是有机物的典型特征之一,将柠檬酸和柠檬酸钠在空气、室温–800 °C 环境下进行热重分析。从热重分析曲线可知,柠檬酸和柠檬酸钠完全分解温度分别为 250 °C、500 °C (图 1),反应方程式为:

氯化钠沸点为 1413 °C,所以,柠檬酸、柠檬酸钠、氯化钠混合体系的灼烧剩余产物主要为氯化钠和碳酸钠。因此,通过灼烧法能够确定体系氯化钠和柠檬酸钠灼烧产物碳酸钠的质量之和。在柠檬酸、柠檬酸钠、氯化钠总质量已知的情况下,利用钠离子平衡原则,只要确定柠檬酸与柠檬酸钠的比例或者氯化钠的质量即可确定出三种组分的质量。利用铬酸钾作为指示剂, AgNO_3 标准溶液滴定 Cl^- ,得到氯化钠的质量。

图 1 柠檬酸(左)及柠檬酸钠(右)的热重曲线

基于实验成本考虑,实验室自配的鼻可乐更适合作为定量研究对象。将柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)、柠檬酸钠($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)以及氯化钠混合在一起,与从江苏泰德药品有限公司购买的鼻可乐药品做了红外曲线(图 2)对比,发现红外曲线基本吻合,说明本实验对象合理。

图 2 购买鼻可乐与实验室自配鼻可乐红外曲线对比

3 实验部分

3.1 实验用品

3.1.1 仪器

瓷坩埚(30 mL)、煤气灯、泥三角、坩埚钳、干燥器、电子天平(购自赛多利斯科学仪器(北京)有限公司,精度 0.0001 g)、容量瓶(100 mL)、滴定管(50 mL)、锥形瓶、滴管、玻璃棒、量筒、烧杯。

3.1.2 试剂

鼻可乐购自江苏泰德药品有限公司;柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)、柠檬酸钠($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)、氯化钠(NaCl)、浓硝酸、乙醇、酚酞,均购自国药集团化学试剂有限公司;铬酸钾(K_2CrO_4)购自上海凌峰化学试剂有限公司;硝酸银(AgNO_3)购自中国医药(集团)上海试剂有限公司。除鼻可乐外,所有化学试剂均为分析纯。

3.1.3 溶液的配制

0.1 mol·L⁻¹ 硝酸银标准溶液:称取 16.9 g 硝酸银,溶于 1000 mL 水中,摇匀。溶液保存于棕色试剂瓶中。之后用基准氯化钠标定 2-3 次^[6]。

酚酞指示剂:取 1.0 g 酚酞,溶于 60 mL 乙醇中,用水稀释至 100 mL。

5%铬酸钾溶液:称取 5 g 铬酸钾固体溶于去离子水中,稀释至 100 mL,摇匀。

2 mol·L⁻¹ 硝酸溶液:取 7 mL 浓硝酸,稀释至 50 mL,备用。

3.2 实验过程

3.2.1 灼烧法测定混合物中有机物含量

(1) 瓷坩埚恒重,坩埚恒重的方法:将洗净的坩埚置于泥三角上,小火烘干后,用煤气灯的氧化焰灼烧至红热。将坩埚冷却至略高于室温,再用干净的坩埚钳将其转入干燥器内,冷却至室温(注意:热坩埚放入干燥器后,一定要在短时间内将干燥器盖子打开 1-2 次,以免内部压力降低,难以打开)。取出,用分析天平称量。重复上述加热过程、冷却、称量,直至恒重^[7]。瓷坩埚恒重数据如表 1 所示。

(2) 取恒重过的瓷坩埚,向其中加入质量约为 0.36 g 的鼻可乐固体,置在煤气灯氧化焰上进行

充分灼烧。灼烧时间：10 min (时间过长会导致瓷坩埚中组分参与反应)。为了评估实验结果的准确性，实验所采用的鼻可试剂为自配的柠檬酸、柠檬酸钠、氯化钠的混合物，三种试剂的含量均为 0.12 g。灼烧后实验数据如表 2 所示。

3.2.2 沉淀滴定法测定混合物中 NaCl 含量

将灼烧后的固体加 30 mL 蒸馏水溶解，转移至锥形瓶中，加入 20 mL 蒸馏水稀释，加入 1 滴酚酞指示剂，用 $2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} \text{HNO}_3$ 滴定至溶液无色。加入 1 mL 5% K_2CrO_4 溶液作指示剂，用 $0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 标准 AgNO_3 溶液滴定至沉淀颜色出现黄色，溶液整体呈现灰黄色时，即为滴定终点。滴定分析数据如表 3 所示。

4 实验数据处理与分析

4.1 瓷坩埚的恒重

表 1 瓷坩埚的恒重数据

编号	瓷坩埚质量/g	瓷坩埚平均质量/g
①	23.3101	23.3103
	23.3104	
	23.3103	
②	24.1719	24.1716
	24.1714	
	24.1715	
③	23.6419	23.6419
	23.6421	
	23.6418	

4.2 柠檬酸、柠檬酸钠、氯化钠充分灼烧后碳酸钠和氯化钠质量计算

$$m_{\text{Na}_2\text{CO}_3+\text{NaCl}} = \text{灼烧后总质量} - \text{瓷坩埚平均质量}$$

表 2 各组分 0.12 g 柠檬酸、柠檬酸钠、氯化钠充分灼烧后质量

编号	$m_{\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7\cdot\text{H}_2\text{O}}/\text{g}$	$m_{\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7\cdot 2\text{H}_2\text{O}}/\text{g}$	m_{NaCl}/g	灼烧后总质量/g	$m_{\text{Na}_2\text{CO}_3+\text{NaCl}}/\text{g}$
①	0.1204	0.1209	0.1208	23.4966	0.1863
②	0.1203	0.1201	0.1204	24.3566	0.1850
③	0.1201	0.1206	0.1201	23.8268	0.1849

4.3 莫尔法测定氯离子含量

标定后 $c_{\text{AgNO}_3} = 0.0997 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$

$$m_{\text{NaCl}} = c_{\text{AgNO}_3} \times V_{\text{AgNO}_3} \times M_{\text{NaCl}}$$

表 3 莫尔法测定氯离子含量

编号	AgNO_3 滴定起点/mL	AgNO_3 滴定终点/mL	$V_{\text{AgNO}_3}/\text{mL}$	实测 m_{NaCl}/g	NaCl%
①	0.10	20.90	20.80	0.1212	100.33%
②	0.30	20.92	20.62	0.1201	99.75%
③	0.02	20.53	20.51	0.1195	99.50%

4.4 鼻可乐各组分含量计算

$$m_{\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = (m_{\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaCl}} - m_{\text{NaCl}}) / M_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \times 2 / 3 \times M_{\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}$$

鼻可乐各组分含量计算如表 4 所示, 其中柠檬酸的质量为鼻可乐总重量减去氯化钠和柠檬酸钠的质量之和。

表 4 鼻可乐中各组分含量

编号	NaCl/%	RSD/%	理论柠檬酸钠 质量/g	实测柠檬 酸钠质量/g	柠檬酸钠/%	RSD/%	理论柠檬 酸质量/g	实测柠檬酸 质量/g	柠檬酸/%	RSD/%
①	100.33%	0.43	0.1209	0.1204	99.59%	0.37	0.1204	0.1205	100.08%	0.085
②	99.75%		0.1201	0.1201	100.00%		0.1203	0.1206	100.25%	
③	99.50%		0.1206	0.1210	100.33%		0.1201	0.1203	100.17%	

RSD 为三次测量结果的标准偏差

5 注意事项及教学建议

5.1 滴定过程注意事项

- (1) 鼻可乐药品可从药品公司购买, 也可以实验室自配。
- (2) 由于电炉温度低, 很难保证柠檬酸钠完全分解, 因此实验过程中使用煤气灯进行灼烧操作, 简单快捷。
- (3) 滴定体系选择灼烧后的剩余固体, 不直接选择鼻可乐的原因是莫尔滴定法需要控制 pH 在 6.0–10.5^[8] 的范围内, 而鼻可乐属于缓冲体系, 缓冲容量大, 调节 pH 较为困难, 但将其燃烧后的剩余物质配成溶液, 只要加入少量稀硝酸便可将 pH 调至中性。
- (4) 对于滴定终点的判断并不是如分析化学书中所说出现砖红色沉淀为止^[9], 经过多次试验发现: 当溶液由乳白色变为灰黄色时, 结果最为准确。如若按照课本上所说出现砖红色沉淀, 则终点会延迟。而已有的文献也表明, 橙红色终点并不确切, 由于在黄色且不澄清(先有 AgCl 沉淀生成)的反应液中出现砖红色沉淀, 少量的砖红色沉淀看不到, 因此看到的是溶液颜色为棕黄色, 导致终点不容易判断^[10]。
- (5) 滴定过程中注意要剧烈震荡, 否则会使终点提前。

5.2 教学建议

- (1) 本实验适合安排在定量分析化学基础实验结束后, 学生有良好的滴定分析基础和样品前处理基本操作基础。
- (2) 教师应解释利用钠离子平衡求解混合物的有机物含量的原理和反应方程式。
- (3) 0.1 mol·L⁻¹ 硝酸银标准溶液、酚酞指示剂、5% 铬酸钾溶液、2 mol·L⁻¹ 硝酸溶液, 建议由实验室统一配制和标定。
- (4) 确定柠檬酸与柠檬酸钠的比例或者氯化钠的质量的实验方案有三种。pH 法: 测定定量混合溶液的 pH, 根据缓冲溶液的公式计算得到柠檬酸与柠檬酸钠的比例。重量法: 通过测定生成的 AgCl 沉淀质量, 得到氯化钠的质量。沉淀滴定法: 通过 AgNO₃ 标准溶液滴定 Cl⁻, 得到氯化钠的质量。对比实验结果表明, pH 法受温度影响, 误差非常大。重量法实验中, 由于氯化银在滤纸上难以分离, 导致氯化银收集困难, 整体质量偏小; 同时 AgCl 易分解, 采用重量法也不合适。因此设计实验采用的是沉淀滴定法。

6 结语

对于无机物与有机物的混合体系, 灼烧法是一种很好的实验方法, 但是对于后续含量的进一步测

定,提供了几种可能解决的方案:pH测定法、沉淀重量分析法、沉淀滴定法。对于氯离子含量的测定,后续可以选择氯离子选择电极进行进一步尝试;针对pH计测定缓冲体系pH不准确的结果,后续尝试选择数字化实验进行进一步的探究。

综上,将鼻可乐成分分析实验引入高校分析化学实验课堂,可以让学生从生活中学化学,锻炼学生恒重坍塌、灼烧、滴定等基本实验操作能力,培养学生解决问题的综合能力。

参 考 文 献

- [1] 2013–2017年教育部高等学校化学类专业教学指导委员会. 大学化学, **2017**, 32 (8), 1.
- [2] 周文峰, 鲁润华, 张三兵. 大学化学, **2018**, 33 (10), 21.
- [3] 张树永, 朱亚先, 张剑荣. 大学化学, **2018**, 33 (10), 1.
- [4] 周璐珊, 张文雄. 化学通报, **2012**, 75 (3), 279.
- [5] 韩欢, 刘杰, 柯李晶, 周建武, 饶平凡. 柠檬酸-柠檬酸钠盐对红茶茶汤胶体体系的影响//中国食品科学技术学会第十七届年会摘要集. 中国食品科学技术学会第十七届年会, 陕西 西安, 2020.
- [6] 陶海燕. 大学化学, **2012**, 27 (2), 52.
- [7] 赵新华. 无机化学实验. 北京: 高等教育出版社, 2016: 74.
- [8] 卢爱党, 王铁男, 杨珊, 李红岩. 化学教育(中英文), **2019**, 40 (8), 42.
- [9] 华东师范大学等. 分析化学上册. 第4版. 北京: 高等教育出版社, 2011: 295.
- [10] 佟琦, 高丽华. 工业水处理, **2008**, 28 (11), 69.