

基础教育研究系列

大学化学 研究性学习

——韩山师范学院化学系本科生成果集

DAXUE HUAXUE
YANJIUXING XUEXI

袁明华 主编



暨南大学出版社
JINAN UNIVERSITY PRESS



基础教育研究系列

大学化学 研究性学习

——韩山师范学院化学系本科生成果集

DAXUE HUAXUE
YANJIUXING XUEXI

袁明华 主编



图书在版编目 (CIP) 数据

大学化学研究性学习: 韩山师范学院化学系本科生成果集/袁明华主编. —广州: 暨南大学出版社, 2011. 6

(基础教育研究系列)

ISBN 978-7-81135-772-1

I. ①大… II. ①袁… III. ①化学—高等学校—教学参考资料 IV. ①O6

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 039566 号

出版发行: 暨南大学出版社

地 址: 中国广州暨南大学

电 话: 总编室 (8620) 85221601

营销部 (8620) 85225284 85228291 85228292 (邮购)

传 真: (8620) 85221583 (办公室) 85223774 (营销部)

邮 编: 510630

网 址: <http://www.jnupress.com> <http://press.jnu.edu.cn>

排 版: 广州市铎建商务服务有限公司

印 刷: 湛江日报社印刷厂

开 本: 787mm×1092mm 1/16

印 张: 19

字 数: 462 千

版 次: 2011 年 6 月第 1 版

印 次: 2011 年 6 月第 1 次

定 价: 36.00 元

(暨大版图书如有印装质量问题, 请与出版社总编室联系调换)

前 言

随着我国教育的不断深入，大学生研究性学习能力的培养已成为各高校提高教育教学质量的新思维和新举措。从广义上讲，研究性学习是指学生探究问题的学习，是一种学习方式；从狭义上讲，研究性学习是指学生在教师指导下，从自然、社会、生产和生活中选择和确定专题进行研究，在研究过程中主动获取知识、应用知识、解决问题的学习活动，并在获得直接经验或参与知识创造的过程中养成科学态度，掌握科学方法，增强社交能力和团队精神。研究性学习是一种积极的学习过程，强调学习的自主性、探索性和实践性，强调学生学习能力、实践能力和创新能力、社交能力、团队精神的培养。这些正是创新型人才必须具备的素质。

韩山师范学院是一所百年老校。在长期办学过程中，形成了“秉承百年师范教育传统，融汇潮汕地域文化精华，提升学生综合素质，为粤东基础教育和经济社会的可持续发展提供人才支撑”的办学特色。近十年来，学校建立了大学生课外科研制度，支持和资助学生开展为区域经济建设、社会进步和行业发展的服务活动。这些制度的建立及活动的开展为在校学生今后走向教学岗位在指导学生开展研究性学习方面奠定了坚实的基础，也为地方院校在培养大学生研究性学习能力方面做了一些有益的探索。

为了向外界宣传和交流韩山师范学院在校本科生的研究性学习成果，我们特意编辑了《大学化学研究性学习》一书。本书共收录韩山师范学院化学系本科生作品 70 篇，每一篇作品内容丰富，可读性强，颇具参考价值。对于化学专业的学生，有利于拓宽其知识层面并从中得到启发；而对于非化学专业的学生，则有助于向他们普及化学知识，进行学科之间的相互沟通与联系。

本书的出版得到了原文章作者的许可和支持，得到暨南大学出版社的支持，在此一并致谢。

袁明华

2010 年 10 月 1 日于韩师进华教学实验楼

目 录

前 言	1
从贝壳中制取乳酸钙的工艺条件研究	1
掺稀土铝酸锶基质的制备及 XRD 表征	6
大蒜渣中混合氨基酸的提取工艺研究	10
水葫芦叶制取叶绿素铜钠的工艺研究	14
水葫芦叶制取叶绿素锌钠的新工艺研究	18
凤凰消炎喷雾剂的研制工艺	22
叶绿素美容霜的研制	29
酶解脱脂虾粉制备多肽最佳工艺条件的研究	32
酶解低值虾蛋白制取功能多肽饮料的工艺技术研究	37
五指毛桃保健果冻的研制	44
五指毛桃含片制作工艺研究	48
五指毛桃软糖的生产工艺研究	52
白筋透明香皂的制备工艺	55
白筋含氟牙膏的制作	57
白金复方冲剂的制备及质量检测	61
低糖黄皮果脯的开发与研制	64
低糖香瓜果脯的开发与研制	69
转化糖椰肉果脯加工工艺的研究	74
冬瓜保健软糖的研制与开发	79
芦荟运动保健饮料的研制	83
超声波均质作用下复合汁饮料的研制	87
车前草白花蛇舌草复合保健饮料的研制	92
锌锰缓释复合肥的研制	96
新型分子筛锌锰复合肥料的缓释性能研究	99
废陶瓷在含铅废水处理中的应用	104
改性废陶瓷碎处理模拟印染废水的研究	107
活性炭吸附法处理印染废水的研究	113
莲花山矿山土壤重金属污染初步调查	118
泡沫隔臭剂配方的研究开发	122
电解法处理造纸漂白废水	128
新咪唑啉缓蚀剂的合成及性能表征	132
曝气沉砂法处理生活污水的研究	137
SBR 法间歇式活性污泥系统处理有机废水的实验研究	140

催化湿式氧化法处理垃圾渗滤液	144
超临界水氧化技术及其应用	151
纳米氧化锌表面包覆二氧化硅的性能研究	157
8 种野菜（外来入侵种）的基本营养成分及硝酸盐含量的测定	162
潮式月饼的营养成分分析	166
潮汕特产腐乳饼营养含量的测定	170
罗勒营养成分研究	175
乌榄果及其种子营养成分分析	178
潮州老药桔营养成分含量及其随年份的变化情况	181
潮汕果蔬腌制品在传统工艺中 NO_2^- 前后量的相关分析	184
薄层色谱分离分光光度法测定辣椒酱中苏丹红 I	188
离子色谱法测定阴离子	193
凤凰茶汤中硝酸盐、亚硝酸盐的离子色谱法测定	196
凤凰茶、金银花、穿心莲提取液及其抑制口腔病菌效果的研究	200
凤凰茶体外清除亚硝酸盐及阻断亚硝胺合成的研究	204
白藜体外清除亚硝酸盐及阻断亚硝胺合成的研究	208
南姜清除亚硝酸盐及阻断亚硝胺合成的研究	212
凤眼莲叶叶绿素的提取及其性质的稳定性	217
茶多酚、绿原酸、穿心莲内酯三种药物的提取方法的比较	221
桑叶中微量元素及总黄酮的检测	226
蟛蜞菊中黄酮物质的提取工艺研究	229
粤东含笑总黄酮的提取及测定	234
保健茶—紫金竹壳茶总黄酮及茶汤中黄酮的测定	239
草鱼鱼鳞中提取卵磷脂的最佳工艺研究	243
废陶瓷在水处理中的资源化	247
粤东地区东丽湖的水质研究	252
氢化物发生—原子荧光法测定海产品中的砷和汞	256
乌榄中矿质元素含量的测定	261
潮州功夫茶茶杯中铅的溶出量测定	264
流动注射光散射法测定水样中微量 $\text{Pb}(\text{II})$	268
凤凰茶园茶叶和土壤中铜铁锌锰含量的相关分析	272
散射光谱法测定微量铜的研究	276
微乳液分光光度法测定茶叶中的微量锰	280
污水处理厂污泥成分的分析及探讨其利用	284
火焰原子吸收法测定植物叶片中 Pb 、 Cd 、 Cu 、 Zn 含量	290
火焰原子吸收光谱法测定粤东第一温泉中钾、钠、钙、锰和锌	294
利用手持技术比较强酸弱酸的 pH 和电导率	297

从贝壳中制取乳酸钙的工艺条件研究^①

2003 级本科生：郑伟航 陈淑婉 指导教师：袁明华

摘要

本文从节约能源的角度出发，采用一次煅烧法，研究了用贝壳制备乳酸钙的工艺条件。本文综合利用单因素实验、正交实验对影响反应的各因素进行了考查，得出制备乳酸钙的最佳条件，制得乳酸钙的产率为 76.32%，纯度为 87.54%。

关键词

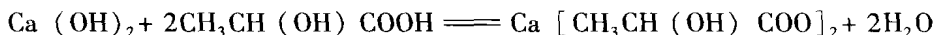
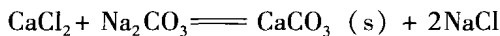
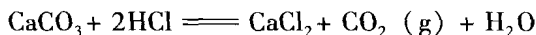
贝壳 酸溶 煅烧 乳酸钙

潮汕地区有着漫长的海岸线，海域辽阔，贝壳资源丰富。据文献报道^[1]，贝壳中含有 90% 以上的碳酸钙，是良好的钙源。如果能很好地利用潮汕地区这种资源优势，充分挖掘贝壳资源的潜在市场，一定会带来良好的社会效益和经济效益。本文以贝壳为原料，首次采用一次煅烧法制得人体易吸收的乳酸钙^[2]，工艺简单、节省能耗，乳酸钙的产率为 76.32%，纯度为 87.54%，为贝壳的综合利用开辟了新的途径。

一、实验原理

将贝壳洗净、烘干、粉碎、过筛，加 HCl 溶解、过滤；往滤液中加入 Na₂CO₃ 粉末，再过滤、洗涤、烘干后得纯 CaCO₃ 粉末；CaCO₃ 粉末置于马弗炉中煅烧后可得 CaO，加水调制成石灰乳；加乳酸中和，得到的结晶经水洗、干燥后可得纯乳酸钙。

主要反应式如下^[3]：



二、材料和方法

1. 材料

贝壳（收集于沙滩）。

① 刊于《广东化工》2005 年 11 期 第 42 页。

2. 仪器和试剂

马弗炉、恒温鼓风箱、恒温槽、电子分析天平、玻璃仪器；乳酸（分析纯）、盐酸、氢氧化钠、碳酸钠。

3. 试验方法

(1) 工艺流程。

贝壳→清洗→烘干→粉碎→过筛→酸溶→过滤→沉淀(得 CaCO_3)→煅烧(得 CaO)→调制 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ →中和(得结晶乳酸钙)→水洗→抽干→干燥(得纯乳酸钙)

(2) 贝壳的酸溶。

贝壳用水冲洗，除去杂质，并置于 $110\text{ }^\circ\text{C}$ 的烘箱中 1 h ，除去有机物，粉碎、过筛，得 100 目干贝壳粉，称取一定量的贝壳粉，加入 3 mol/L 的过量盐酸，溶解，过滤除去杂质，可得到含 Ca^{2+} 的溶液。

(3) 灰分的制备。

调节含钙离子的滤液的 pH 值，使 $\text{pH}=7\sim 8$ ，再加入一定量的 1 mol/L 的 Na_2CO_3 溶液，充分沉淀后抽滤洗涤可得到白色的碳酸钙，放置于马弗炉中以 $950\text{ }^\circ\text{C}$ 的高温煅烧 2 h ，便得到白色灰分 CaO 。

(4) 定性检验。

取少量煅烧后的 CaO 用盐酸溶解，定性检验是否存在 Pb^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Hg^{2+} 、 As^{3+} 等离子（若存在，必须采取预分离步骤）。经检验，本文采集的贝壳不含有这四种离子。

(5) 乳酸钙的制备。

将煅烧后的 CaO 研细，加入一定量的水调制成石灰乳，不断搅拌，缓慢加入乳酸溶液，在一定的温度下，放置结晶，所得到的结晶经水洗、抽干、干燥后，可得到白色无味的乳酸钙。

三、结果与讨论

1. HCl 浓度的选择

表 1 是 HCl 浓度对贝壳粉溶解的影响。从表 1 可见， HCl 浓度太低不利于碳酸钙的溶解，延长生产时间；浓度太高，反应剧烈，不易控制。因此， 1.00 g 的贝壳粉加入 13.5 mL 浓度为 3 mol/L 的 HCl 较佳。

表 1 HCl 浓度对贝壳粉溶解的影响

样品 编号	贝壳粉 质量 (g)	加入 HCl 体积 (mL)	加入 HCl 浓度 (mol/L)	现象
1	1.00	13.5	1	不断搅拌，反应缓慢
2	1.00	13.5	2	不断搅拌，反应稍快
3	1.00	13.5	3	不断搅拌，反应较快
4	1.00	13.5	4	不断搅拌，反应剧烈
5	1.00	13.5	5	反应非常剧烈

2. 碳酸钠的用量对碳酸钙沉淀的影响

表 2 是碳酸钠用量对碳酸钙沉淀的影响。从表 2 可见, 1.00 g 的贝壳粉用酸溶解并被调至中性后, 加入的碳酸钠的量会影响钙离子的沉淀。加入量过低, 钙离子沉淀不完全; 加入量过多, 部分碳酸钙会转化为碳酸氢钙, 溶解。当 1 mol/L 碳酸钠用量为 18 mL 时, 得到碳酸钙沉淀的质量达到最大, 实验选择 1.00 g 的贝壳粉在沉淀时加入 18 mL 浓度为 1 mol/L 的碳酸钠溶液。

表 2 碳酸钠用量对碳酸钙沉淀的影响

样品编号	贝壳粉质量 (g)	加入碳酸钠的体积 (mL)	纯碳酸钙质量 (g)
1	1.00	10.00	0.783 1
2	1.00	12.00	1.002 6
3	1.00	14.00	1.236 0
4	1.00	16.00	1.388 5
5	1.00	18.00	1.422 6
6	1.00	20.00	1.391 2

3. 碳酸钙煅烧条件的选择

表 3、表 4 是碳酸钙煅烧分解温度、分解时间的选择实验。从表 3、表 4 可见, 碳酸钙煅烧分解的最佳条件是: 在 950 °C 的温度下煅烧 120 min。

表 3 碳酸钙煅烧分解温度的选择

样品编号	煅烧温度 (°C)	煅烧时间 (min)	灰分外观	加入 HCl 分解情况
1	800	120	灰褐色	有气泡, 分解不完全
2	850	120	灰白色	有气泡, 分解不完全
3	900	120	灰白色	有少许气泡, 分解不完全
4	950	120	白色	无气泡, 分解完全
5	1 000	120	白色	无气泡, 分解完全

表 4 碳酸钙煅烧分解时间的选择

样品编号	温度 (°C)	时间 (min)	灰分外观	加入 HCl 分解情况
1	950	60	灰白色	有气泡, 分解不完全
2	950	90	灰白色	有气泡, 分解不完全
3	950	120	白色	无气泡, 分解完全
4	950	150	白色	无气泡, 分解完全

4. 中和反应制备乳酸钙的最佳条件

本实验分别取 1.00 g 煅烧后的 CaO, 加入不同体积的水与不同体积的 6 mol/L 乳酸, 并在不同的反应温度下进行正交试验 (见表 5)^[4], 然后直接测定结晶后产品中的乳酸钙的百分含量, 从而找出试验的最佳条件。

表5 中和反应制备乳酸钙的正交实验

序号	H ₂ O (mL)	乳酸 (mL)	烘干温度 (°C)	钙含量 (%)
1	15	7	60	65.64
2	20	7	40	67.43
3	25	7	50	64.17
4	15	8	50	69.82
5	20	8	60	69.34
6	25	8	40	67.46
7	15	9	40	64.69
8	20	9	50	67.21
9	25	9	60	61.11
K ₁	66.72	65.71	66.53	
K ₂	67.99	68.87	67.07	
K ₃	64.25	64.34	65.36	
极差	3.74	4.53	1.71	

由表5极差可以看出,调和石灰乳的H₂O和中和石灰乳的乳酸是影响乳酸钙产率的主要因素。调和石灰乳的H₂O超过20 mL时,乳酸钙产率低;6 mol/L乳酸的加入量为8 mL,且干燥温度在50 °C时,乳酸钙的产率最高。因此,最佳的工艺条件为:水15 mL、6 mol/L的乳酸8 mL、烘干温度50 °C。

5. 分离提纯后产品产率及纯度的测定

分别称取煅烧后的CaO 1.00 g,按表5最佳工艺条件做平行试验,结晶后的产品经水洗、抽干、低温烘干,然后测定纯化的产品产率和纯度,其结果如表6所示。

表6 产品产率及纯度的测定结果

样品编号	煅烧后 CaO 质量 (g)	纯化后产品质量 (g)	实际产率 (%)	纯度 (%)
1	1.00	2.984 2	76.66	87.32
2	1.00	2.972 6	76.36	87.46
3	1.00	2.897 4	74.43	88.62
4	1.00	3.030 2	77.84	86.78

由表6可知:产品的平均实际产率为76.32%,平均纯度为87.54%。

四、结论

(1) 本试验以贝壳为原料制备乳酸钙,通过正交实验对生产工艺进行了研究,并得出最佳条件:贝壳粉经酸溶、沉淀后在950 °C下灰化120 min,取1.00 g灰分加入15 mL的水调制成石灰乳,再加入6 mol/L的乳酸8 mL,反应温度50 °C,经结晶、水洗、抽干、干燥后可得到白色粉末产品。

(2) 一般用贝壳制备有机酸钙采取双烧法, 本试验只采用一次煅烧, 节约了能源, 制得的产品也较纯。

(3) 分离提纯洗去的乳酸可以重复利用。

(4) 本工艺所用的设备简单, 操作简单快捷, 可以运用于工业生产。

参考文献

- [1] 黄广民, 黄必春, 肖红, 陈月兰. 双烧法从贝壳中制取柠檬酸 [J]. 海南大学学报 (自然科学版), 2000, 18 (4): 378 ~ 382
- [2] 吴永红. 乳酸钙的制法 [J]. 中小企业科技, 2000 (9): 10
- [3] 陈永椿. 重要无机化学反应 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1994
- [4] 北京大学数学力学系数学专业概率统计组. 正交设计 [M]. 北京: 人民教育出版社, 1976

掺稀土铝酸锶基质的制备及 XRD 表征^①

2005 级本科生：陈壮强 曾丽莹 指导教师：童义平 杨驰

摘要

本文从温度方面入手，对掺稀土铝酸锶基质的合成条件作了研究并借助 XRD 进行了实验结果的深入讨论。

关键词

铝酸锶 合成温度 稀土 X 射线衍射

铝酸锶——锶体系材料是目前研制出最成功的长余辉发光材料，国内外对于该类发光材料的研究也比较多，但是，这方面的研究多偏重于余辉长短和发光机理方面^[1-7]，至于反应温度及掺入少量稀土对铝酸锶基质的形成有何影响却鲜有报道，一般认为 SrAl_2O_4 基质对该类材料的发光有重大影响^[2]。本研究从温度方面入手，并在此基础上掺入了少量稀土锶，对 SrAl_2O_4 基质的合成条件作了系统的研究，本文报道这方面的实验结果。

一、实验部分

1. 药品及仪器

药品： $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ （分析纯，上海振欣试剂厂）， Al_2O_3 （分析纯，天津市大茂化学试剂厂）， $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ （纯度为 99.99%，江西理工大学）， HNO_3 （分析纯，广州化学试剂厂）。

仪器：XD-2X 射线衍射仪（北京普析通用仪器有限责任公司），SX2-4-10 箱式电阻炉（上海实验环境试验设备厂），FA2004 上皿电子天平（上海精科天平）等。

2. 样品的制备

（1）烧结温度的探讨。

根据 SrAl_2O_4 化学式中的计量比，以 $\text{Sr} : \text{Al} = 1 : 2$ （摩尔比）的比例称取所需 $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 和 Al_2O_3 的质量，加入 6 mol/L 的 HNO_3 溶液，搅拌使各药品混合均匀。将配好的样品置于 200 ℃ ~ 250 ℃ 恒温 10 min，烘干水分（防止在高温下暴沸），去除剩余的 HNO_3 。选取从 750 ℃ ~ 1 250 ℃ 的一系列温度变化，按设计表 1（S1 ~ S4）的实验条件进

^① 刊于《化学研究与应用》2009 年 4 期 第 528 页。

行实验。将预先处理好的样品置于高温下烧结 3 h，得到白色粉末状样品。

(2) 稀土元素 Eu 掺入量的探讨。

样品的预处理跟 (1) 相同。有资料表明，当铕和铈的比值在 0.002 ~ 0.02 的范围内，所得产物在吸收能量后都能发光^[8]，因此，掺入稀土 Eu 的比例见表 1 (S5 ~ S9)。烧结温度由 (1) 的结果确定，煅烧 3 h，得白色粉末状样品。

表 1 各样品的实验条件

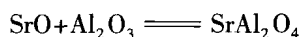
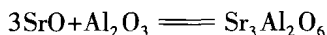
样品名称	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9
Sr : Al : Eu(摩尔比)	1:2:0	1:2:0	1:2:0	1:2:0	1:2:0.002	1:2:0.005	1:2:0.01	1:2:0.015	1:2:0.02
烧结温度 (°C)	750	850	950	1 250	1 250	1 250	1 250	1 250	1 250

二、结果与讨论

1. 温度对 SrAl_2O_4 基质形成的影响

如果用高温固相法直接烧结，要想得到单相组分 SrAl_2O_4 ，必须按化学计量比配料，加热到 1 790 °C 以上成为液相，然后逐渐冷却形成单相 SrAl_2O_4 晶体^[3~4]。但在如此高温下，不仅耗大，合成成本也高。在本实验中，改进这种合成方法，使反应温度大幅降低。即先加入硝酸，使反应物溶解后，于 200 °C ~ 250 °C 恒温烘干水分，再在指定温度下烧结 (表 1)。

不同烧结温度下所得样品的 X 射线衍射结果如图 1。从图中可以发现温度在 SrAl_2O_4 晶相形成过程中起着关键作用。在该系列样品中出现的铝酸锶基质相态主要有 $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ (JCPDS NO. 24 - 1187) 和 SrAl_2O_4 (JCPDS NO. 74 - 0794) 两种。图 2 为这两种铝酸锶晶体的 XRD 标准谱图。发生的反应主要是在高温条件下 $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 分解为 SrO 后与 Al_2O_3 发生了如下两个反应：



对照样品 S1、S2、S3，它们的主要物相均为 $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ ，并随着温度的提高， SrAl_2O_4 晶相越来越明显，可推测 SrAl_2O_4 的形成与温度成正比关系。这可从样品 S4 的结果得到证实：相对于 S1、S2、S3 的晶相，S4 的晶相已发生了质的变化，其主相为 SrAl_2O_4 ，而且纯度已经很高，仅出现了少量 $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ 晶相，这可从两者最强峰的比的变化结果来证

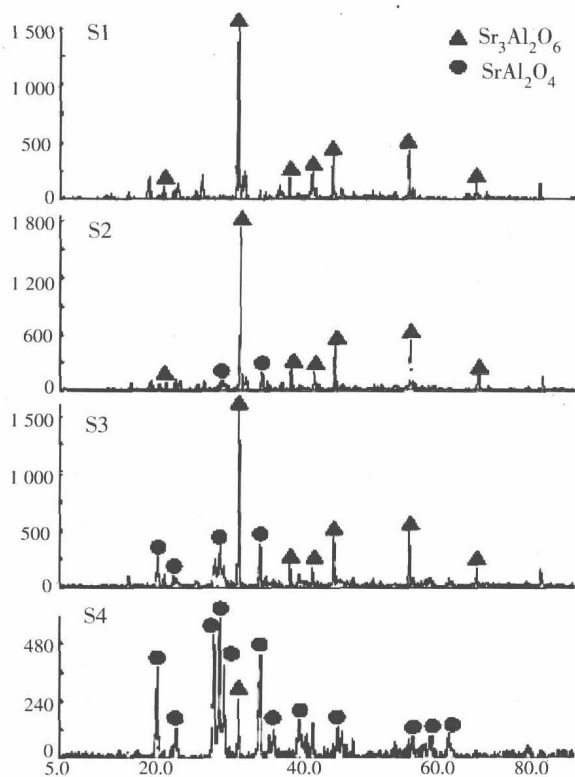


图 1 不同温度下各样品 X 射线衍射图

实。此外, S4 的 XRD 图中已很难观察到更多的 $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ 晶相的特征衍射峰。这表明: 在 $1\,250\text{ }^\circ\text{C}$ 温度下, 合成较纯的 SrAl_2O_4 是完全可行的, 这使合成温度较传统方法下降了 $540\text{ }^\circ\text{C}$ 。

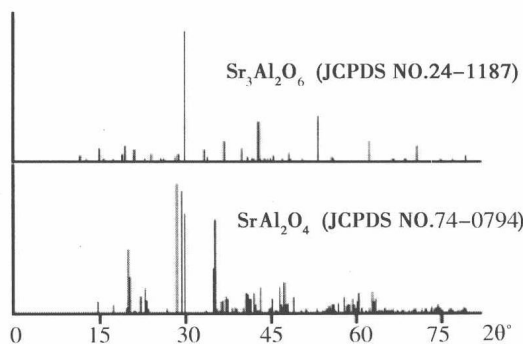


图2 铝酸锶晶体的 XRD 标准谱图

2. 掺稀土元素 Eu 对 SrAl_2O_4 基质形成的影响

根据以上的分析, 选定 $1\,250\text{ }^\circ\text{C}$ 为固定温度, 按表 2 比例, 分别掺入不同比例的稀土元素 Eu, 分析其对 SrAl_2O_4 形成的影响, 图 3 为所得样品的 X 射线衍射图。

由图 3 可以看出, S5、S6、S7、S8、S9 五个样品的主相均为较纯的 SrAl_2O_4 , 并有少量的 $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ 晶相, 与没加入 Eu 的情况大体相似。

样品 S6 中杂相 $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ 的最强衍射峰峰高最小, 可以知道在实验 S6 中掺入铕的比例最有利于 SrAl_2O_4 的生成 ($\text{Sr} : \text{Al} : \text{Eu} = 1 : 2 : 0.005$)。其次是 S9 ($\text{Sr} : \text{Al} : \text{Eu} = 1 : 2 : 0.02$)。在 S8 中 $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ 衍射峰的强度最大, 表明在该比例下最不利于 SrAl_2O_4 的生成。

3. Eu 在 SrAl_2O_4 基质晶格中的研究

通常把 Eu 作为发光的激活剂掺入到基质中后, Eu^{2+} 取代了基质中的阳离子。而 Eu^{2+} 在 SrAl_2O_4 基质晶格中有两个阳离子格

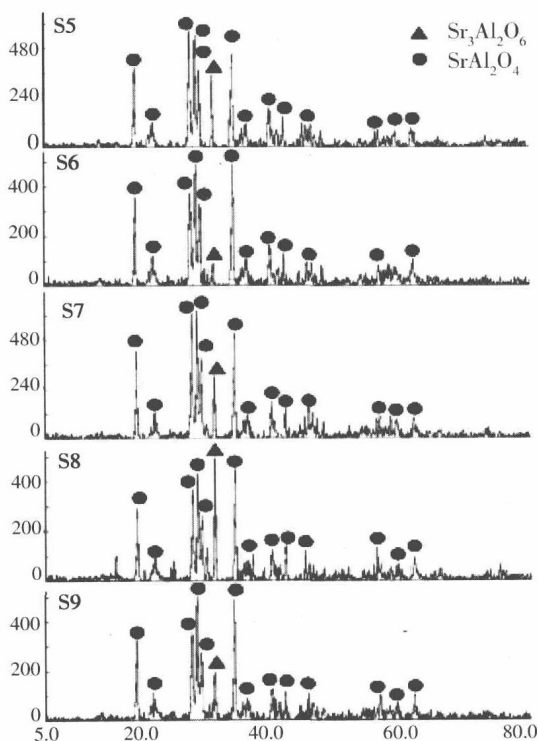


图3 不同配比下各样品 X 射线衍射图

位可以取代, 即取代 Sr^{2+} 离子格位或是取代 Al^{3+} 离子格位。从图 1 和图 3 中的 XRD 图谱可以看出, 未掺杂 Eu (如图 1 中 S4 所示) 和掺杂 Eu (如图 3 所示) 的 X 射线衍射图谱并无太大变化。这说明 Eu 的掺杂并未引起 SrAl_2O_4 基质晶体结构发生大的畸变。由于 Eu 和 Al 的半径相差较大, 而 Eu 与 Sr 的半径则相差较小。如果 Eu^{2+} 取代 SrAl_2O_4 基质晶格中的 Al^{3+} 离子格位, 那么 SrAl_2O_4 基质晶体结构必然发生较大的畸变, 因而, 在 SrAl_2O_4 基质晶格中 Eu 离子最可能取代的是 Sr^{2+} 离子的格位。

有文献报道^[9], 在许多情况下, 激活剂浓度超过某个特定值, 荧光体的发光效率会下降。这个浓度称作临界浓度, 这种效应称作浓度猝灭。浓度猝灭产生的原因一般认为是激活剂的浓度高到能量传递几率超过发射几率, 那么激发能就会通过晶格迁移而消耗掉。而 Eu 的加入比值在 0.004 ~ 0.006 的范围内, 荧光体有较高的发光强度。虽然本文未涉及荧光性能方面的表征, 但是通过图 3 中 SrAl_2O_4 和 $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ 两者最强峰的比的变化可以确定, 当 $\text{Sr} : \text{Al} : \text{Eu} = 1 : 2 : 0.005$ 时, 最有利于 SrAl_2O_4 的生成。这个比例也正好在文献报道的比值范围内, 因而, 笔者认为, “浓度猝灭”除了文献中报道的原因外, 很有可能是 Eu 的掺入量对 SrAl_2O_4 结构的形成直接发生了作用, 而 Eu 的加入比值在 0.004 ~ 0.006 的范围内时, 最有利于 SrAl_2O_4 结构的形成, 从而直接影响了荧光效果。

参考文献

- [1] Palilla FC, Albere AK, Tomkus MR. Fluorescence Properties of Alkaline Earth Aluminates of the Type MAl_2O_4 Activated by Divalent Europium [J]. *J. Electrochem Soc*, 1968, 115 (6): 642-644.
- [2] Keizo Kato, Ltaru Tsuta, i Kamimura, et al. Thermo Luminescence Properties of $\text{SrAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}$ Sputtered Films with Long Phosphorescence [J]. *J. Lumin*, 1999 (82): 213-220.
- [3] 宋庆梅, 陈暨耀. 新型铝酸锶铕长余辉磷光体 [J]. 应用科学学报, 1996, 14 (1): 108 ~ 112
- [4] 覃长森, 覃琴, 杨水金. 稀土荧光材料的固相合成研究 [J]. 四川师范学院学报, 1995, 16 (4): 355 ~ 358
- [5] Nakazawa E, Mochida T. Traps in $\text{SrAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{2+}$ Phosphor with Rare Earth in Doping [J]. *J. Lumin*, 1997 (72): 236-241.
- [6] Yamamoto H, Matsuzawa T. Mechanism of Long Phosphorescence of $\text{SrAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ and $\text{CaAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{2+}, \text{Nd}^{3+}$ [J]. *J. Lumin*, 1997, 72-74: 287-289.
- [7] Qiu J, Kawasaki M, TanakaK, et al. Phenomenon and Mechanism of Long-lasting Phosphorescence in Eu^{2+} -doped Aluminosilicate Glasses [J]. *Physics and Chemistry of Solids*, 1998. 59 (9): 1521-1525.
- [8] 王红梅, 庞明, 张继红等. 稀土长余辉发光材料 $\text{SrAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ 的制备及性能研究 [J]. 地球科学——中国地质大学学报, 2004, 29 (1): 50 ~ 54
- [9] 莫红兵. 铕、镝掺杂碱土铝酸盐长余辉荧光体的制备及其发光特性的研究 [D]. 中国优秀博硕士学位论文全文数据库 (硕士), 2002 (2)

大蒜渣中混合氨基酸的提取工艺研究^①

2003 级本科生：刘伟林 许良萍 袁巧萍 洪银波 张应钦 指导教师：袁明华

摘要

通过水解法，活性炭吸附，丙酮降解对氨基酸的提取，首次确定了从大蒜渣中提取混合氨基酸的最佳工艺条件为：盐酸浓度为 25%，温度为 107℃，水解时间 8 h 提取效果最佳；活性炭为投入渣量的 12%，在 75℃~80℃ 下脱色 25 min 效果最好；当 pH 为 3.0，无水乙醇用量是水解液体积的 1.25 倍时，混合氨基酸的产率可达 6.5%。

关键词

大蒜渣 混合氨基酸 提取 脱色 丙酮降解

大蒜的保健功能与大蒜富含大蒜精油、有机硒、超氧化物歧化酶（SOD）等活性成分有关。提取活性成分后的大蒜残渣仍含有蛋白质、糖类、氨基酸、脂肪、无机盐、维生素等成分。其中氨基酸的种类就有十几种，而且大多数氨基酸是人体的必需氨基酸。我国的大蒜产量很高，常年的种植面积为 20.0 万~26.7 万公顷，产量为 400 万吨，居世界首位，约占世界总产量的 1/4。鉴于人们对大蒜保健作用与开发利用的逐渐升温，本文对提取大蒜精油后的残渣如何进一步提取混合氨基酸做了研究。显然这对综合开发利用大蒜是有意义的。

一、材料与方法

1. 材料

大蒜渣（大蒜在较低温下蒸发精油或无水乙醇浸泡后残渣），盐酸、丙酮、无水乙醇、粉末状活性炭、磷酸二氢钾、磷酸氢二钠、茚三酮、二水氯化亚锡（均为分析纯）。

2. 仪器

101-型数显电热鼓风干燥箱；HJ-3 数显恒温磁力搅拌器；VIS-7220 型分光光度计；SHZ-D（Ⅲ）循环水式真空泵；KA-000 离心机；FA2104 电子天平（上海天平仪器厂）；KMD 型调温电热套。

3. 测定方法

氨基酸含量用茚三酮差示分光光度法测定；混合氨基酸产率用折合成谷氨酸质量除以

^① 刊于《山东食品发酵》2006 年 1 期第 40 页。

投入残渣量计算得出。

二、提取实验

1. 工艺流程

大蒜残渣→盐酸水解→水解液→过滤→滤液→活性炭脱色→脱色滤液→加 NaOH、丙酮（或无水乙醇）→沉淀→离心烘干→混合氨基酸

2. 实验步骤

经过工业提取活性成分后的大蒜渣用 25% 盐酸水解，加热回流 8 h，水解液趁热过滤，滤液经调酸度 $\text{pH}=1.5$ 后加活性炭，加热（温度为 $75\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）25 min 脱色完全，然后加 NaOH 调酸度 $\text{pH}=3.0$ ，再加入无水乙醇，产生乳白色沉淀，经过离心烘干后制得混合氨基酸。

三、结果与讨论

1. 酸水解工艺

水解最佳条件不是简单地将所有单因素试验的最佳效果叠加在一起，考虑到盐酸浓度、时间、温度之间有交互作用，实验中称取 50.0 g 大蒜渣，加入 150 mL 不同百分比浓度的盐酸，按表 1 所确定浓度、时间、温度进行 $L_9(3^4)$ 正交实验。实验结果表明：盐酸浓度为 25%、温度为 $107\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、水解时间 8 h，提取效果最好。

表 1 酸水解工艺的三因素三水平表

盐酸浓度 (%)	20	25	30
时间 (h)	6	8	10
温度 ($^{\circ}\text{C}$)	102	105	107

2. 活性炭脱色工艺^[1,2]

大蒜水解过程中发生副反应，形成色素等杂质，使水解液呈棕褐色。为提纯产品，需要加入活性炭去除色素。为防止活性炭下沉，需适当的搅拌，但也不宜过快搅拌，否则液体飞溅，降低产率。

(1) 活性炭加入量对脱色效果的影响。

在 $\text{pH}=1.5$ 、温度为 $75\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、脱色时间 25 min 的条件下，进行活性炭加入量对脱色效果的影响试验，结果如表 2 所示。从表 2 可知，随活性炭加入量的增加脱色效果增强。考虑到活性炭除了吸附色素以外，也有可能吸附氨基酸，故取活性炭的加入量为 1.25 g，即活性炭为大蒜渣的 12%。

表 2 活性炭加入量对脱色效果的影响

活性炭用量 (g)	0.50	0.75	1.00	1.25	1.50
脱色液颜色	淡黄	略黄	浅黄	基本无色	无色