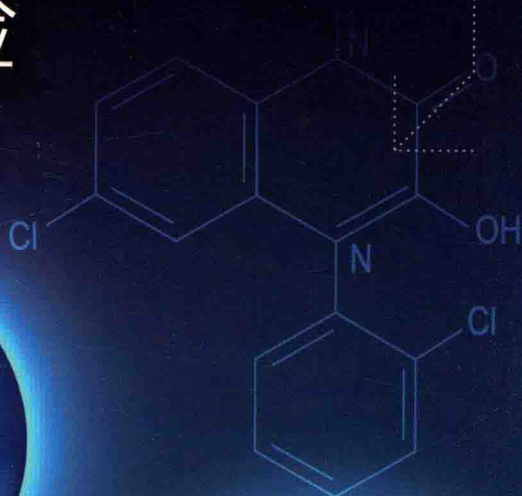


■ 胡学步 程治良 徐云兰 等编著

应用化学

综合创新实验



化学工业出版社

■ 胡学步 程治良 徐云兰 等编著

应用化学

综合创新实验



化学工业出版社

·北京·

本书内容涉及电化学原理、高分子应用、食品分析和废水处理等实验操作,反映应用化学专业知识在化工、能源、环境、轻工、材料等领域应用的前沿技术,有利于培养学生灵活应用专业知识解决实际问题的能力,开阔专业视野。

本书可供应用化学、化学工程、环境、材料等学科本科实验教学使用或参考。

图书在版编目(CIP)数据

应用化学综合创新实验/胡学步等编著. —北京: 化学工业出版社, 2018. 8

ISBN 978-7-122-32391-0

I. ①应… II. ①胡… III. ①应用化学-化学实验
IV. ①O69-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 127723 号

责任编辑: 李玉晖

装帧设计: 刘丽华

责任校对: 边 涛

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 装: 中煤(北京)印务有限公司

710mm×1000mm 1/16 印张 8 $\frac{3}{4}$ 字数 122 千字 2018 年 9 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888(传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 33.00 元

版权所有 违者必究

针对应用化学专业的学科特点,开设的符合专业定位和培养目标综合性实验,是应用型本科学生丰富实践知识和专业技能,提高实验操作能力、理论联系实际能力、分析与解决实际问题能力和创新能力的重要途径。综合性实验注重加强课程的综合性和实践性,综合的内涵包括实验内容的综合、实验方法的综合、实验手段的综合。综合性创新实验教学的目的是培养学生的实践能力、创新能力和严谨的科学态度,提高学生主动发现、综合分析、实际解决问题的能力。

本书的最大特点在于以重庆理工大学化学化工学院应用化学教研室各教师的科研成果为主要实验内容,让学生掌握前沿科学技术方法和理论,提高学生综合素质,培养学生创新思维。本书是《应用化学专业综合创新实验》课程的配套教材,重点阐述电化学原理、高分子应用、食品分析以及废水处理等实验操作。通过实验课程的学习,学生可加深对应用化学基本理论的理解。更重要的是,一系列严格的实验操作能使学生树立准确分析物质的概念,并培养学生严谨、认真的科学态度和实事求是的工作作风,为今后从事相关领域的科学研究以及技术开发工作打下坚实的基础。

本书立足于课程的整体性和实用性,并从工科特点出发,选编了15个实验。每个实验力求在强化基础实验能力的基础上,精选出以培养分析与解决复杂问题能力的综合性实验。所编写的实验内容适用于应用化学、化学工程、环境、材料等专业。

本教材由重庆理工大学胡学步、程治良、徐云兰、全学军、张晓凤、曹平、周德文、张千、项锦欣、唐聪明、杨顶峰、李硕、蔡永伟、周毓婷、高能文和赵清华老师共同编写。全书由胡学步和程治良策划、组织、统稿和审核。限于编著者学识水平和经验,书中难免存在不妥之处,恳请有关专家和读者批评指正。

编著者

2018年5月

目
录

实验 1 锂离子电池负极材料钛酸锂的合成及其电化学性能 / 1

1.1 实验原理	1
1.2 实验仪器与试剂	2
1.3 材料制备与电池组装	2
1.4 电池测试及分析	3
1.5 注意事项	4
1.6 思考与讨论	5
参考文献	5

实验 2 乳酸脱氧反应制备生物基丙酸综合实验 / 6

2.1 实验原理	6
2.2 实验试剂及仪器	8
2.3 实验内容及步骤	9
2.4 实验数据分析与处理	10
2.5 思考与讨论	10
参考文献	11

实验 3 乙酸乙酯清洁生产用新型催化剂的制备及性能评价 / 12

3.1 实验仪器和药品	12
3.2 实验原理	13

3.3 实验步骤	14
3.4 实验数据记录与处理	15
3.5 思考与讨论	16
参考文献	16

实验 4 水性丙烯酸酯涂料的制备与表征 / 17

4.1 实验原理	17
4.1.1 乳液合成原理	17
4.1.2 乳液配方设计	19
4.1.3 涂料制备原理	20
4.2 实验仪器与试剂	21
4.3 实验步骤	21
4.3.1 乳液的制备	21
4.3.2 涂料的制备	22
4.3.3 漆膜的制备	22
4.3.4 测试方法	22
4.4 数据记录与处理	24
4.5 注意事项	26
4.6 思考与讨论	26
参考文献	26

实验 5 双咪唑、双三唑偶联化合物的制备 / 28

5.1 实验原理	28
5.1.1 咪唑/三唑与卤代烃反应的原理	28
5.1.2 薄层色谱法与硅胶柱层析分离方法的原理与操作	29
5.2 实验内容	30
5.3 实验试剂及仪器	31
5.4 实验步骤	31
5.4.1 三唑与二溴丁烷的制备	31
5.4.2 咪唑与二溴丁烷的制备	32

5.4.3 熔点的测定	32
5.4.4 注意事项	33
5.5 实验数据分析与处理	33
5.6 思考与讨论	33
参考文献	34

实验 6 溶胶-凝胶法制备 $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ 复合疏水涂层及防腐研究 / 35

6.1 实验原理	35
6.1.1 溶胶-凝胶法制备复合疏水防腐涂层的机理	35
6.1.2 塔菲尔极化曲线及阻抗曲线的测定原理	36
6.2 实验内容	36
6.3 实验试剂及仪器	37
6.4 实验步骤	40
6.5 实验数据分析与处理	42
6.5.1 塔菲尔极化曲线分析	42
6.5.2 电化学阻抗曲线分析	43
6.5.3 静态接触角测定	43
6.5.4 实验数据记录	44
6.6 思考与讨论	45
参考文献	45

实验 7 干压法制备片状陶瓷膜及其处理含油废水 / 47

7.1 实验原理	47
7.2 实验内容	48
7.3 实验试剂及仪器	48
7.4 实验步骤	49
7.5 实验数据分析与处理	50
7.5.1 渗透通量、截留率的计算	50
7.5.2 实验数据记录	51
7.6 思考与讨论	52

参考文献	52
------------	----

实验 8 微生物染料电池 (MFC) 电助光催化处理染料废水 / 53

8.1 实验原理	53
8.1.1 TiO_2 光催化原理	53
8.1.2 微生物燃料电池 (MFC) 原理	55
8.1.3 MFC 电助光催化	56
8.2 实验内容	56
8.3 实验试剂及仪器	56
8.4 实验步骤	57
8.5 实验数据分析与处理	60
8.6 注意事项	62
8.7 思考与讨论	62
参考文献	62

实验 9 硼酸熔融法制备天然矿物方硼石及其用于光催化降解有机污染物的研究 / 64

9.1 实验原理——半导体光催化的一般原理	64
9.2 实验内容	65
9.3 实验试剂及仪器	65
9.4 实验步骤	67
9.5 实验数据处理和绘图	68
9.6 思考与讨论	70
参考文献	70

实验 10 脉冲电解法处理难降解有机废水 / 71

10.1 实验原理	71
10.1.1 电化学法处理废水原理	71
10.1.2 COD 快速消解分光光度法测定原理	72
10.2 实验仪器与试剂	73
10.3 实验步骤及方法	74

10.3.1 实验步骤	74
10.3.2 分析方法	74
10.3.3 反应器的能耗计算	74
10.4 实验数据记录及相关表格	75
10.5 注意事项	77
10.6 思考与讨论	77
参考文献	77

实验 11 $O_3/Ca(OH)_2$ 体系结合微泡反应器处理含酚废水 / 79

11.1 实验原理	79
11.2 实验内容	80
11.3 实验试剂及仪器	80
11.4 实验装置及流程	81
11.5 实验步骤及注意事项	82
11.6 实验数据分析与处理	82
11.7 思考与讨论	83
参考文献	83

实验 12 低碳源条件下序批式生物膜反应器-固相反硝化滤池工艺的脱氮性能研究 / 85

12.1 实验原理	85
12.1.1 生物脱氮的原理	85
12.1.2 氨氮纳氏试剂分光光度测定法原理	86
12.1.3 亚硝酸盐氮分光光度测定法原理	87
12.1.4 硝酸盐氮紫外分光光度法测定原理	87
12.1.5 总氮碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定原理	87
12.2 实验装置、仪器与试剂	87
12.3 实验步骤	88
12.3.1 总氮	88
12.3.2 氨氮	91
12.4 注意事项	92

12.5 思考与讨论	93
参考文献	93

实验 13 柑橘皮渣制备生物质活性炭及其吸附性能研究 / 94

13.1 实验原理	94
13.1.1 柑橘皮渣化学活化——高温炭化原理	94
13.1.2 柑橘皮渣活性炭的吸附机理	94
13.2 实验内容	95
13.3 实验试剂及仪器	95
13.4 实验步骤	96
13.5 实验数据分析与处理	97
13.6 思考与讨论	99
参考文献	100

实验 14 自来水中微量含氮化合物的有效去除 / 101

14.1 实验原理	101
14.1.1 饮用水中有机氮测定原理	101
14.1.2 紫外分光光度法测定 NO_3^- 的原理	102
14.1.3 重氮偶合分光光度法测定 NO_2^- 的原理	102
14.1.4 纳氏比色法氨氮测定原理	102
14.2 实验内容	102
14.3 实验试剂及仪器	103
14.3.1 实验材料	103
14.3.2 实验器皿	103
14.3.3 紫外分光光度法测定 NO_3^- 用液配制	103
14.3.4 重氮偶合分光光度法测定 NO_2^- 用液配制	103
14.3.5 纳氏比色法氨氮用液配制	104
14.3.6 实验仪器	105
14.4 实验步骤	105
14.5 实验数据分析与处理	107

14.6 思考与讨论	109
参考文献	109

实验 15 食品中 6 大营养素的检测 / 110

15.1 食品中水分的测定	110
15.1.1 实验原理	111
15.1.2 实验试剂与仪器	111
15.1.3 实验步骤	111
15.1.4 实验数据分析与处理	112
15.2 食品中灰分的测定	112
15.2.1 实验原理	113
15.2.2 实验试剂与仪器	113
15.2.3 实验步骤	113
15.2.4 实验数据分析与处理	114
15.2.5 注意事项	114
15.3 食品中脂肪含量测定——酸水解法	115
15.3.1 实验原理	115
15.3.2 实验试剂与仪器	115
15.3.3 实验步骤	115
15.3.4 实验数据分析与处理	116
15.3.5 注意事项	116
15.4 食品中总糖的测定	116
15.4.1 实验原理	117
15.4.2 实验试剂与仪器	117
15.4.3 实验方法	117
15.4.4 实验数据分析与处理	119
15.4.5 注意事项	119
15.5 食品中蛋白质的测定	120
15.5.1 实验原理	120
15.5.2 实验试剂与仪器	120

15.5.3	实验步骤	121
15.5.4	实验数据分析与处理	122
15.5.5	注意事项	122
15.6	食品中维生素 C 的测定	123
15.6.1	实验原理	123
15.6.2	实验试剂与仪器	124
15.6.3	实验步骤	125
15.6.4	实验数据分析与处理	126
15.6.5	注意事项	126
15.6.6	思考与讨论	127
参考文献		127

实验1

锂离子电池负极材料钛酸锂的合成及其电化学性能

实验目的：

- ① 了解锂离子电池的基本原理。
- ② 学习锂离子电池的组装和相关电化学的测试分析方法。
- ③ 了解高温固相法在材料合成中的应用。
- ④ 掌握钛酸锂材料的性质。

学生能力的培养：

- ① 具有设计、操作、分析和解释数据的能力，有效地进行实验设计与操作。
- ② 掌握文献检索、资料查询及运用现代信息技术跟踪并获取信息的方法。
- ③ 了解锂离子电池的发展现状和趋势，掌握电极材料的种类、性能以及合成方法。

1.1 实验原理

锂离子电池已被广泛应用于移动电话、手提电脑和摄像机等便携式电子产品电源，并作为动力电池和储能电源逐渐应用于混合动力车、纯电动车和可再生能源电站。动力电源对电极材料的要求非常高，除需要具有高比能量和高比功率外，成本、安全性及循环性能也需要满足要求。目前已

经商品化的锂离子电池负极材料主要是石墨化碳材料，但作为动力型锂离子电池负极存在安全性较差的问题。

与碳负极材料相比，尖晶石型钛酸锂 ($\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$) 具有更好的电化学性能和安全性，循环性能好，不与电解液反应，全充电状态下有良好的热稳定性、较小的吸湿性及很好的充放电平台而且价格低廉，容易制备，是很具有商业化前景的动力型锂离子电池负极材料。

$\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 的制备方法很多，包括高温固相合成法、溶胶-凝胶法、水热离子交换法和高能球磨法等。溶胶-凝胶法和水热离子交换法制备材料的操作过程复杂，每次制备量很小；高能球磨法粉磨时间长、粉磨效率低；而高温固相合成法制备工艺简单，产量大，能满足实验要求，因此，本实验选用高温固相合成法制备 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{C}$ 负极材料。

合成反应方程式如下：



1.2 实验仪器与试剂

仪器：磁力搅拌器，管式炉，打片机，封口机，手套箱，蓝电测试系统，电化学工作站，X射线衍射仪等。

药品及试剂： $\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_3\text{Li}$ （乳酸锂）， Li_2CO_3 ， TiO_2 ，乙炔黑，PVDF，电解液等。

1.3 材料制备与电池组装

以乳酸锂作为锂源和碳源， TiO_2 作为钛源，按摩尔比为 4 : 5 分别称取乳酸锂和 TiO_2 ，混合球磨 6h 后，在氮气气氛中烧结，以 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率，在 380°C 、 600°C 和 800°C 下分段保温 1h、2h 和 8h，自然冷却后取出，经研磨得到 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{C}$ 复合材料。作为对比，以 Li_2CO_3 作为锂源，合成 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 材料。

取 0.2g 左右制备好的 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{C}$ （或 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ ），并按照活性物



质：乙炔黑：PVDF 质量比为 85：10：5 分别称取乙炔黑和 PVDF，混合研磨均匀后转移至小烧杯中 60℃ 烘 2h，取出后加入适量的 N-甲基吡咯烷酮试剂，将小烧杯封口后连续搅拌 6~8h，完成后用 75 μ m 的刮刀将浆料涂在铜箔上，烘干后打片，将制好的极片 80℃ 真空中烘 2h 后放入手套箱中，作为电池正极。金属锂片（天津中能锂业有限公司）为负极，隔膜用 Celgard2400 微孔聚丙烯膜，电解液为 1mol/L LiPF₆ 的 EC+DMC+EMC（质量比 1：1：1）溶液，在充满干燥氩气的手套箱内组装成电池。

1.4 电池测试及分析

根据 TG-DSC（STA409PC，德国耐驰 NETZSCH）确定烧结温度。

用 Rigaku D/max-2500PC X 射线衍射仪（Cu 靶， $\lambda = 0.154056\text{nm}$ ；管压 40kV，电流 200mA；扫描范围及速度 $2\theta = 10^\circ \sim 90^\circ$ ， $5^\circ/\text{min}$ ）对 Li₄Ti₅O₁₂ 粉末进行相分析。

用 LAND 电池测试系统（武汉金诺电子有限公司）对实验电池进行

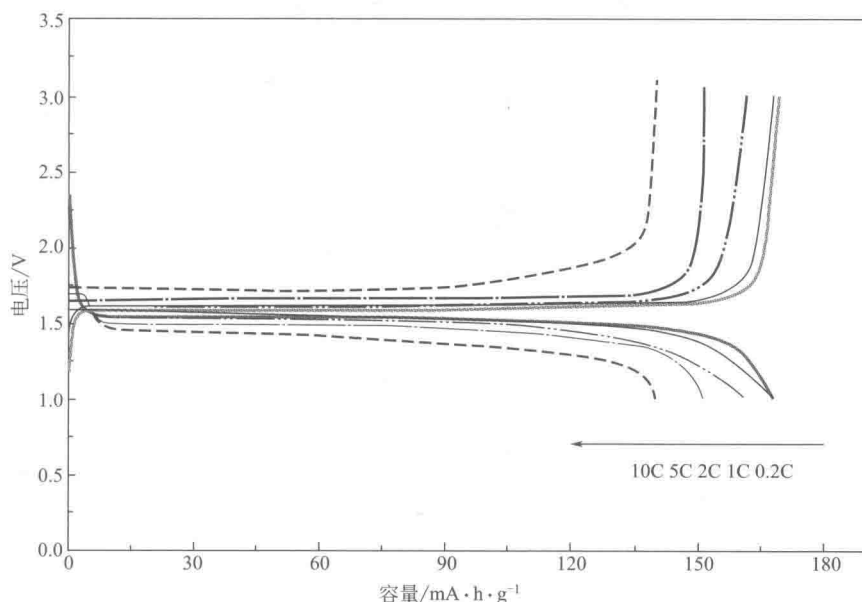


图 1-1 Li₄Ti₅O₁₂/C 不同倍率下的充放电曲线



恒流和倍率充放电循环测试，充放电截止电压为 1~3V。

用电化学工作站对电池进行循环伏安测试扫描（CV）及电化学阻抗测试分析（EIS）。

$\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{C}$ 在不同倍率下的实验数据及处理记录如下。充放电曲线如图 1-1 所示。

不同倍率	首次库伦效率	首次容量	100 次后容量	衰减率
0.2C				
1C				
2C				
5C				
10C				

$\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 在不同倍率下的实验数据及处理记录如下。

不同倍率	首次库伦效率	首次容量	100 次后容量	衰减率
0.2C				
1C				
2C				
5C				
10C				

1.5 注意事项

① 在制备好 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 与 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{C}$ 复合材料后，要先对其进行 XRD 测试，确保样品不含 TiO_2 后再进行搅浆涂片。



② 在极片制备的过程中, 确保需要用到的材料及器具完全干燥, 以免导致 N-甲基吡咯烷酮水解而使得制片失败。

③ 电池组装过程中, 应尽量避免金属锂片、垫片及弹片及电池底壳的接触, 以免发生电池短路, 影响电池测试性能。

1.6 思考与讨论

① 相比于碳负极材料, $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 材料具有明显的优点, 但 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 材料也具有一些自身的缺陷, 这些缺陷具体是什么? 通过什么方法可以弥补改进?

② $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{C}$ 和 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 在性质上有哪些区别?

③ 倍率对 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{C}$ 和 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 材料电化学性能有什么样的影响?

④ 采用乳酸锂作为锂源和碳源的优点和缺点有哪些?

参考文献

- [1] Yonglong Zhang, Xuebu Hu, Yunlan Xu, Cheng Chen. Preparation and Electrochemical Properties of $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{C}$ Anode Material by Facile Solid-state Reaction. *Solid State Ionics*, 2015, 276: 18-25.
- [2] Yonglong Zhang, Ziji Lin, Xuebu Hu, Ping Cao, Yaoqiong Wang. One-step Solid-state Synthesis of $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{C}$ with Low in Situ Carbon Content and High Rate Cycling Performance. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 2016, 20: 215-223.
- [3] Baohua Li, Feng Ning, Yan-Bing He, Hongda Du, Quan-Hong Yang, Jun Ma, Feiyu Kang, Chin-Tsau Hsu. Synthesis and Characterization of Long Life $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{C}$ Composite Using Amorphous TiO_2 Nanoparticles. *International Journal of Electrochemical Science*, 2011, 6: 3210-3223.