

# 科研成果转化驱动的综合化学实验设计与实践研究

谷建霞, 金占斌, 魏婷婷

(忻州师范学院, 山西 忻州 034000)

**摘要** 强化本科生的科研创新能力是高等教育体系中的一项核心使命,而综合实验教学是不可或缺的实践环节。本文将“Cu<sub>2</sub>O/CuCo/C 复合材料的制备及其电化学检测叔丁基对苯二酚 (TBHQ) 性能研究”的科研成果设计成综合性实验项目,包括文献调研、材料制备和表征、性能评估、数据分析处理以及成果展示等多个环节,内容丰富,知识技能覆盖面广。实验设计紧密结合科研前沿与现实生活,不仅能提升教学时效性和吸引力,而且能培养学生文献阅读、实践操作、科学探索和创新能力,同时训练学生的科研思维,增强团队合作意识,提高其综合素养。

**关键词** 科研成果转化; 综合化学实验; 综合素养

**基金项目** 山西省基础研究计划项目: 基于锌基沸石咪唑骨架 (ZIF-8) 电催化剂的制备及 CO<sub>2</sub> 还原性能研究 (项目编号: 202103021223362)。

**中图分类号**: G31

**文献标志码**: A

**文章编号**: 2097-3365(2024)09-0103-03

## 1 背景

化学是一门实验科学,实验教学是不可或缺的实践环节。开发和设计体现前沿性和应用性的综合化学实验,不仅使学生更加熟练地应用基础化学知识,提高实验技能的整合与运用,更鼓励其积极接触并理解科技前沿动态。为确保综合实验兼具全面性与前沿性<sup>[1-2]</sup>,近年来,忻州师范学院化学系积极倡导专业教师将个人成熟且具备高度应用价值的科研成果中转化为综合化学实验内容。

叔丁基对苯二酚 (Ter-butylhydroquinone, 简称 TBHQ) 是一种常用的食品添加剂,主要用在油脂和含油脂食品中作为抗氧化剂,以防止或延缓油脂及食品的氧化酸败过程,延长其保质期和维持品质,但其高浓度使用可能引发一系列严重健康问题,包括视力受损、惊厥现象以及髓质功能异常<sup>[3-4]</sup>。所以,定量检测 TBHQ 的含量非常重要。电化学检测具有灵敏度高、成本低、操作简单等优点,可以实现快速检测食品添加剂<sup>[5]</sup>。然而, TBHQ 在裸的玻碳电极上的电流信号较弱,这在一定程度上限制了其应用广泛性,因此,需要寻求高性能的电极材料来克服这一局限性。沸石咪唑骨架 (ZIFs) 作为一种经典的金属有机框架 (MOFs) 多孔材料,特别是具备核壳结构的 ZIFs 复合材料,因其可以实现核壳间的优势互补,使该材料在电化学检测中备受关注<sup>[6]</sup>。然而, ZIFs 本身存在一些固有的局限性,

如化学稳定性欠佳、导电性不足等<sup>[7]</sup>。通过高温煅烧制备 ZIFs 衍生材料,将有助于克服这些缺陷,提升电化学方法对 TBHQ 的检测能力。

通过煅烧核壳结构 Cu-ZIF-8@ZIF-67 合成了 Cu<sub>2</sub>O/CuCo/C 复合材料,并用于电化学检测 TBHQ。本文将该科研成果精心设计成综合化学实验,包括 Cu<sub>2</sub>O/CuCo/C 的制备、表征,电化学传感器的构筑以及检测 TBHQ 的性能评估等步骤,融合了无机化学、有机化学、物理化学及分析化学等多个学科领域的知识,涉及多种高端仪器的应用,并引入前沿热点材料 (MOFs 基材料)、先进技术 (电化学检测) 和社会热点问题 (食品安全),可以激发学生的学习兴趣,拓展其学术视野,使学生深入了解科学前沿动态,有效提升学生的科研思维能力、创新能力、问题分析与解决能力,进一步培养学生的综合素养。此外,本实验试剂成本低廉,现象明显,易于推广,适合作为一个 36 学时的化学类高年级教学综合实验项目。

## 2 实验设计

### 2.1 实验目的

- 学生具备文献检索和阅读技能,了解科研动态。
- 学生熟悉 Cu<sub>2</sub>O/CuCo/C 复合材料的制备过程,掌握分析天平、移液枪、磁力搅拌器、反应釜、离心机、真空干燥箱、高温管式炉等仪器的使用;学习常见的材料表征手段包括 X-射线衍射光谱 (XRD)、透射扫

描电镜(TEM)和傅里叶红外光谱(FTIR);学会使用电化学工作站。

3. 学生学会使用 Origin、Photoshop 等软件处理实验数据,并进行绘图。

4. 学生了解科研发展方向,拓展学术视野,在实践中培养科学的思维方式,全面提升分析和解决问题、科学探究与创新等综合能力。

## 2.2 实验试剂与仪器

1. 实验试剂:六水合氯化钴( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\geq 99.0\%$ ), 2-甲基咪唑(2-MeIm, 98%), 六水合硝酸锌( $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 99%), 三水合硝酸铜( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ,  $\geq 98.5\%$ ), 甲醇(MeOH), 叔丁基对苯二酚(TBHQ, 99%)。所用试剂为分析纯或色谱纯。

2. 实验仪器: SmartLab x-射线衍射仪、JEM-2100 Plus 透射电子显微镜、Magna560 红外光谱仪、HJ-6 磁力搅拌器、PHS-3C pH 计、TG16-WS 离心机、CHI760e 电化学工作站、OTF-1200X-S 单温区管式炉。

## 2.3 实验内容

### 2.3.1 材料的制备

1. Cu-ZIF-8 的合成<sup>[8]</sup>: 将  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (0.744 g, 2.5 mmol) 和  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  (0.604 g, 2.5 mmol) 溶于甲醇中(56.5 mL), 3.3 g 的 2-甲基咪唑(2-MeIm) 溶在另外一份 56.5 mL 的甲醇溶液中加入。然后两溶液混合, 室温搅拌反应 12 h 后, 离心收集并用甲醇洗涤 5 次, 干燥得到灰色固体粉末 Cu-ZIF-8。

2. Cu-ZIF-8@ZIF-67 的制备<sup>[9]</sup>: 称取 80 mg Cu-ZIF-8 加入到 10 mL 无水甲醇中, 超声 40 min, 得到分散均匀的悬浊液, 再将 177 mg 的  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  和 895 mg 的 2-MeIm 分别溶解于 3 mL 的无水甲醇中, 依次将其缓慢滴入悬浊液中, 并倒入高压反应釜中, 100 °C 反应 12 h, 得到紫色固体粉末 Cu-ZIF-8@ZIF-67。用上述的方法制备了对照样 ZIF-8@ZIF-67。

3.  $\text{Cu}_2\text{O}/\text{CuCo}/\text{C}$  的制备<sup>[10]</sup>: 将适量已制备好的 Cu-ZIF-8@ZIF-67 放于瓷舟中, 在氮气保护下, 用管式炉 900 °C 煅烧 2 h, 升温的速率为 2 °C/min。待自然冷却后, 所得样品即为  $\text{Cu}_2\text{O}/\text{CuCo}/\text{C}$ 。同上述制备方法, 将 ZIF-8@ZIF-67 煅烧得到对照样 Co/C。

### 2.3.2 材料表征

利用 SmartLabx 射线衍射仪测各样品的 X-射线衍射谱(XRD), 并据此分析样品的结构。利用 JEM-2100 Plus 透射电子显微镜(TEM)得到 TEM 图以及元素 mapping, 对样品进行形貌和元素分析。

### 2.3.3 构筑电化学传感器检测 TBHQ<sup>[11]</sup>

传感器的制备过程: 先对玻碳电极(GCE)进行抛

光和超声清洗。随后, 将  $\text{Cu}_2\text{O}/\text{CuCo}/\text{C}$  与 Nafion 溶液混合制备浓度为  $5 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  的分散液。取 5  $\mu\text{L}$   $\text{Cu}_2\text{O}/\text{CuCo}/\text{C}$  分散液滴涂于 GCE 表面, 并在室温条件下干燥。利用三电极体系, 通过循环伏安法(CV)和差分脉冲伏安法(DPV)等技术, 以磷酸缓冲溶液(PBS)作为电解质溶液, 对 TBHQ 进行定性和定量分析。

1. TBHQ 的电化学响应研究: 在 PBS 中添加一定量 TBHQ (100  $\mu\text{M}$ ), 并利用 CV 探究 TBHQ 在不同电极材料修饰的 GCE 上的电化学性能。根据 CV 曲线, 比较 TBHQ 在不同修饰电极上的氧化还原峰电流, 筛选出  $\text{Cu}_2\text{O}/\text{CuCo}/\text{C}$  是最佳的电极材料。

2. pH 优化: 为得到  $\text{Cu}_2\text{O}/\text{CuCo}/\text{C}/\text{GCE}$  检测 TBHQ (100  $\mu\text{M}$ ) 的最佳条件, 对 PBS 的 pH 进行优化, 即在不同 pH (pH=5~9) 的 PBS 中分别测试相同浓度 TBHQ 的 CV 曲线。在所测的 pH 范围内, 优化出测试的最佳 pH 值。

3. 动力学研究: 在 PBS 溶液中加入 100  $\mu\text{M}$  的 TBHQ, 用基于  $\text{Cu}_2\text{O}/\text{CuCo}/\text{C}$  的电化学传感器以不同的扫描速率(范围为 10~100  $\text{mV} \cdot \text{s}^{-1}$ ) 进行 CV 检测。根据峰电流和扫速的平方根( $v^{1/2}$ )或扫速( $v$ )的关系, 说明 TBHQ 在  $\text{Cu}_2\text{O}/\text{CuCo}/\text{C}/\text{GCE}$  上的动力学控制过程。

4. 定量检测: 在最佳的测试条件下, 加入不同浓度的 TBHQ, 利用 DPV 记录相应的电化学响应进行定量分析。根据 TBHQ 的浓度范围和 DPV 电流响应信号之间的关系计算出基于  $\text{Cu}_2\text{O}/\text{CuCo}/\text{C}$  电化学传感器的检出限和线性范围。通过比较电流初始值和最终值评估该传感器的稳定性。通过计算 5 根平行修饰电极电流响应的相对标准偏差(RSD), 衡量其重现性。

## 3 实验项目的实施

### 3.1 实验进程安排

具体内容见表 1。

### 3.2 考核评估

在化学实验教学领域, 综合性化学实验以其高度的综合性和复杂性著称, 这就要求我们在教学过程中, 对学生实施全面而细致的综合性考核, 以全面反映学生的实验综合能力和素质。具体的考核维度包括: 文献的深入查阅与总结能力、实验原理的理解程度、预习报告的撰写情况、实验仪器的使用熟练度、实验操作步骤的规范性、实验数据的科学推理与解读能力、创新与问题的解决能力、团队协作能力、成果汇报表现以及实验报告书写情况等。

## 4 结束语

将前沿科学成果融入大学化学综合实验教学, 涵盖从材料制备到结构表征, 再到性能测试等一系列实

表 1 综合实验课程进程安排表

课程名称	化学综合实验课程		实验地点	分析化学综合实验室
实验对象	大三化学和应用化学专业学生		学时	36
课程安排	主题	实验内容与技能培养	学时	
前期准备	文献调研	科研文献检索与阅读能力	开课前一周	
方案设计	设计完善实验方案	锻炼学生的综合运用知识能力和动手能力, 培养学生的团队合作精神	2	
	实验安全与电化学基础理论	实验室安全规则、电化学基本原理、传感器基础知识以及 TBHQ 介绍	4	
实验过程	Cu <sub>2</sub> O/CuCo/C 复合材料的合成与表征	掌握溶剂热法和煅烧法合成复合材料、表征技术	4	
	电化学传感器的制备	Cu <sub>2</sub> O/CuCo/C 和对照样分散液的制备、玻碳电极的打磨以及修饰电极的制备	4	
	电化学传感器检测 TBHQ 的性能优化与表征	通过循环伏安法筛选出最佳的电极材料以及最优的检测 pH。同时研究 TBHQ 在电化学传感器上的动力学过程	6	
	通过差分脉冲伏安法对 TBHQ 进行定量测试探究不同浓度 TBHQ 的响应, 确定检测限与线性范围		4	
实验结果讨论、汇报, 报告提交	结果讨论	研究传感器检测 TBHQ 的稳定性和重现性	6	
	分析和处理实验数据, 撰写实验报告初稿, 进行小组讨论		2	
实验总结与成果展示	实验总结与成果展示	Ppt 汇报实验成果, 教师与同学共同讨论	4	
	实验报告完善与提交	根据反馈修改实验报告, 确保数据准确、论述清晰, 最终提交完整的实验报告	实验结束后一周	

验流程, 综合学生所学习的四大化学的理论知识 and 操作技能, 为学生提供全面而深入的综合性锻炼机会, 有助于培养学生的自学能力、动手能力、创新能力以及科学探索精神, 逐步加强学生化学核心素养的建立。同时本实验选用 MOFs 热点材料, 紧扣食品安全问题, 贴近生活, 激发学生的学习兴趣, 使学生更深刻地认识到化学知识在现实生活中的应用价值, 体会到化学与生活息息相关, 从而培养他们将理论知识与实践相结合的综合能力和科研创新能力。

### 参考文献:

- [1] 孙月娜, 李攀, 赵文革, 等. 基于科研创新能力培养的 化学实验设计与实践[J]. 实验室科学, 2023, 26(03): 56-58, 63.
- [2] 曹江平, 邱宏伟, 赵文霞, 等. 基于科教融合的 化学综合实验教学改革与设计[J]. 实验室研究与探索, 2020, 39(01): 191-193, 240.
- [3] 郑胜彪, 李亮, 张妮妮, 等. 金属有机框架衍生材料修

饰电极对叔丁基对苯二酚的电化学灵敏检测: 推荐一个科研成果转化的综合化学实验[J]. 大学化学, 2024, 39(X): 1-9.

[4] 成霖, 顾慧莹, 路军辉, 等. 电化学还原检测油脂中叔丁基对苯二酚[J]. 粮油食品科技, 2014, 22(02): 58-60.

[5] Gu J, Jia Y, Jin Z, et al. An efficient electrochemical sensor based on the Ce-MOF/g-C<sub>3</sub>N<sub>5</sub> composite for the detection of nitrofurazone[J]. Analytical Methods, 2024, 16(17): 2661-2668.

[6] 王新瑞, 寇明月, 尹海亮, 等. 典型核壳结构复合材料制备方法的研究进展[J]. 山东化工, 2022(20): 100-102, 105.

[7] 谷建霞. 基于金属有机框架电催化材料的制备及性能研究[D]. 长春: 东北师范大学, 2021.

[8] 同 [7].

[9] 同 [7].

[10] 同 [7].

[11] 刘雨, 李厚燊, 姚庆双, 等. 空心球状碳纳米管-MXene-钴复合物对硝基芳烃化合物的电化学检测[J]. 分析科学学报, 2024, 40(03): 277-285.