

开放性实验促进《仪器分析》课程教学改革——以 BiOI 光催化剂的制备及表征实验为例

高雯雯 刘慧瑾 党睿 杨永林

榆林学院化学与化工学院, 中国·陕西 榆林 719000

摘要:《仪器分析》课程综合性强, 知识覆盖面广及内容抽象, 增加了学生学习难度。通过开展 BiOI 光催化剂的制备及表征开放性实验, 将 BiOI 光催化剂的最新研究进展、制备方法及基本的表征手段引入该门课程的教学, 不仅可以帮助学生更好地掌握仪器分析理论, 提高学生学习的积极性, 建立团队互帮互助意识, 同时提升他们的实践能力和创新思维, 为未来的科研工作打下坚实的基础。

关键词:《仪器分析》课程; 教学改革; 开放性实验

Open Experiment Promotes Teaching Reform of *Instrumental Analysis* Course — Taking the Preparation and Characterization Experiment of BiOI Photocatalyst as an Example

Wenwen Gao Huijin Liu Rui Dang Yonglin Yang

School of Chemistry and Chemical Engineering, Yulin University, Yulin, Shaanxi, 719000, China

Abstract: *Instrumental Analysis* is a comprehensive course with wide knowledge coverage and abstract content, which increases students' learning difficulty. By carrying out open experiments of the preparation and characterization of BiOI photocatalyst, introducing the latest research progress, preparation methods and basic characterization of BiOI photocatalyst into the teaching of this course, which can not only help students grasp the theory of instrumental analysis, improve their enthusiasm for learning, and establish a sense of mutual help among teams. At the same time, it would improve their practical ability and innovative thinking, and lay a solid foundation for future scientific research work.

Keywords: *Instrumental Analysis* course; the reform of teaching; open experiment

1 引言

《仪器分析》是化学工程与工艺专业的一门专业基础课, 它基于物质的物理和物理化学性质, 利用特殊仪器对物质进行定性、定量和形态分析。这种方法具有高灵敏度、取样量少、分析准确度高、快速、可进行无损分析等特点, 使其成为化工领域中获取实验数据的主要方法^[1]。然而, 《仪器分析》课程在实际教学中也存在一些问题。首先, 《仪器分析》课程综合了化学、材料、物理及计算机等多门学科的知识, 知识覆盖面广且内容抽象增加了学习的难度; 其次, 教材更新速度慢, 难以跟上仪器分析技术的快速发展, 这导致部分教学内容与实际应用存在脱节现象; 再次, 部分实验的系统性和完整性不够, 学生难以全面掌握实验技能和方法^[2]; 最后, 学生数量多而仪器数量有限, 尤其是一些昂贵的大型仪器, 这导致学生在实验操作中难以充分接触和熟悉仪器, 影响了他们的动手能力和学习动力^[3]。

通过设置《仪器分析》课程开放性实验, 将最新的科研成果和技术引入实验教学中, 使教学内容更加贴近实际、更加具有前瞻性, 不仅能提高学生的动手能力、观察能力和实验技能至关重要, 有助于他们将理论知识转化为实际操作能力, 提高教学质量, 而且这种学习方式有助于激发学生的

创新思维和探究精神, 培养他们独立解决问题的能力^[4]。

2 开放性实验教学背景及内容

随着国民经济的快速发展和对环境保护的日益重视, 光催化氧化技术在治理废水污染物等方面取得重大突破, 其基本原理是利用光催化的氧化还原性即利用半导体作为催化剂, 利用光作为能量把有机物质转变成无机物质^[5]。

铋具有无毒、不致癌性和熔点低等一系列优良特性。碘氧化铋 (BiOI) 是一种黄色或者砖红色粉体, 属于四方晶系。BiOI 具有低毒性、可见光响应性好及良好的循环使用性能及催化效率高等优点, 因而被广泛应用于废水处理及电解水等领域^[6]。

本次开放实验采用沉淀法制备 BiOI 光催化剂, 以 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 和 KI 为原料, 通过 KOH 溶液调节 pH, 经陈化, 洗涤, 干燥得到 BiOI 材料, 并采用 XRD、FTIR、SEM 和 N_2 吸附-脱附等温线对材料进行表征及数据处理。

该开放实验的教学要求如下:

①了解 BiOI 光催化材料的背景知识。学生通过中国知网及其他方式, 搜集 BiOI 光催化材料的制备方法, 表征方法及其应用领域。

②熟悉 BiOI 光催化材料的制备方法。通过开放实验学生学习沉淀法制备 BiOI 过程, XRD、FTIR、SEM 和 N₂ 吸附-脱附等温线制样过程。

③培养学生基本科学素养及创新意识。通过小组合作的方式, 完成 BiOI 材料的制备、表征及数据处理, 提高了学生对理论的理解程度, 有助于其培养良好的科研素养和创新意识。

④提高学生对材料表征基本方法的认识。通过开放实验帮助学生学习和熟练使用 XRD、FTIR、SEM 和 N₂ 吸附-脱附等温线相关设备, 提高对理论知识的理解程度。

3 开放实验实施过程

本次开放实验采用分组制, 一组 5~6 位学生, 课前学生根据教师布置的任务进行资料查阅了解研究背景、材料的制备方法和表征方法。课中学生自主独立完成实验, 教师从旁讲解及协助。课后学生通过查阅资料等方式对材料表征数据进行分析, 教师根据学生实验过程中的表现和实验报告的质量评价开放实验成绩。

3.1 试剂

五水合硝酸铋 ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)、碘化钾 (KI)、无水乙醇和氢氧化钾 (KOH), 所有试剂均为分析纯, 购自天津市瑞金特化学试剂有限公司。

3.2 BiOI 光催化剂制备

将一定量 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 溶于 40mL 无水乙醇中在磁力搅拌器上搅拌 20min, 直至呈现乳白色且无沉淀, 并且静置后会产生分层现象。将 KI 固体溶于 80mL 蒸馏水超声 20min 使其完全溶解 (保持 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 和 KI 的摩尔比相同)。在磁力搅拌作用下, 将 KI 溶液缓慢滴加到 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 溶液中, 溶液由黄色渐变为深红色。滴加完毕后, 用浓度为 2mol/L 的 KOH 调节溶液 pH 值至 7, 此时溶液变为砖红色。磁力搅拌下于 70℃ 下保持 3h, 然后无水乙醇和蒸馏水交替清洗 3 次, 50℃ 下干燥 12h, 得到 BiOI。

3.3 BiOI 光催化剂的表征

采用日本理学 MiniFlex600 型 X 射线粉末衍射仪测定 BiOI 的晶体结构特征, 采用德国蔡司 σ -300 型扫描电镜观察 BiOI 材料的形貌。采用麦克默瑞提克 (上海) 仪器有限公司全自动比表面及孔隙度分析仪测定 BiOI 材料的 N₂ 吸附脱附等温曲线, 采用德国布鲁克有限公司 TENSOR27 型红外光谱仪测定 BiOI 材料表面基团。

4 数据分析处理与结果讨论

通过 X 射线衍射仪测试 BiOI 光催化剂晶型结构, 图 1 中的主要衍射峰与 BiOI 标准图谱 (JCPDS 10-0445) 一致, 说明制备的 BiOI 为斜方晶系, 且晶型结构完整^[7]。

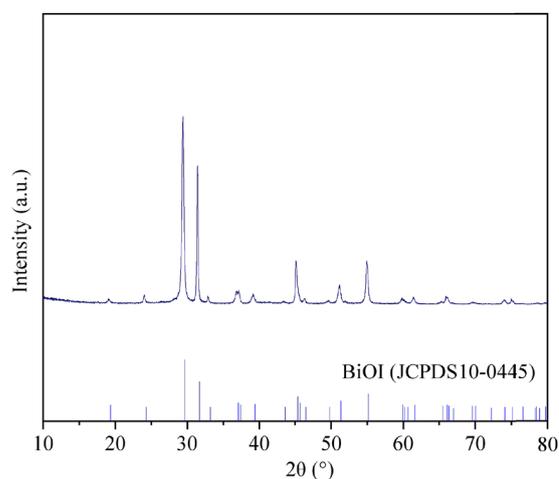


图 1 BiOI 光催化剂 XRD 图

通过 SEM 观察 BiOI 的形貌, 由图 2 可以观察到制备的 BiOI 为实心花型, 其由无数片状结构拼凑形成, 大部分花型结构完整且有规律。

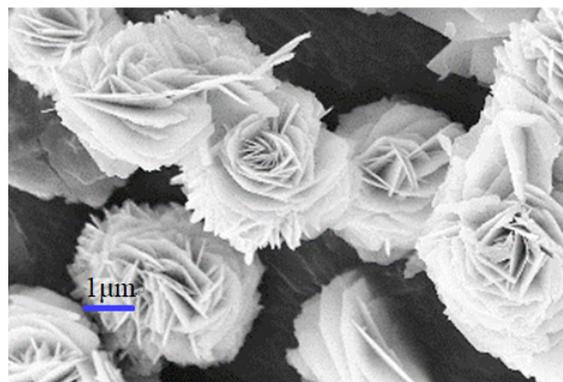


图 2 BiOI 光催化剂 SEM 图

通过 N₂ 吸附-脱附等温线表征 BiOI 比表面积及孔径分布, 由图 3 得, BiOI 光催化剂的 N₂ 吸附-脱附等温线属于 IV 型, 在较高的相对压力处出现 H3 滞后环, 表明样品中存在介孔和大孔结构^[8], BiOI 的比表面积为 9.2m²/g。

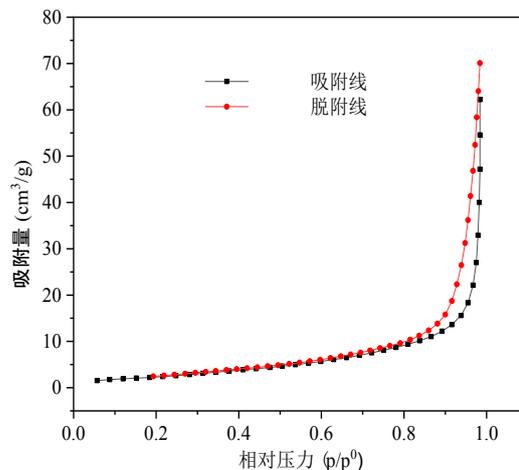


图 3 BiOI 光催化剂 N₂ 吸附-脱附等温线

通过 FT-IR 分析 BiOI 表面官能团, 由图 4 可得, 3408 cm^{-1} 处的特征峰对应样品表面吸附水的 -OH 伸缩振动, 1620 cm^{-1} 处的特征峰与 C=C 有关, 1383.3 cm^{-1} 处的特征峰对应 -CH₃, 1104 和 1034 cm^{-1} 附近的特征峰对应 C-O 伸缩振动, 852 cm^{-1} 处的特征峰对应 C-H, 482 cm^{-1} 处的特征峰对应 Bi-O 振动^[9], 表明成功制备了 BiOI 材料。

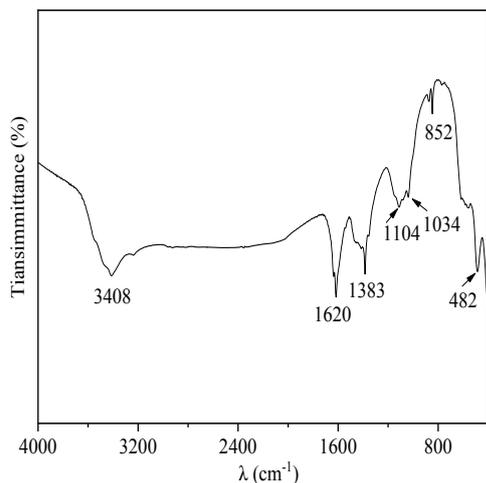


图 4 BiOI 光催化剂 FT-IR 图

5 结语

在《仪器分析》课程设置开放性实验, 学生可以自主选择实验方案和操作步骤, 进行实验设计和数据处理。通过这种方式, 学生可以更深入地了解仪器的构造、工作原理和性能特点, 从而培养他们的科学思维和实验技能, 还可以帮助学生探索仪器分析技术的最新应用。开放性实验不仅可以培养学生的独立思考和解决问题的能力, 还可以为他们未来的科研工作打下坚实的基础, 也有助于提升学生的团队合作

和沟通能力。

参考文献:

- [1] 刘中敏,李洪亮,张晓蕾,等.仪器分析课程“教—学—践”教学模式探索与实践[J].德州学院学报,2024,40(2):83-87.
- [2] 吴龙,杨永,张伟敏,等.“三融合、两提升、一促进”的大学本科课程建设——以仪器分析课程教学为例[J].创新创业理论与实践,2024,7(4):59-61.
- [3] 朱大亮,李杰.应用化学专业仪器分析课程教学探讨[J].造纸技术与应用,2023,51(4):64-66.
- [4] 孙悦.开放性实验生物质衍生多孔碳的电化学实验设计[J].遵义师范学院学报,2024,6(2):107-110.
- [5] 谢鑫.碘氧化铋的改性及其可见光催化性能的研究[D].郑州:郑州大学,2019.
- [6] 付大卫,谢汝义,张琳萍,等.空心球状碘氧化铋的制备及其对染料的吸附降解性能[J].应用化学,2017,34(5):7.
- [7] Xiao Ju Wen, Cheng Gang Niu, Lei Zhang, et al. Novel p-n heterojunction BiOI/CeO₂ photocatalyst for wider spectrum visible-light photocatalytic degradation of refractory pollutants[J]. Dalton Transactions,2017,46(15):4982-4993.
- [8] Yanjuan Sun, Xiang Xiao, Xing'an Dong, et al. Heterostructured BiOI@La(OH)₃ nanorods with enhanced visible light photocatalytic NO removal[J]. Chinese Journal of Catalysis, 2017(38):217-226.
- [9] Yawen Zhou, Shanshan Fang, Man Zhou, et al. Fabrication of novel ZnFe₂O₄/BiOI nanocomposites and its efficient photocatalytic activity under visible-light irradiation[J]. Journal of Alloys and Compounds,2017(696):353-361.

作者简介: 高雯雯(1985-),女,中国陕西榆林人,硕士,从事复合材料制备及工业废水资源化利用研究。