

## 高分散LDHs基催化剂制备及硝基化合物还原性能测试 ——科研转化的综合化学实验

刘雅楠\*, 贺宇飞, 李殿卿

北京化工大学化工资源有效利用国家重点实验室, 北京 100029

**摘要:** 基于科研成果设计了一个综合化学实验——高分散复合金属氢氧化物(LDHs)基催化剂可控制备及硝基化合物还原性能测试。实验内容涉及无机功能材料和催化材料合成实验, 催化材料晶体结构、形貌、化学键表征, 催化反应性能评价和动力学研究等。通过实验的设计开展, 促使学生初步掌握科学研究方法, 增强学生独立思考、探索创新意识的意识, 培养学生科研动手能力以及利用所学化学知识解决实际问题的能力, 为新时代高素质、创新型复合人才的培养起到推动作用。

**关键词:** 复合金属氢氧化物; 高分散Ni-Cu催化剂; 硝基化合物还原; 成核晶化隔离法; 综合化学实验

**中图分类号:** G64; O6

## Preparation of Highly Dispersed LDHs-based Catalysts and Testing of Nitro Compound Reduction Performance: A Comprehensive Chemical Experiment for Research Transformation

Yanan Liu\*, Yufei He, Dianqing Li

State Key Laboratory of Chemical Resource Engineering, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China.

**Abstract:** A comprehensive chemical experiment was designed based on scientific research achievements to investigate the controllable preparation of LDHs (highly dispersed layer double hydroxides)-based catalysts and the catalytic reduction of nitro compounds. The experiment involves the synthesis of inorganic functional materials and catalytic materials, characterization of crystal structure, morphology, and chemical bonds of the catalytic materials, evaluation of catalytic reaction performance, and kinetic studies. By conducting this experiment, students are enabled to grasp scientific research methods, enhance their ability to think independently and explore innovative ideas, and develop skills in practical problem-solving using their knowledge of chemistry. This experiment plays a significant role in fostering the cultivation of high-quality and innovative composite talents in the new era.

**Key Words:** Layered double hydroxides; Highly dispersed Ni-Cu catalysts; Reduction of nitro compounds; Separate nucleation and aging steps; Comprehensive chemical experiment

近些年, 教育部对人才培养提出了新的目标, 要求以立德树人为引领, 以应对变化、塑造未来为理念, 培养未来多元化、创新型卓越工程人才<sup>[1]</sup>。化学是一门注重理论知识和实践操作的学科。因此, 实验教学是化学类专业人才培养的重要环节, 特别是综合性实验(指跨两个及以上二级学科的实

验内容), 有助于学生在掌握化学实验基础知识、基本原理和基本技能的同时, 掌握解决问题的思路和方法, 培养学生的创新精神和实践能力<sup>[2,3]</sup>。然而, 很多综合化学实验项目仍然存在一些不足之处。例如, 实验技术在多年内几乎没有变化, 没有将近期行业内最先进、最有效、最准确的新技术和新方法融入到实验教学中, 这不仅不利于学生创新精神和实践能力的培养, 而且使学生丧失了接触前沿技术和方法的机会, 不利于学生进行更加深入的科学研究和深造。其次, 实验课程通常使用直接的化学药品, 如氢氧化钠溶液的标定, 学生仅需将草酸基准物质经过简单的溶解即可作为待测液。这样虽然能够减轻学生的操作负担, 但与工业实际需求产生了一定程度的脱节, 实际工作中需要自己选择化学品作为基准物质且样品具有复杂性, 还需系列前处理步骤才可使用。同时, 直接给出的基准物质及实验原理等关键信息, 易导致学生预习、实验和撰写实验报告时应付了事, 一字不动地搬运, 没有自我思考、自行查找文献解答疑惑的能力, 导致学生失去求知的进取心, 忽略对实验细节的推敲, 失去了文献情报收集能力和基本科学素养能力的锻炼机会。将科研一线教师的科研成果通过精选和改造转化为综合实验项目是解决这一问题的有效方法。基于此, 笔者尝试设计了一个由科研成果改造而成的综合性化学实验项目: 高分散LDHs基催化剂可控制备及硝基化合物还原性能测试。一方面, 该科研项目聚焦科技前沿, 应用最新技术手段, 具有综合性、研究性和应用性等特点; 另一方面, 将科研项目引入实验教学还能够将科学研究的思维方法融入其中, 增加综合性实验的探索性和研究性, 激发学生的科研热情和创新意识。同时, 该项目融合了无机化学实验、分析化学实验和物理化学实验内容, 达到加强学生专业知识广度和深度、加强学生基本科学素养和实验技能、拓展学生学科视野和创新能力的教学目的。

## 1 实验设计思路

随着全球经济的快速发展, 环境污染问题, 特别是水和土壤污染问题越来越引起人们的高度关注。芳香族硝基化合物是化工生产中极其重要的原料, 然而由于具有苯环结构, 还显示出较高的结构稳定性以及高毒性且不易分解, 其排放会影响水源质量和土壤质量, 对生物及赖以生存的环境产生严重损害<sup>[4]</sup>。芳香族氨基化合物(如氯苯胺)是一种重要的有机化工原料, 是合成橡胶、染料、色素、化学试剂以及医药、农药的主要原料和中间体, 已被广泛应用于多个领域<sup>[5]</sup>。因此, 将芳香族硝基化合物这类污染物高效定向转化成毒性低、易于自然降解、附加值更高的芳香族氨基化合物具有重要意义<sup>[6]</sup>。

复合金属氢氧化物(LDHs)是由层间阴离子及含有二价金属M<sup>II</sup>离子和三价金属M<sup>III</sup>离子的主体层板堆积而成的二维层状材料。由于LDHs层板内金属离子种类和数量具有可调变性, 因此可依据需求选择合适的金属阳离子进行调变, 从而得到不同功能的LDHs<sup>[7,8]</sup>。此外, 利用LDHs比表面积大、结构易于调控、层板羟基丰富、便于形成界面接触等特性, 能够将具有催化活性的金属离子高分散负载, 从而引起了工业生产和科学研究的广泛关注<sup>[9]</sup>。研究表明基于LDHs材料制备的负载型金属催化剂在硝基化合物还原反应中显示出优异的催化性能<sup>[10]</sup>, 并呈现出良好的稳定性, 为高效催化剂设计提供了创新平台。

基于此, 本文以硝酸镁和硝酸铝为原料, 通过成核晶化隔离技术制备了碳酸根型MgAl-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>-LDHs。利用MgAl-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>-LDHs网阱限域和高比表面的结构特性, 以其为载体, 利用溶胶固定法负载硝酸镍和硝酸铜, 经硼氢化钠液相还原后获得高分散Ni-Cu/MgAl-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>-LDHs催化剂, 将其应用于芳香族硝基化合物还原反应中, 实现其高效定向转化, 也为高分散负载型催化剂的开发、设计及应用提供了新思路。本综合实验有机融合了无机化学实验、分析化学实验、仪器分析化学实验和物理化学实验, 其中采用成核晶化隔离法制备MgAl-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>-LDHs、LDHs负载制备高分散Ni-Cu催化剂属于无机化学实验内容, 晶体结构、形貌等解析属于分析化学和仪器分析实验内容; 硝基化合物还原动力学研究属于物理化学实验内容。

## 2 实验目的

- (1) 掌握成核晶化隔离法制备碳酸根型MgAl-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>-LDHs及其分离方法;
- (2) 学习溶胶固定法制备高分散Ni-Cu催化剂;
- (3) 掌握Ni-Cu催化剂性能评价的实验方法, 学会处理及分析相关实验数据;
- (4) 了解X射线衍射仪(XRD)、扫描电子显微镜(SEM)、透射电子显微镜(TEM)、气相色谱仪、傅里叶红外光谱仪(FT-IR)等仪器的基本原理及简单操作, 学会分析相关实验数据。

## 3 实验原理

### 3.1 成核晶化隔离法制备碳酸根型LDHs

利用成核晶化隔离法制备MgAl-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>-复合金属氢氧化物<sup>[11]</sup>。首先, 打开旋转液膜反应器, 设定转速为2500 r·min<sup>-1</sup>, 将金属盐溶液和碱溶液快速导入混合, 以完成快速成核过程。旋转液膜反应器中的锥形转子和定子间有一狭窄间隙, 混合发生在转子和定子间的液体薄膜中, 成核的混合物在旋转液膜反应器中受到的极端剪应力阻止了初生态粒子的聚集, 使其具有均匀的小尺寸。进一步, 进行单独的晶化处理, 相比于传统的水热法制备的LDHs样品具有较小的颗粒尺寸且粒度分布较窄。

### 3.2 溶胶固定法制备高分散负载型Ni-Cu催化剂

在催化剂制备过程中, 聚乙烯吡咯烷酮为表面活性剂和稳定剂<sup>[12]</sup>, 可吸附在纳米颗粒表面阻止其团聚, 从而起到分散金属粒子的作用。

## 4 实验仪器与试剂

### 4.1 实验仪器

研钵, 移液管, 洗耳球, 玻璃棒, 烧杯(100–250 mL), 离心管(50 mL), 三口烧瓶(250 mL), 电子分析天平, 离心机, 电热恒温鼓风干燥箱, 磁力搅拌器, 粉末压片机, 旋转液膜反应器(自制), 气相色谱仪(Shimadzu GC 2014, 日本), 傅里叶变换红外光谱仪(Shimadzu IRSpirit, 日本), X射线粉末衍射仪(Shimadzu XRD-6000, 日本), 扫描电子显微镜(ZEISS Supra-55-115, 德国), 透射电子显微镜(JEOL JEM-2100, 日本), 激光粒度仪(Malvern Mastersizer 2000, 英国)。

### 4.2 实验试剂

硝酸镁(99.0%)、硝酸镍(98.0%), 购自国药集团化学试剂有限公司; 硝酸铝(99.0%)、硝酸铜(99.0%)、碳酸钠(99.8%)、氢氧化钠(96.0%)、聚乙烯吡咯烷酮(99.9%)、硼氢化钠(98.0%), 购自北京市通广精细化工公司; 对硝基氯苯(98.0%), 购自阿拉丁。

## 5 实验步骤

### 5.1 碳酸根型LDHs的制备

采用成核晶化隔离法制备MgAl-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>-复合金属氢氧化物。按照M<sup>II</sup>/M<sup>III</sup> = 2 (M<sup>II</sup>为Mg<sup>2+</sup>, M<sup>III</sup>为Al<sup>3+</sup>), 配制成混合盐溶液, 其中[M<sup>II</sup>] = 1.2 mol·L<sup>-1</sup>; 按照n(NaOH)/[n(M<sup>II</sup>) + n(M<sup>III</sup>)] = 1.6, n(CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>)/n(M<sup>III</sup>) = 2的比例配制NaOH和Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>的混合碱溶液。上述的混合盐溶液和混合碱溶液通过计量泵以相同流量注入旋转液膜反应器中进行快速成核, 成核后的浆液转移至三口烧瓶中, 在100 °C下晶化4–6 h得到LDHs浆液, 自然冷却至室温。

### 5.2 碳酸根型LDHs的分离与负载

将上述获得的浆液装入2支50 mL的离心管中, 转速设置为10000 r·min<sup>-1</sup>后进行离心分离, 直至上层液体呈现澄清状态即可停止; 经过洗涤离心至上层清液为中性后得到LDHs滤饼, 将滤饼在60 °C烘箱中干燥, 研磨后得到MgAl-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>-LDHs粉末。

通过溶胶固定法将活性金属Ni和Cu负载在MgAl-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>-LDHs载体上。首先, 将硝酸镍溶液、硝酸铜溶液和过量的聚乙烯吡咯烷酮(PVP, 与金属质量比为15 : 1)溶于40 mL去离子水中, 在70 °C下加

热搅拌,使PVP完全溶解;再加入与金属摩尔比为5:1的NaBH<sub>4</sub>液相还原,加热搅拌,得到高分散Ni-Cu纳米颗粒溶胶;最后加入1 g MgAl-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>-LDHs载体,搅拌1 h,经离心洗涤干燥获得Ni-Cu/MgAl-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>-LDHs催化剂。

### 5.3 结构表征

称取适量仔细研磨后的粉末状样品,将其放置于光源为Cu K<sub>α</sub>的X射线衍射仪中测试目标样品的晶格参数及结构( $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$  ( $1 \text{ \AA} = 0.1 \text{ nm}$ ), Cu靶K<sub>α</sub>射线,管电流30 mV,管电压40 kV,扫描角度为3°–70°,扫描速度10(°)·min<sup>-1</sup>,步幅0.02°)。将上述仔细研磨后的样品粉末分散至去离子水中,并放置于超声设备中充分混合,将混合后的溶液滴在洁净干燥的Si片表面,待水分蒸干后采用导电胶贴于待测样品台上,使用扫描电镜测试。为获得样品的粒径分布,将LDHs样品分散于去离子水中,超声分散,置于激光粒度仪(颗粒折射率1.500,吸收率0.01)中进行测试。称取适量仔细研磨后的粉末状样品,于水中超声分散。将上述悬浮液滴至钼网上,放置于高分辨透射电子显微镜中对目标样品的尺寸、形貌等性质进行分析。取少量样品粉末与KBr混合均匀压片后置于傅里叶变换红外光谱仪样品池进行表征。

### 5.4 催化性能评价

选择芳香族硝基化合物对硝基氯苯作为反应物(0.01 mol),将其与催化剂(0.2–0.5 g)、硼氢化钠还原剂(其摩尔量为反应物的3倍)及一定量的乙醇溶剂(100 mL)依次加入250 mL三口烧瓶中,采用保鲜膜密封后,在特定反应温度(50–80 °C)下搅拌反应2–5 h。考察不同催化剂用量、不同反应温度、不同反应时间下硝基还原生成氨基产物的转化率和产率。待反应结束冷却到室温采用0.22 μm针式过滤器过滤得到清液,利用气相色谱检测反应物和产物。

$$\text{转化率} = \frac{\text{对硝基氯苯 (进)} - \text{对硝基氯苯 (出)}}{\text{对硝基氯苯 (进)}}$$

$$\text{对氨基氯苯选择性} = \frac{\text{对氨基氯苯 (出)}}{\text{对硝基氯苯 (进)} - \text{对硝基氯苯 (出)}}$$

$$\text{产率} = \text{转化率} \times \text{选择性}$$

$$\text{转化频率 (h}^{-1}\text{)} = \frac{n \times C \times M}{m \times w \times D \times t}$$

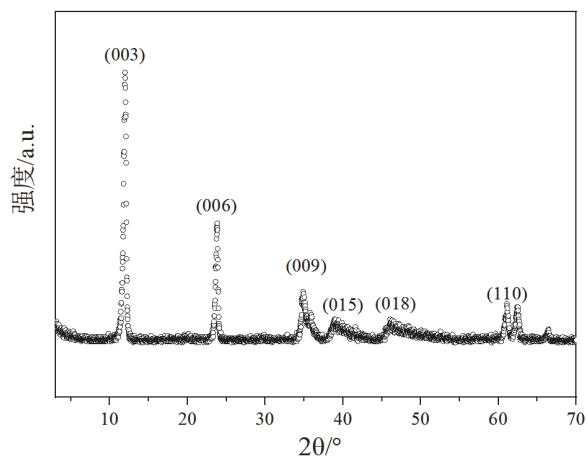
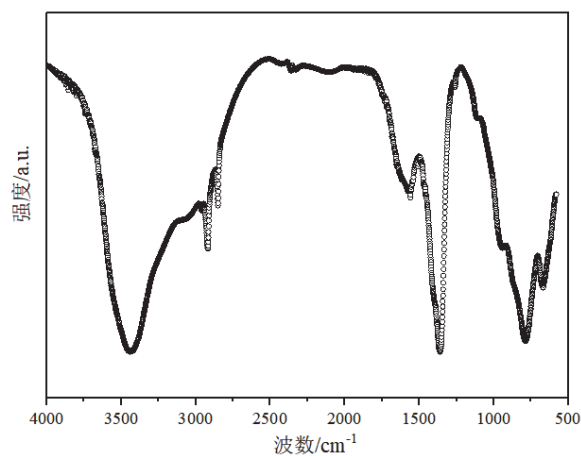
其中 $n$ 为反应物摩尔量(mol), $C$ 为转化率(%), $M$ 为活性金属摩尔质量(g·mol<sup>-1</sup>), $m$ 为催化剂质量(g), $w$ 是金属负载量(wt. %), $D$ 为金属分散度(%), $t$ 为反应时间。

## 6 实验数据记录与结果讨论

### 6.1 XRD和FT-IR表征

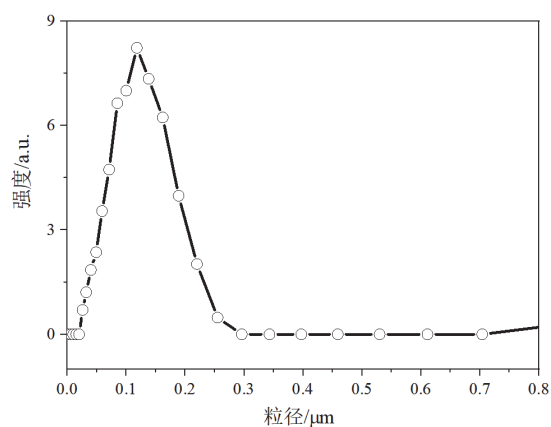
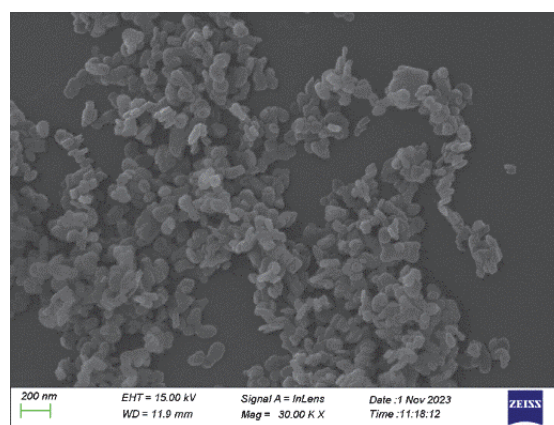
采用成核晶化隔离法合成了MgAl-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>-LDHs,进行XRD表征。根据衍射峰个数、位置、形状、强度等关系,对粉末样品晶体结构进行定性分析。如图1所示,MgAl-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>-LDHs谱图在2θ为12°、24°、35°、61°和62°处出现了特征衍射峰,分别对应着复合金属氢氧化物的(003)、(006)、(009)、(110)晶面(JCPDS 37-0630),这与文献报道一致<sup>[13]</sup>,表明该样品具有典型的层状复合金属氢氧化物结构,且没有杂质生成;同时,XRD谱图中衍射峰峰型对称,具有高强度且没有锯齿峰存在,说明获得的LDHs晶相结构完整、结晶性良好。根据层状复合金属氢氧化物层间距计算方法可获得相应的层间距为0.76 nm,表明CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>离子存在于LDHs层间<sup>[14]</sup>。进一步,通过溴化钾压片法测MgAl-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>-LDHs的红外谱图(表征LDHs材料层间阴离子官能团的主要方法之一,如图2所示)。于3438 cm<sup>-1</sup>处出现的特征峰为LDHs层板上羟基的O—H键及层间H<sub>2</sub>O中O—H键的伸缩振动<sup>[15]</sup>;在2899 cm<sup>-1</sup>处出现的肩峰归因于H<sub>2</sub>O与CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>形成氢键的伸缩振动,致使O—H的振动受到影响,特征峰出现宽化并向低波数方向移动;在1359 cm<sup>-1</sup>处出现的吸收带为层间CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>的ν<sub>3</sub>振动<sup>[16]</sup>,于1639 cm<sup>-1</sup>处出现的吸收带归属于H<sub>2</sub>O中氢键的弯曲振动;低于800 cm<sup>-1</sup>的吸收带为Mg—O和Al—O键的伸缩振动及弯曲振动。同时,在高于3600

$\text{cm}^{-1}$ 处并未观察到无定型或晶态的金属氢氧化物羟基伸缩振动特征峰,表明 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$ 没有单独沉淀形成金属氢氧化物,而是形成具有层状结构的 $\text{MgAl-CO}_3^{2-}$ -LDHs。

图1  $\text{MgAl-CO}_3^{2-}$ -LDHs的XRD谱图图2  $\text{MgAl-CO}_3^{2-}$ -LDHs的红外谱图

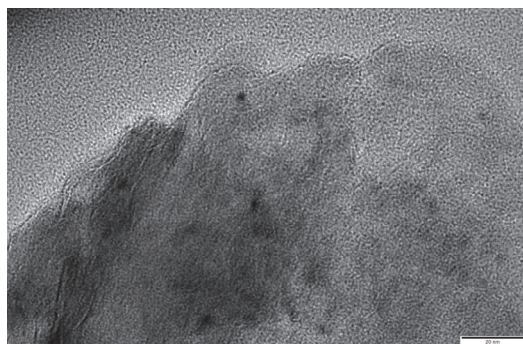
## 6.2 激光粒度和SEM表征

为确定所制备LDHs材料的颗粒尺寸,利用激光粒度对其进行分析,如图3所示。LDHs粉体的二次粒径分布在 $0.05\text{--}0.3\ \mu\text{m}$ ,与一次粒径接近,说明未发生团聚现象。图4为 $\text{MgAl-CO}_3^{2-}$ -LDHs的SEM照片。从图中可以看出, $\text{MgAl-CO}_3^{2-}$ -LDHs样品具有典型的LDHs层状结构,均匀分散,未发生团聚现象。该片层结构形状清晰,厚度约为 $30\ \text{nm}$ 。为进一步测量平均粒径及尺寸分布,在不同区域随机选择200个颗粒进行统计,结果表明其具有较窄的粒径分布,平均粒径约为 $150\ \text{nm}$ 。

图3  $\text{MgAl-CO}_3^{2-}$ -LDHs的粒径分布图4  $\text{MgAl-CO}_3^{2-}$ -LDHs的扫描电镜照片

## 6.3 TEM表征

以上述制备获得的LDHs为载体,负载活性金属Ni和Cu元素,经液相还原后获得负载型Ni-Cu/LDHs催化剂。利用TEM表征对活性金属Ni-Cu的尺寸进行分析。Ni-Cu/LDH样品的TEM结果(图5)显示以层状LDHs为载体,采用溶胶固定法制备的Ni-Cu双金属纳米颗粒在载体表面均匀分散,未发生团聚现象,而浸渍法制备的Ni基催化剂颗粒尺寸较大<sup>[17]</sup>。为进一步测量平均粒径及尺寸分布,在不同区域随机选择200个颗粒进行统计,结果表明Ni-Cu/LDHs具有较窄的粒径分布( $1\text{--}3\ \text{nm}$ ),平均粒径为 $1.5 \pm 0.3\ \text{nm}$ 。根据平均粒径计算所得的金属分散度<sup>[18]</sup>为 $58.7\%$ 。

图5 Ni-Cu/MgAl-CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>-LDHs催化剂透射电镜照片

#### 6.4 优化硝基化合物还原反应条件

以Ni-Cu/LDHs为催化材料、乙醇为反应溶剂，考察了催化材料使用质量对反应物对硝基氯苯转化效率的影响。从图6中可以看出，随着Ni-Cu/LDHs催化剂用量逐渐减少，硝基化合物的转化率起初没有显著变化，然而当催化剂用量减少到一定程度后，转化率明显降低，这是由于起到加氢作用的活性组分含量减少所致。为了兼顾成本和转化效率这两个影响因素，选择0.4 g为最佳催化剂添加量。进一步，在固定最佳催化材料质量的同时，探究反应温度变化的作用。在70 °C的范围内(图7)，随着反应温度的增加，对硝基氯苯转化效率增加，但在过高的温度条件下，转化率开始降低，说明70 °C是最佳反应温度。

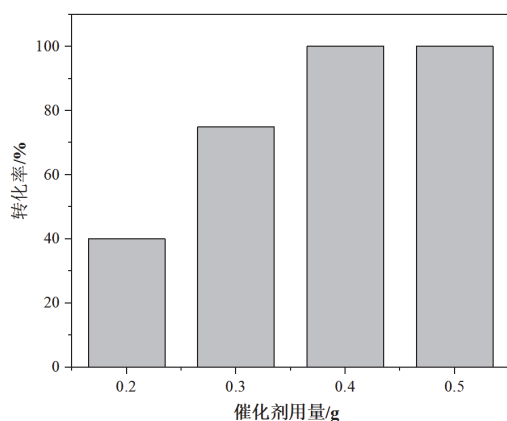


图6 对硝基氯苯转化率随催化剂用量变化柱状图

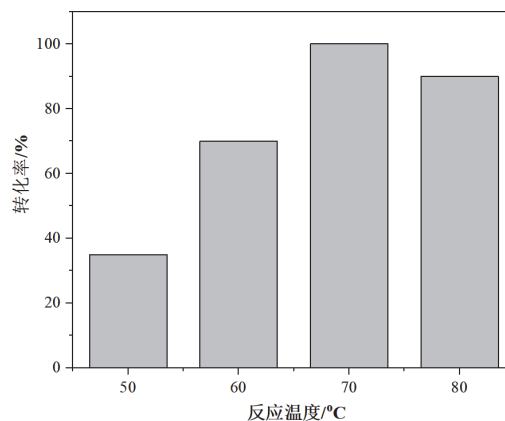


图7 对硝基氯苯转化率随反应温度变化柱状图

在70 °C，以硼氢化钠作还原剂、Ni-Cu/LDHs作为催化剂，继续研究反应时间对氨基氯苯产率的影响。从图8中可以看出，在4 h内，随着反应时间的增长，产率也随之升高，但是在高于4 h条件下，产率开始下降，说明4 h是最佳的反应时间。转化频率(TOF)是评估催化剂本征活性的一个至关重要的指标，通过单位时间内单个活性位点上反应物分子的转化数计算获得。为了保证测试TOF时在动力学控制区域内且排除反应体系中传质和传热对催化性能的影响，测试时反应转化率被控制在15%以下。通过计算，Ni-Cu/LDHs催化剂的TOF值为36.6 h<sup>-1</sup>。综合上述实验，确定该反应的最优条件为：Ni-Cu/LDHs催化剂质量0.4 g，最佳温度70 °C，反应时间4 h，对硝基氯苯转化率为100%，产率为93%。

## 7 实验教学设计建议

本实验可面向化学、应用化学、化工和材料化学等本科专业学生，在三年级下学期或四年级上学期开设，设计时长13–15学时，分3阶段完成，5–6人一组，小组内进行合理分工、相互协作开展实验。

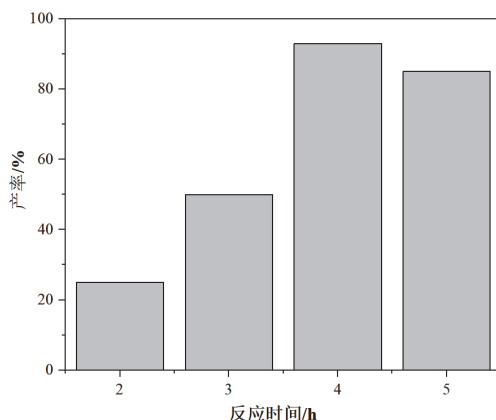


图8 对氨基氯苯产率随反应时间变化柱状图

### 7.1 预习要求

本实验为综合设计性实验，实验内容新颖，贴近学科发展前沿，涉及很多教材中没有介绍的内容和实验技术，实验难度较大。为保证实验顺利开展，有必要组织学生在实验前自主进行以下内容的预习：

- (1) 通过查阅文献，了解成核晶化隔离技术的基本概念、原理及其应用领域等；
- (2) 通过查阅文献和教材，了解LDHs结构特性、制备原理、制备方法及注意事项等；
- (3) 查阅文献，了解催化硝基化合物还原反应评价操作方法，掌握数据分析处理方法以及反应动力学研究方法；
- (4) 通过查阅文献和教材，了解X射线粉末衍射仪、扫描电子显微镜、透射电子显微镜、气相色谱仪、傅里叶红外光谱仪等相关表征的原理、应用、数据处理及分析方法等。

### 7.2 实验操作和报告

由于实验难度较大，为了促使学生更好地完成实验，对实验各部分学时进行详细规划如下：

第一阶段：采用成核晶化隔离法制备LDHs(包括溶液配制、晶化、离心等)约需5-7学时(LDHs制备好后直接放在电热恒温鼓风干燥箱里干燥即可，该过程不计划在课程学时内)。在这一阶段期望学生掌握成核晶化隔离法制备碳酸根型LDHs及其分离方法，学会旋转液膜反应器以及电热恒温鼓风干燥箱的操作方法。

第二阶段：采用溶胶固定法制备LDHs负载的Ni-Cu催化剂(溶胶的制备和负载)约需2学时(其中催化剂制备好后直接放在电热恒温鼓风干燥箱里干燥即可，该过程不规划在课程学时内)；在催化剂制备同时采用X射线衍射仪、傅里叶红外光谱仪、激光粒度仪等仪器对获得的LDHs晶体结构、尺寸进行表征。在这一阶段期望学生掌握溶胶固定法制备负载型Ni-Cu催化剂的方法，在教师指导下初步了解不同仪器的简单操作以及可以获得的催化材料结构信息。

第三阶段：对获得的催化剂进行性能评价约需5学时，在反应期间采用扫描电子显微镜、透射电子显微镜对LDHs和催化剂的形貌和尺寸进行表征，反应结束后在教师指导下采用气相色谱仪对反应物转化率和产物选择性进行测定，需1学时。在这一阶段期望学生掌握Ni-Cu催化剂性能评价的实验方法，在教师指导下初步了解不同仪器的简单操作以及可以获得的催化材料结构信息。

考虑到实验测试平台支撑本实验教学的需求，在各个小组选取催化性能较优的2-3组实验样品进行催化剂表征。此外，在实验指导过程中，需注意以下操作事项：

- (1) 获得的红外数据中透过率大小不一，这是由于在实验过程中，压片操作不熟练，存在压力过大、样品量掌握不好等导致的压片不成功或压片过厚等问题。
- (2) 在制备过程中，由于操作差别和实验的偶然性，学生所获得样品的结晶程度、颗粒分散程度不尽相同。分析原因这可能是由于制备时间和温度略有差别、样品制备过程中洗涤不充分、SEM和

TEM样品制备过程中超声分散不均匀等。

(3) 由于实验存在偶然性及误差, 几组性能评价结果有所差异。建议多次进行实验操作获取数据平均值的方法以减小实验误差。

实验完成后, 学生5–6人进行分组, 在教师指导下进行数据分析, 并按照科技论文写作要求完成结课作业的撰写, 在这一阶段训练学生科技论文写作能力, 期望学生会相关实验数据的处理及分析方法。除了要对实验结果进行分析, 还要对实验过程中的操作步骤进行误差分析与讨论, 思考实验结果出现差异的原因。以交流会的形式分组汇报实验结果, 邀请相关教师和研究生为学生的实验论文完成情况和研讨情况等综合评分, 给出课程成绩。

## 8 结语

本工作基于前期科研成果设计了一个综合性化学实验项目: 高分散LDHs基催化剂可控制备及硝基化合物还原性能测试。通过采用成核晶化隔离法制备 $\text{MgAl-CO}_3^{2-}$ -LDHs、晶体结构等解析、硝基化合物催化还原反应性能评价和动力学研究, 锻炼了学生化学实验操作能力, 同时也让学生初步了解科学研究的方法, 为后续学生深造过程中进行实验操作或参加科研类项目训练奠定了理论和实践基础。此外, 将面向化工行业重大需求的前沿技术引入综合化学实验设计, 丰富了学生的专业知识, 又让他们体会到化学与国家需求和导向的紧密联系, 有利于学生将理论知识与实际应用相结合。

**致谢:** 感谢北京化工大学杨占会副教授的悉心指导!

## 参 考 文 献

- [1] 钟登华. 高等工程教育研究, **2017**, No. 3, 1.
- [2] 刘永梅, 张晋芬, 戴维林, 孙立森, 辜敏, 范康年. 中国大学教学, **2014**, No. 10, 88.
- [3] 张凌, 康静. 大学化学, **2024**, 39 (2), 221.
- [4] 魏恩棋, 李利荣, 吴宇峰, 刘琨, 崔连喜, 张肇元, 王静, 王艳丽, 王效国. 分析测试学报, **2016**, 35 (8), 1071.
- [5] 胡卫东, 董学亮, 徐丹, 余学军, 宋传君. 河南科学, **2013**, 31, 1866.
- [6] 奚江波, 孙琦, 王刚, 陈伟. 大学化学, **2023**, 38 (5), 220.
- [7] Wang, Q.; O'Hare, D. *Chem. Rev.* **2012**, 112 (7), 4124.
- [8] Gao, R.; Mei, X.; Yan, D.; Liang, R.; Wei, M. *Nat. Commun.* **2018**, 9, 2798.
- [9] Duan, C.; Li, Z.; Zhang, T. *Prog. Chem.* **2023**, 35 (6), 940.
- [10] Tan, Y.; Liu, X.; Zhang, L.; Wang, A.; Li, L.; Pan, X.; Miao, S.; Haruta, M.; Wei, H.; Wang, H.; *et al. Angew. Chem. Int. Ed.* **2017**, 56, 2709.
- [11] 江嘉伟. 成核/晶化隔离法可控制备金属氧化物纳米材料及其应用研究[硕士学位论文]. 北京: 北京化工大学, 2020.
- [12] Freakley, S. J.; Agarwal, N.; McVicker, R. U.; Althahban, S.; Lewis, R. J.; Morgan, D. J.; Dimitratos, N.; Kiely, C. J.; Hutchings, G. J. *Catal. Sci. Technol.* **2020**, 10, 5935.
- [13] 杨溢, 高艳娟, 赵杏雪, 田云福. 现代化工, **2023**, 43 (6), 183.
- [14] Wang, Y.; Pan, Q.; Qiao, Y.; Wang, X.; Deng, D.; Zheng, F.; Chen, B.; Qiu, J. *Adv. Mater.* **2023**, 35, 2210871.
- [15] 党睿, 郭伟, 马向荣, 李霄, 刘智攀, 张元元, 李春燕, 郭甜, 郝华睿. 化工新型材料, **2022**, 50 (8), 152.
- [16] Lin, X.; Luo, X.; Long, Y. *Chem. Eng. J.* **2014**, 252, 415.
- [17] Hao, B.; Xu, D.; Wang, Y.; Wang, Y.; Kapusta, K.; Guo, Y. *Fuel* **2023**, 331, 125812.
- [18] Ziaei-azad, H.; Yin, C. X.; Shen, J.; Hu, Y.; Karpuzov, D.; Semagina, N. *J. Catal.* **2013**, 300, 113.