

锰铬硫化物/氮掺杂碳复合材料的制备及储锂性能研究综合实验设计

袁怡昊, 席艳杰, 王 静, 梁秋洁, 江瑞婷, 马 琳*

岭南师范学院化学化工学院, 广东 湛江

收稿日期: 2026年9月20日; 录用日期: 2026年10月17日; 发布日期: 2026年10月23日

摘 要

采用退火法制备了锰铬硫化物/氮掺杂碳纳米复合材料($\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$)。利用X射线单晶衍射仪、扫描电镜等进行材料结构表征, 利用电化学工作站、充放电仪等进行储锂性能测试。研究表明, 该材料具有稳定的分级多孔结构, 比表面积大, 活性位点多, 导电性强, 储锂性能优异。该综合化学实验涉及纳米材料制备、性能表征、锂离子电池组装及电化学性能测试多个环节, 涵盖领域丰富, 系统性强, 以培养学生综合能力为中心, 以提升综合素养为目标, 从广度和深度方面, 提升学生的综合实验能力和科研素养。

关键词

锰铬硫化物, 氮掺杂碳, 锂离子电池, 综合化学实验

Comprehensive Experimental Design for the Preparation and Lithium Storage Performance of Manganese-Chromium Sulfide/Nitrogen-Doped Carbon Composite Materials

Yihao Yuan, Yanjie Xi, Jing Wang, Qiujie Liang, Ruiting Jiang, Lin Ma*

School of Chemistry and Chemical Engineering, Lingnan Normal University,
Zhanjiang Guangdong

Received: September 20, 2026; accepted: October 17, 2026; published: October 23, 2026

*通讯作者。

文章引用: 袁怡昊, 席艳杰, 王静, 梁秋洁, 江瑞婷, 马琳. 锰铬硫化物/氮掺杂碳复合材料的制备及储锂性能研究综合实验设计[J]. 教育进展, 2026, 16(10): 1646-1657. DOI: 10.12677/ae.2026.16102271

Abstract

A manganese-chromium sulfide/nitrogen-doped carbon nanocomposite ($\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$) was synthesized via a facile annealing strategy. The material structure was systematically characterized by X-ray single-crystal diffractometry and scanning electron microscopy, while lithium-storage properties were evaluated through electrochemical workstation measurements and galvanostatic charge-discharge tests. The results demonstrate that the as-prepared composite features a stable hierarchical porous architecture, offering a large specific surface area, abundant active sites, superior electronic conductivity, and excellent lithium storage performance. This comprehensive chemical experiment integrates multiple key procedures, including nanomaterial fabrication, structural characterization, Lithium-ion battery assembly, and electrochemical performance evaluation, thus encompassing a wide range of research domains with strong systematic integrity. Designed to center on the cultivation of students' comprehensive experimental capabilities and the enhancement of their overall scientific literacy, this study significantly advances their integrated practical skills and research competence in both depth and breadth.

Keywords

Manganese-Chromium Sulfide, Nitrogen-Doped Carbon, Lithium-Ion Battery, Comprehensive Chemical Experiment

Copyright © 2026 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

在新工科建设和创新驱动发展战略的背景下,综合化学实验作为理工科人才培养的关键环节,其教学重点在于培养学生的综合实验能力,包括且不限于自主探究能力、多学科知识融合能力、解决复杂科学问题的能力以及创新思维能力。因此,构建具有前沿性、学科交叉性和综合挑战性的新型实验体系势在必行[1]。

教育部、国家发展改革委、国家能源局于2020年联合印发了《储能技术专业学科发展行动计划(2020—2024年)》¹,提出坚持服务需求、统筹规划,科教联动,产教融合的原则,加快培养储能领域“高精尖缺”人才,增强产业关键核心技术攻关和自主创新能力,以产教融合发展推动储能产业高质量发展。将储能相关实验引入高校专业实验课程,开展锂离子电池、电容器相关材料的制备及应用等储能技术相关实验课程,对培养具有储能相关背景的高校毕业生具有实践意义[2],也符合“双碳”背景下对人才的需求。

2019年教育部发布了《关于深化本科教育教学改革全面提高人才培养质量的意见》²,提出“推动科研反哺教学”的战略部署。意见明确指出,强化科研育人功能,推动高校及时把最新科研成果转化为教学内容,激发学生专业学习兴趣。该举措可激发学生对科研和专业知识的探索欲,培养学生的学术创新思维和探究精神[3][4]。

近年来,我校在储能技术、清洁能源等领域积累了一定的研究基础,在国内外期刊上发表了众多相

¹http://www.moe.gov.cn/srcsite/A08/s7056/202002/t20200210_419693.html

²http://www.moe.gov.cn/srcsite/A08/s7056/201910/t20191011_402759.html

关科研成果。通过这些前沿性的课题系统性地融入综合化学实验,可实现实验教学内容与学科前沿发展的动态协同,引导学生将理论知识与实践技能的深度融合[1],提升学生的实践能力和科研创新能力。

本综合实验首先通过退火法制备锰铬双金属硫化物/氮掺杂碳纳米复合材料($\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$),再将其组装成锂离子电池,测试电化学储锂性能。整个实验过程涉及无机化学、电化学、材料科学和纳米技术、仪器分析等领域,不仅可锻炼学生的实操能力,熟悉各类仪器的使用,更拓展了实验教学的广度与深度,加深了学生对科研全过程的理解,提高学生综合分析解决问题的能力,提升科研素养,为未来开展创新性研究提供必要的实践基础。

2. 实验部分

2.1. 实验目的

(1) 了解锰基硫化物、铬硫化物等纳米材料在电化学储能领域的研究进展。

(2) 熟悉 MnCr_2S_4 的结构及在电化学储能领域的研究现状。

(3) 掌握相关大型仪器表征的基本原理、基本构造及测试方法。

(4) 学会手套箱使用、锂离子电池组装及电化学性能测试过程。

(5) 熟悉从前期文献查阅、实验方案设计、实验操作、数据分析与处理、报告撰写的科研全流程,提高综合实验能力,提升科研素养。

2.2. 实验原理

MnCr_2S_4 是一种硫尖晶石化合物,具有立方尖晶石晶体结构,其中 Mn^{2+} 占据四面体 A 位, Cr^{3+} 占据八面体 B 位, S^{2-} 构成立方密堆积晶格[5]。共边 CrS_6 八面体与共角 MnS_4 四面体构筑成三维骨架,形成连续贯通的离子传输通道。

由于锰基硫化物理论容量高、环境友好、储量丰富、成本低廉,且具备优异的转化反应机制;铬硫化物禁带宽度窄,Cr 的多重 d 电子构型有利于电荷传输,理论上 MnCr_2S_4 应具备优异的储锂性能。但在实际循环过程中,易出现严重颗粒团聚与巨大体积变化,导致活性比表面积下降、材料粉化,容量偏低且衰减剧烈[6]。

碳材料是抑制颗粒团聚的理想载体,既能提升材料的活性比表面积与储锂位点,又可通过限域效应有效缓解体积膨胀、维持结构完整性。同时,碳材料的高导电性能够加速电子转移,降低电荷转移阻抗[7]。生物质基碳材料具有原料丰富可再生、成本低、环境友好等优点,且生物前驱体自带 N/S/P/O 等杂原子,可实现原位掺杂。蛋白胨是动物/植物蛋白经酶解或酸解得到的水溶性混合物,主要成分为多肽、寡肽、氨基酸及含氮化合物,是微生物培养基的重要氮源。

实验以蛋白胨为氮源和碳源,通过高温退火工艺制备了具有分层多孔结构的锰铬双金属硫化物-氮掺杂碳纳米复合材料 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 。该复合材料比表面积大,层状结构坚固,导电性好, MnCr_2S_4 纳米颗粒能很好地分散固定在碳片上,可有效缓解体积膨胀、维持结构稳定,加快电子传递速率,显著增强储锂性能。

2.3. 实验仪器与试剂

2.3.1. 实验仪器

X 射线单晶衍射仪(XRD, D8 QUEST)、扫描电子显微镜(SEM, Helios 5 EXL)、透射电子显微镜(TEM, JEM 2100F)、比表面和孔隙分析仪(BET, Micromeritics BET 3Flex)、热重分析仪(TGA, ISI STA-1500)、冷冻干燥机(FD-1A-50, 北京博医康)、管式炉(SK-G06123K, 天津中环)、电化学工作站(CHI 760E, 上海辰

华)、充放电仪(CT-2001A, LAND)。

2.3.2. 实验试剂

硫酸锰、氯化铬、硫脲、蛋白胨、N-甲基吡咯烷酮(分析纯)、聚偏氟乙烯、聚丙烯隔膜(Celgard 2100)、 $1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 六氟磷酸锂(LiPF_6)与碳酸乙烯酯/碳酸二乙酯的(EC/DMC)混合溶液(电池级)、导电炭黑(super P)。

2.4. 实验步骤

2.4.1. $\text{MnCr}_2\text{S}_4\text{@NC}$ 和 MnCr_2S_4 样品的制备

将 0.5 mmol 硫酸锰、 1.0 mmol 氯化铬、 5.0 mmol 硫脲、 1.2 g 蛋白胨、 6.0 g 氯化钠依次加入到 50 mL 超纯水中,连续搅拌至完全溶解,经 12 h 冷冻干燥,得到干燥粉末。在氮气气氛下,以硫脲为硫化剂,按照 $5^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 的升温速率,逐渐升温至 750°C ,焙烧硫化 2 h 。多次洗涤去除残留可溶性杂质后,将 $\text{MnCr}_2\text{S}_4\text{@NC}$ 复合材料于 80°C 下真空干燥过夜。为进行对照,将硫酸锰和氯化铬的混合物(锰铬摩尔比为 $1:2$)直接进行退火和硫化,得到纯 MnCr_2S_4 样品。

2.4.2. $\text{MnCr}_2\text{S}_4\text{@NC}$ 和 MnCr_2S_4 电极的制备

将活性物质($\text{MnCr}_2\text{S}_4\text{@NC}$ 或 MnCr_2S_4)、聚偏氟乙烯(PVDF)与炭黑按质量比 $70:15:15$ 分散于 N-甲基吡咯烷酮(NMP)中,充分混合制得均匀浆料。将浆料均匀涂覆在铜集流体上,经干燥、辊压后制得工作电极。

2.4.3. 锂离子电池的组装及性能测试

采用 CR2025 型扣式电池,在充满氩气的手套箱中组装锂离子电池。以溶解于体积比为 $1:1$ 的碳酸乙烯酯(EC)与碳酸二甲酯(DMC)混合溶液的 1 mol/L 六氟磷酸锂(LiPF_6)溶液为电解液,采用 Celgard 2400 型隔膜,以金属锂片作为对电极,自下而上进行电池组装。在蓝电 CT-2001A 充放电仪上进行恒流充放电(GCD)测试,在辰华 CHI 760E 电化学工作站上进行循环伏安(CV)测试。

3. 结果与讨论

3.1. 结构及形貌分析

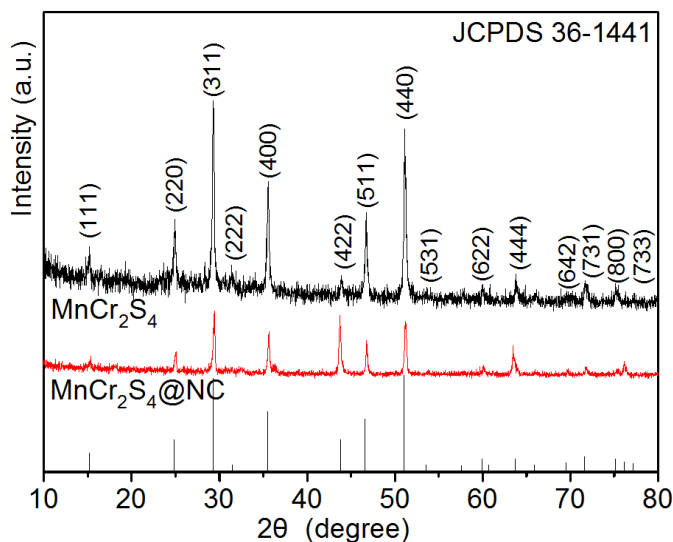


Figure 1. Powder X-ray diffraction spectra of bare MnCr_2S_4 and $\text{MnCr}_2\text{S}_4\text{@NC}$

图 1. MnCr_2S_4 与 $\text{MnCr}_2\text{S}_4\text{@NC}$ 的 X 射线粉末衍射图

图1为纯 MnCr_2S_4 与 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 复合材料的 X 射线衍射图。两者呈现相似的特征衍射峰,与立方相 MnCr_2S_4 的标准卡片(PDF 卡片号:36-1441)特征峰吻合。图中未看到 Cr_2S_3 或 MnS 等杂质的衍射信号,表明合成的材料是纯相 MnCr_2S_4 。 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 的衍射峰强度比纯 MnCr_2S_4 略低,表明在合成过程中,加入的碳组分可能对 MnCr_2S_4 的晶体生长产生抑制作用。

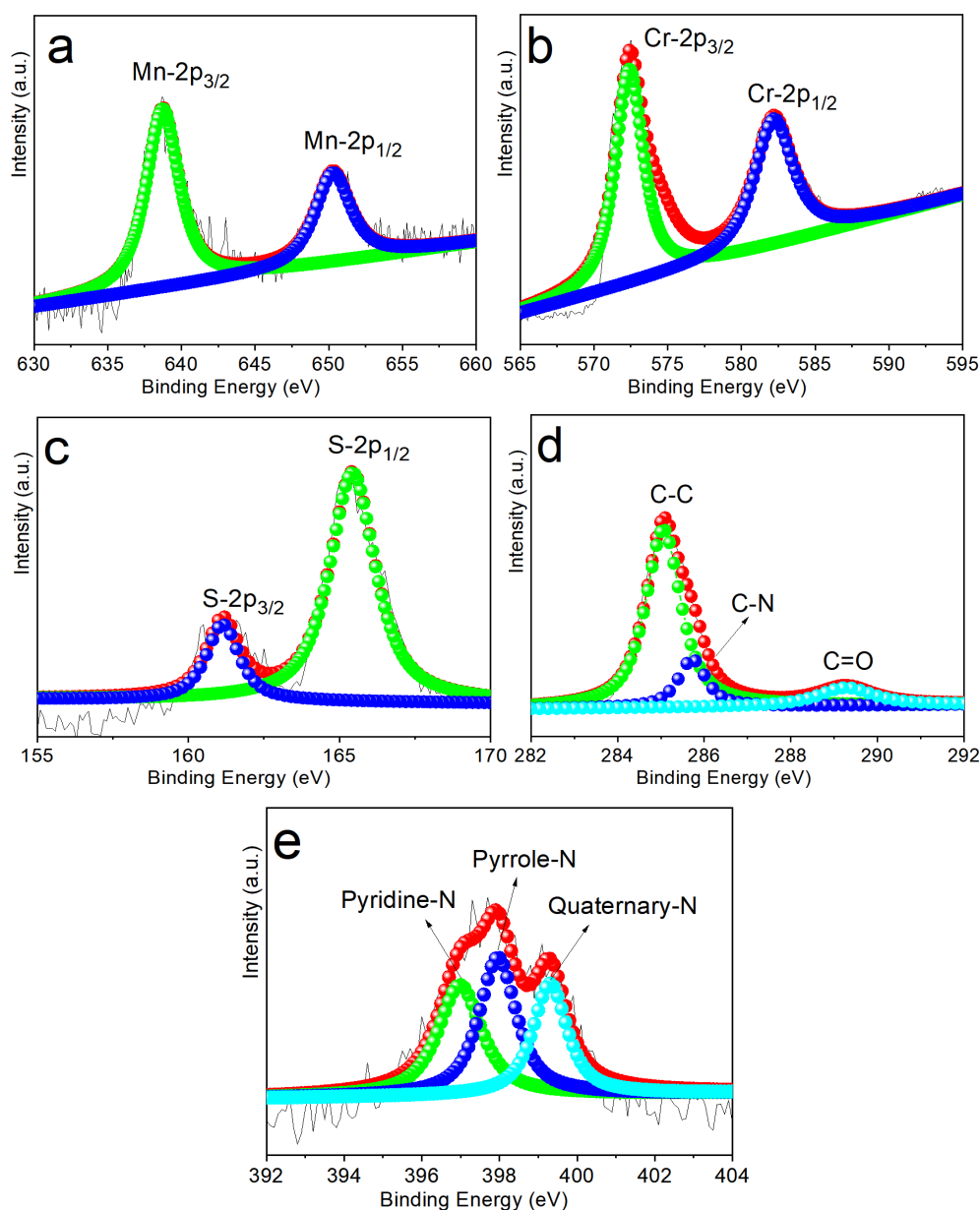


Figure 2. X-ray photoelectron spectroscopy spectra of $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$. (a) Mn-2p; (b) Cr-2p; (c) S-2p; (d) C-1s and (e) N-1s
图 2. $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 的 X 射线光电子能谱图(XPS): (a) Mn-2p; (b) Cr-2p; (c) S-2p; (d) C-1s; (e) N-1s

图2为 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 的 XPS 谱。图2(a)中 Mn 的 2p 谱由位于 638.68 eV、650.24 eV 处的两个峰组成,分别对应 Mn^{2+} 的 $2p_{3/2}$ 和 $2p_{1/2}$ 自旋轨道态。图2(b)为 Cr 2p 谱,位于 572.40 eV 和 582.20 eV 处的峰分别对应 Cr^{3+} 的 $2p_{3/2}$ 和 $2p_{1/2}$ 两个特征态。图2(c)中 S 2p 谱由两个峰组成,161.13 eV 处的 $\text{S}^{2-} 2p_{1/2}$ 峰,及 165.39 eV 处 $\text{S}_2^{2-} 2p_{1/2}$ 峰。图2(d)中 C 1s 谱由位于 285.04 eV、285.68 eV、289.30 eV 处的三个峰组成,

分别代表 C-C、C-N、C=O 键的结合能。图 2(e) 中 N 1s 谱呈现三个特征峰，分别对应 396.98 eV 处的吡啶氮、397.94 eV 处的吡咯氮，以及 400.82 eV 处的季铵氮。

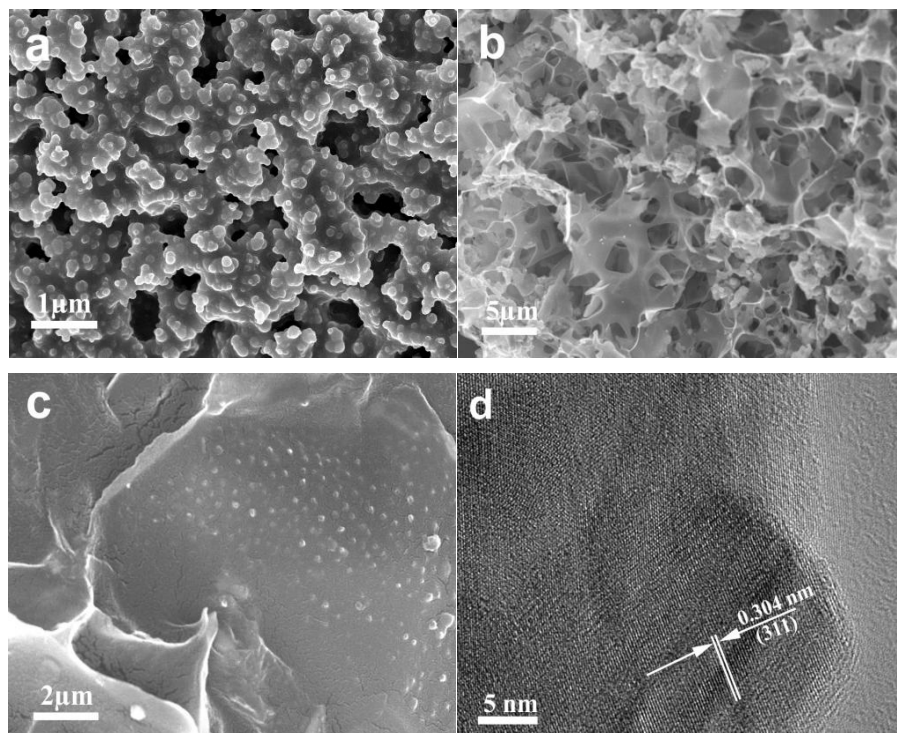


Figure 3. Scanning electron microscope image (SEM) (a) MnCr_2S_4 ; (b, c) $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$; High-resolution transmission electron microscope image (HRTEM) (d) $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$
图 3. 扫描电镜图(SEM) (a) MnCr_2S_4 ; (b, c) $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$; 高分辨透射电镜图(HRTEM) (d) $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$

图 3(a) 为纯 MnCr_2S_4 的 SEM 图。图中 MnCr_2S_4 由大量纳米颗粒团聚而成，颗粒形貌、尺寸不规则。图 3(b) 和图 3(c) 为 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 复合材料的 SEM 图。图 2(b) 中可看到相互交联的碳片，材料呈现出分级多孔结构。图 3(c) 中可清晰看到 MnCr_2S_4 纳米颗粒均匀分布在碳片表面。图 3(d) 的高倍透射电镜图中可看到 MnCr_2S_4 的晶格结构，晶格条纹间距约为 0.304 nm，该数值与材料(311)晶面的晶面间距相匹配。

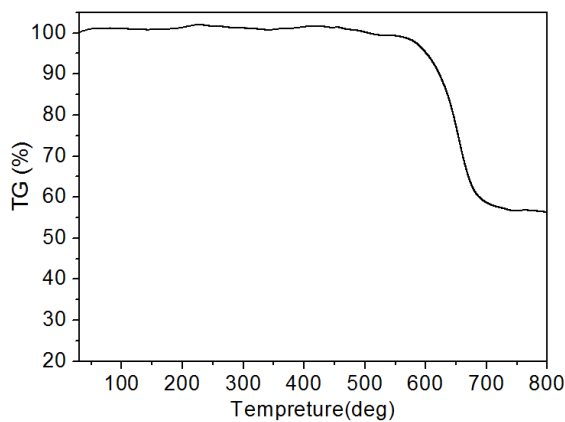


Figure 4. TGA thermogram of $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ composite
图 4. $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 复合材料的热重曲线图

图4为 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 复合材料的热重曲线(TGA), 整个测试过程在空气气氛下进行。通过热重分析可测定复合材料中 MnCr_2S_4 的含量。温度低于 550°C 时, 材料失重较少, 轻微的失重主要来自吸附水的去除和表面的轻微氧化。当温度达到 $600^\circ\text{C}\sim 750^\circ\text{C}$ 时, 质量明显下降, 此过程主要与 MnCr_2S_4 完全转化为锰和铬氧化物, 以及煅烧过程中碳质材料氧化为 CO_2 有关。当温度继续升高时, 质量基本不变。根据 TGA 数据, 以及 MnCr_2S_4 氧化生成 MnO_2 、 Cr_2O_3 、 SO_3 的反应过程质量损失(每摩尔约损失 48 g), 估算出 MnCr_2S_4 含量约为 66.49 wt%。

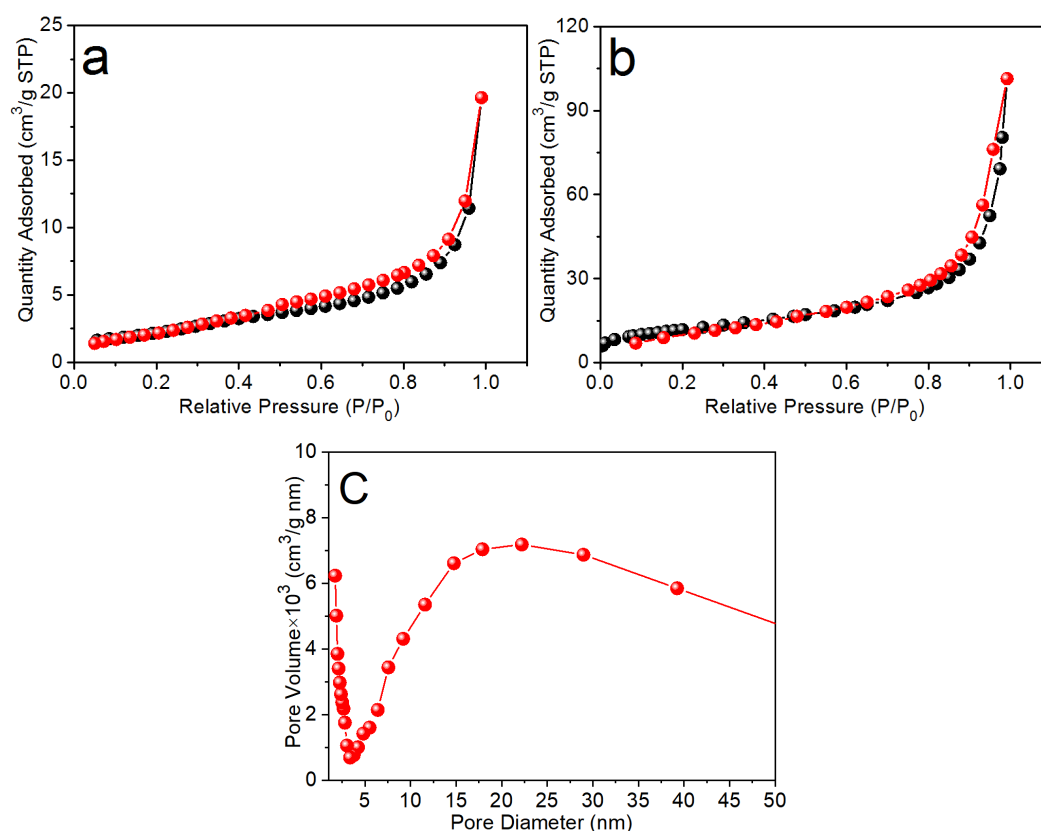


Figure 5. Isothermal nitrogen adsorption-desorption curves of (a) MnCr_2S_4 ; (b) $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$; (c) Pore Size distribution of $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$

图 5. 氮气吸-脱附等温曲线 (a) MnCr_2S_4 ; (b) $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$; (c) $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 孔径分布图

图5(a)和图5(b)分别为 MnCr_2S_4 和 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 的氮气吸-脱附等温线。两者均呈IV型吸脱附曲线, 在相对压力 P/P_0 0.6~1.0 范围内存在滞回线, 表明材料存在介孔结构。采用 BET 法求得 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 的表面积为 $40.7\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$, 远超过纯 MnCr_2S_4 的 $8.4\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ 。图5(c)为 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 的孔径分布图。材料以介孔为主, 微孔占比低, 主要孔径分布在 15~35 nm, 最可几孔径为 22 nm。表面积的增长有利于离子的快速传递, 为锂离子的存储提供丰富的活性位点, 较宽的孔径跨度又能降低传质阻力, 从而提高了复合材料的电化学储锂性能。

3.2. 电化学性能评价

图6(a)为 $0.5\text{ mV}\cdot\text{s}^{-1}$ 扫速下 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 电极的前三圈 CV 曲线。1.13 V 和 0.58 V 处有两个明显的阴极峰, 分别对应锂化形成 $\text{Li}_x\text{MnCr}_2\text{S}_4$, MnCr_2S_4 生成金属 Mn、Cr 和 Li_2S 的转化反应, 以及 SEI 膜的形成过程。1.90 V 和 2.37 V 处有 2 个阳极峰, 分别对应于阴极的反向转换过程, 以及 MnCr_2S_4 的再生过

程。第 2, 3 圈相似的 CV 曲线表明了电极过程具有优异的电化学可逆性。

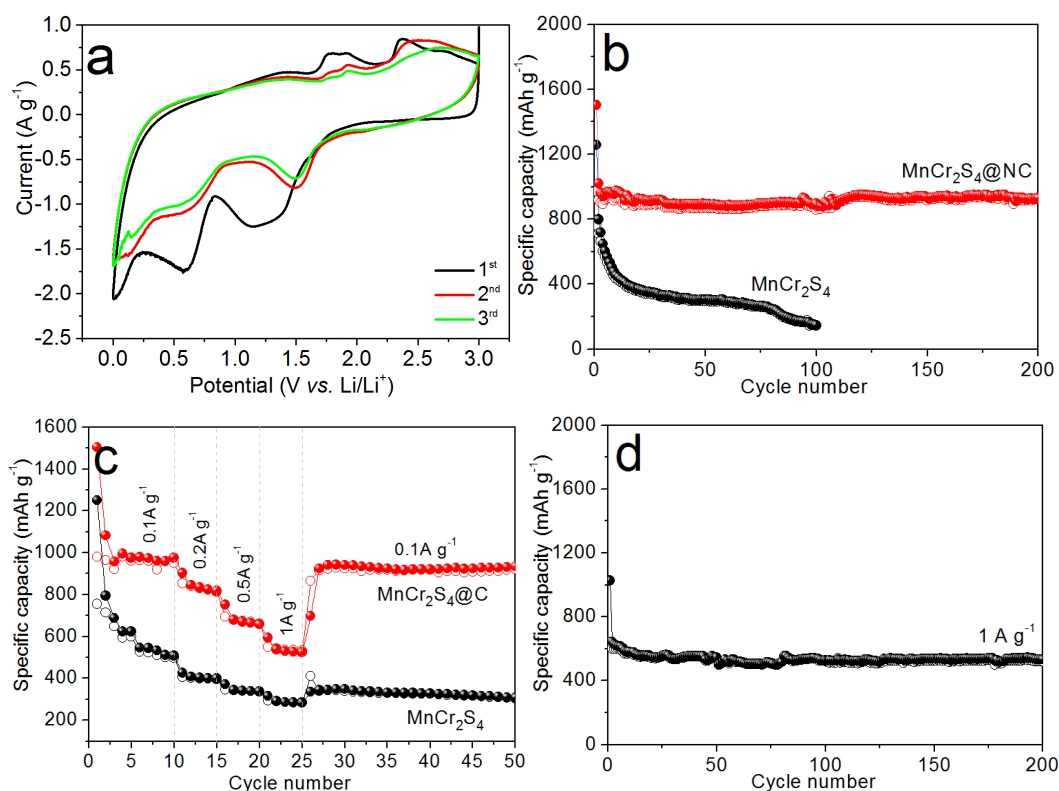


Figure 6. (a) The first three cyclic voltammetry cycles of MnCr₂S₄@NC electrodes; (b) Long-term cycling stability test; (c) Rate capability test; (d) Cycling durability of MnCr₂S₄@NC electrode

图 6. (a) MnCr₂S₄@NC 电极前三圈循环伏安曲线; (b) 循环稳定性测试; (c) 倍率性能测试; (d) MnCr₂S₄@NC 电极循环耐久性测试

图 6(b)为两电极在 $0.1 \text{ A} \cdot \text{g}^{-1}$ 电流密度下的循环性能测试。由图可知, 纯 MnCr₂S₄ 电极容量衰减严重, 尽管初始放电/充电容量较高($1257.4/761.8 \text{ mAh} \cdot \text{g}^{-1}$), 但经过 100 次循环后, 其充电容量仅剩余 $144.0 \text{ mAh} \cdot \text{g}^{-1}$ 。与之相比, MnCr₂S₄@NC 电极的循环稳定性能优异, 初始放电/充电容量为 $1501.9/971.7 \text{ mAh} \cdot \text{g}^{-1}$, 初始库仑效率达到 64.7%, 从第 3 圈开始库仑效率迅速提升至 93% 以上; 经过 100 次循环后, 仍可达到 $924.8 \text{ mAh} \cdot \text{g}^{-1}$ 的高储锂容量。

图 6(c)为不同电流密度下电极的倍率性能测试。MnCr₂S₄ 电极倍率性能较差, 在 0.2、0.5、 $1 \text{ A} \cdot \text{g}^{-1}$ 电流密度下, 可逆容量仅为 400.2 、 340.7 、 $288.1 \text{ mAh} \cdot \text{g}^{-1}$ 。同等条件下, MnCr₂S₄@NC 电极可达到 831.4 、 675.6 、 $538.3 \text{ mAh} \cdot \text{g}^{-1}$ 的高容量, 且当电流密度恢复至初始值时, 容量仍保持在较高水平。

图 6(d)为 $1 \text{ A} \cdot \text{g}^{-1}$ 电流密度下 MnCr₂S₄@NC 电极的循环稳定性测试。电极在大电流密度下仍表现出优异的循环稳定性, 经 200 次循环后, 仍保持 $520.7 \text{ mAh} \cdot \text{g}^{-1}$ 的容量。

图 6 的一系列电化学性能测试结果表明, 相较于纯 MnCr₂S₄ 电极, MnCr₂S₄@NC 电极的循环稳定性与倍率性能均得到显著提升, 可能与其稳定的分级多孔结构, 以及 MnCr₂S₄ 与导电碳基体之间的协同效应相关。

图 7 的测试进一步研究了 MnCr₂S₄ 和 MnCr₂S₄@NC 电极的反应动力学过程。图 7(a)、图 7(b)为循环 50 圈后、不同扫速下的 CV 曲线。一般而言, 由表面控制型电容过程产生的响应电流 i 与扫描速率 v 呈线性相关, 对应关系式见公式(1)。

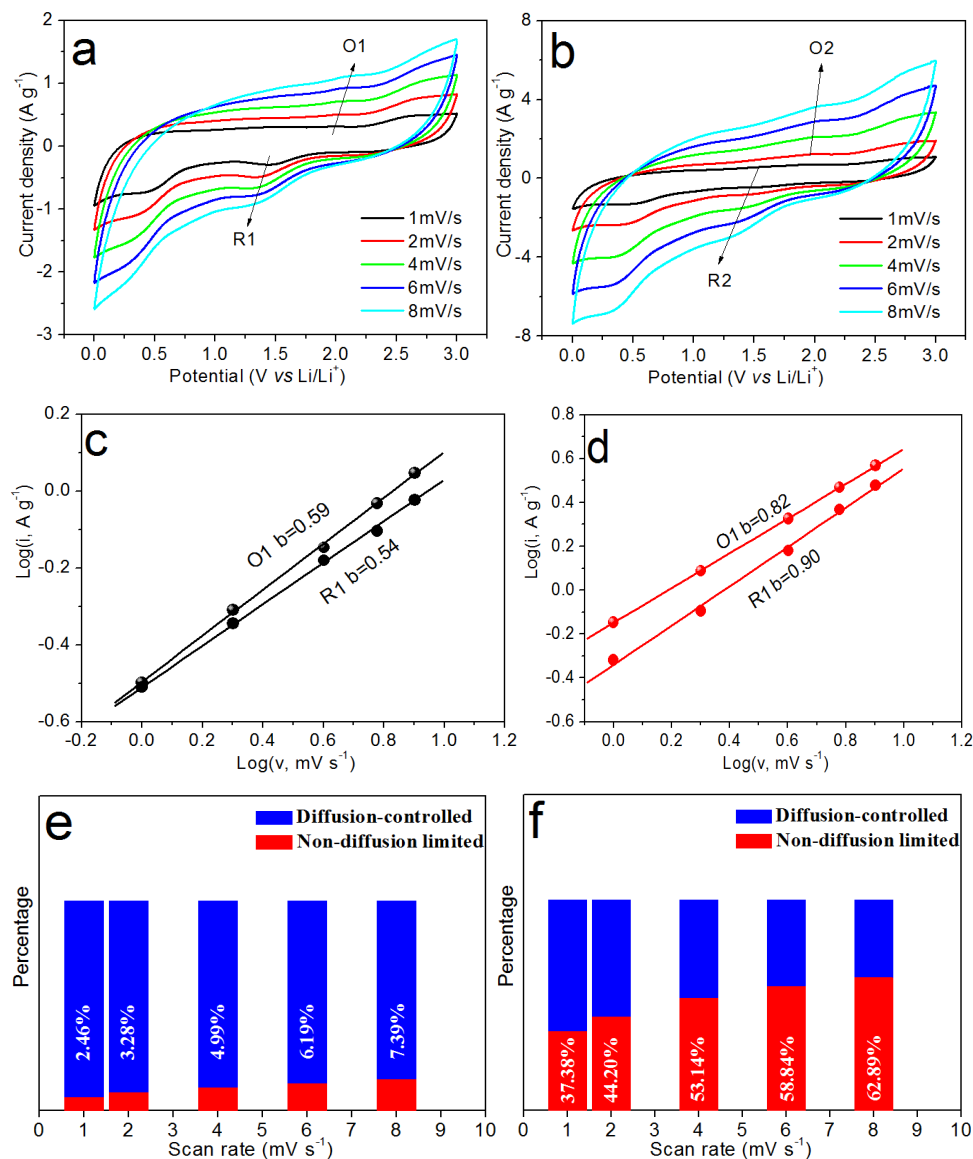


Figure 7. Electrode cyclic voltammetry curves (a) MnCr₂S₄; (b) MnCr₂S₄@NC; The linear correlation coefficient b ; (c) MnCr₂S₄; (d) MnCr₂S₄@NC; Bar chart of capacitance contribution ratio (e) MnCr₂S₄; (f) MnCr₂S₄@NC

图 7. 电极循环伏安曲线 (a) MnCr₂S₄; (b) MnCr₂S₄@NC; $\log i$ 与 $\log v$ 线性相关系数 b ; (c) MnCr₂S₄; (d) MnCr₂S₄@NC; 电容贡献比例柱状图 (e) MnCr₂S₄; (f) MnCr₂S₄@NC

$$i = av^b \quad (1)$$

b 值与反应动力学过程密切相关。若电化学反应主要受扩散过程控制, b 值趋近于 0.5; 若受电容效应主导, 则 b 值趋近于 1。以峰值电流 i 对扫描速率 v 取对数作图可得到一条直线, 直线的斜率即为 b 值, 结果如图 7(c)、图 7(d)所示。纯 MnCr₂S₄ 电极过程的 b 值接近 0.5, 说明其电化学行为由扩散过程主导; 而 MnCr₂S₄@NC 电极过程的 b 值接近 1.0, 表明该电极的电化学反应受电容控制。

$$i = k_1 v + k_2 v^{0.5} \quad (2)$$

公式(2)可用于计算电容行为贡献的比例。式中, $k_1 v$ 的值代表由电容行为控制的电化学过程引起的电流。在固定电位下, k_1 和 k_2 为固定值。图 7(e)、图 7(f)为不同扫速下, MnCr₂S₄ 和 MnCr₂S₄@NC 电极的电容

行为所引起的电流贡献比例。由图可知，相较于 MnCr_2S_4 ， $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 表现出更高的电容贡献比例，可能与其拥有更大的比表面积，能实现更多电容型电荷存储有关。

4. 实验安排

本实验是一个综合性化学实验，实验内容包括纳米材料制备、电极制备、电池组装、结构表征、电化学测试等内容，整个实验过程涵盖多个环节，能培养学生的综合能力，提升科研素养。本综合实验设计总学时为 16 学时，以 20 人左右小班模式开展，2~3 人为一个小组。实验整体耗时较长，实验过程需时刻遵守实验操作规范，佩戴安全防护装备，同时确保实验环境通风，并妥善处理实验废弃物，保障实验的安全进行[8]。该综合化学实验的具体安排见表 1。

Table 1. Comprehensive chemistry experiment teaching arrangement
表 1. 综合化学实验教学安排

实验安排	实验学时/h	教学效果
实验开始前的集中讲解	2	了解研究背景、材料制备及电化学测试过程及注意事项、明确实验报告撰写要求。
制备 MnCr_2S_4 和 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 复合材料	4	完成 MnCr_2S_4 和 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 复合材料的制备过程，得到 MnCr_2S_4 和 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 复合材料。
MnCr_2S_4 和 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 复合材料的测试、表征	4	通过讲解及部分实操，进一步熟悉大型表征仪器的原理、构造及测试过程，完成材料的表征。
电极制备、手套箱使用及锂离子电池组装	2	制备 MnCr_2S_4 和 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 电极，掌握手套箱的使用，完成相关电池的组装。
电化学性能测试	4	完成 MnCr_2S_4 和 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 的电池性能测试。

5. 实验教学过程

为克服传统教学模式的弊端，充分发挥学生的主观能动性，让学生对整个实验过程进行深度思考并积极参与到实验中来，实验过程采用了线上 - 线下混合教学模式[9]。同时，基于成果导向教育(OBE)理念，设定了实验的三维教学目标(见表 2)。整个教学过程分为前、中、后三个阶段，逐层递进地培养学生的知识建构能力、动手操作能力和科学思辨能力。

Table 2. Three-dimensional teaching objectives for comprehensive chemistry experiment
表 2. 综合化学实验三维教学目标

目标维度	具体内容	对应环节
知识目标	掌握锂离子电池的构成、充放电原理、正负极材料特性等；熟悉 XRD、SEM、电化学工作站等仪器的工作原理及使用。	线上预习、课堂讲授
技能目标	独立完成纳米材料合成、电极浆料配制、涂布、扣式电池组装及封口过程；能熟练操作手套箱及电化学测试软件，并能运用 Origin 软件处理分析充放电数据。	线下实操、数据处理
素养目标	培养安全规范意识、团队协作精神、提升综合实验能力和科研素养。	全程渗透、小组协作

实验开始前，教师通过线上平台(如学习通等)发布“任务包”，让学生自主查阅文献资料，了解锂离子电池相关技术背景，行业动态，学习实验相关理论知识，了解相关大型表征仪器的实验原理。提前上传手套箱使用、电极制备等线上操作视频，让学生在实验前提前熟悉。

实验过程中，由于涉及操作及环节较多，以小组协作的方式共同完成实验。有意识地引导学生思考

各个环节的合理性及各学科之间的联系。指导学生按照实验过程，有条不紊地进行实验，准确记录实验现象及实验数据，观察并及时反馈异常情况。对实验过程中遇到的问题，鼓励学生先通过思考、集体讨论等方式自行进行解决，而非直接给予答案，锻炼学生的独立分析与思考能力。

实验结束后，督促学生梳理整个实验流程，对实验原始数据和结果进行整理、分析及讨论。对于实验失败的小组(如电池无电压、电压过低等)，需总结失败原因，必要时重新进行实验。最终，学生以科技论文的形式撰写“实验报告”并提交，教师参照实验前的预习环节表现、实验中的实操过程表现、以及最终提交论文的完整性与准确性等综合表现对学生进行多维度综合评价。具体评价标准见表 3。

Table 3. Comprehensive chemistry experiment course evaluation criteria
表 3. 综合化学实验课程评价标准

评价维度	评分细则	权重占比	
过程性评价	预习完成度：完成文献查阅、实验相关预习和手套箱、电池组装等操作视频观看，能结合热力学/动力学进行分析，提出实验操作过程的关键点和注意事项。	15%	60%
	操作规范性：完成材料合成、电极制备、电池组装和性能测试等一系列操作，得到合理的实验数据。	30%	
	团队协作与异常情况处理：小组内部能合理分工、互相配合，完成实验全过程，面对意外或突发情况，可及时应对处理。	15%	
结果性评价	报告完成度：实验报告(论文)能按时提交，内容完整、数据充分、结果分析与讨论合理，并能针对整个过程进行总结反思。	40%	

6. 教学成效

以该课题作为综合实验内容引入教学中，成效明显。由于实验组装的锂离子电池与日常生活贴近，激发了学生的兴趣。通过对参与过该实验的学生进行访谈，收到了大量学生的正向反馈。约 87%的学生认为“该实验贴近生活，显著提升了学习兴趣”，相比传统验证性实验(如酸碱滴定等)的认可度(约 60%)大幅提升。此外，实验涉及大型仪器表征及锂电池组装等环节，约 73%的学生表示在此实验前从未接触过 XRD、SEM、真空手套箱等大型仪器，与基础实验接触内容大有不同，学生兴趣浓厚，学习自觉性、主动性也有很大提高。同时，由于是小组实验，组内成员合理分工，齐心协力，团队协作能力也得到提升。已有学生通过综合实验，进而后续进行毕业设计相关课题，并在 SCI 期刊发表了相关论文，学生的综合能力和科研素养得到了培养和提升。整个过程不仅完成了知识的传授，也验证了研究型教学模式在理工科实验教学中的优越性和可操作性。

7. 结论

本综合实验以蛋白脲为氮源和碳源，采用高温退火方法制备了具有分层多孔结构的 $\text{MnCr}_2\text{S}_4@\text{NC}$ 三元复合材料。该复合材料比表面积大，层状结构坚固，导电性好，储锂性能优异。整个综合化学实验内容丰富，操作简单易行，涉及多门学科交叉与多种大型仪器表征，可充分锻炼学生的实操能力，引导学生将理论知识与实践技能融合，激发自主探究意识，提升科研能力与创新素养。同时，将前沿综合性实验项目引入综合实验教学体系中，可实现实验教学内容与学科前沿发展的动态协同。此外，通过实验的开展，学生可对储能技术、新能源行业有一定了解，对今后的择业、就业也具有一定的指引和帮助。

基金项目

广东省本科高校教学质量与教学改革工程项目(JG2025-XG-0603-015)；岭南师范学院校级教育教学改革项目(LSJG2427)；岭南师范学院校级教育教学改革项目(LSJG2528)；广东省研究生教育创新计划项

目(2026JGXM_135); 湛江市非资助科技攻关计划项目(2025B01112)。

参考文献

- [1] 邱培瑞, 曾宪赞, 唐恪涵, 等. 铈铅卤钙钛矿量子点的可控合成及材料表征——一个综合化学实验[J]. 大学化学, 2026, 41(6): 395-403.
- [2] 郝一达, 乔丹, 孙琦, 等. 本科生综合化学实验设计: 水系锌离子电池组装与测试[J]. 化学教育, 2024, 45(4): 47-53.
- [3] 龙姿, 李巨峰, 唐智和, 等. 钙钛矿纳米材料的微波辐照制备及性能表征综合化学实验[J]. 化学教育, 2022, 43(16): 86-91.
- [4] 钟江, 余滢滢, 吴学琦, 等. 以研促教: 基于可逆 Diels-Alder 键的自修复聚氨酯的制备在分子化学综合实验教学中的应用[J]. 化学教育, 2023, 44(16): 53-58.
- [5] Isa, J., Ma, C. and Rubin, A.E. (2016) Joegoldsteinite: A New Sulfide Mineral (MnCr_2S_4) from the Social Circle IVA Iron Meteorite. *American Mineralogist*, **101**, 1217-1221. <https://doi.org/10.2138/am-2016-5594>
- [6] Zhang, P., Wang, Z., He, Z., Zhang, D., Wang, J. and Zhao, Y. (2025) Research Strategy of Transition Metal Sulfide-Based Composite Materials in Sodium-Ion Batteries Anodes: Heterostructure and Theoretical Calculation. *Composites Part B: Engineering*, **303**, Article 112564. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2025.112564>
- [7] Wang, S., Qu, C., Wen, J., Wang, C., Ma, X., Yang, Y., *et al.* (2024) Progress of Transition Metal Sulfides Used as Lithium-Ion Battery Anodes. *Materials Chemistry Frontiers*, **7**, 2779-2808. <https://doi.org/10.1039/d2qm01200f>
- [8] 钟均星, 陈敏嫦, 林景鸿, 等. 综合化学实验: 碳基钙钛矿太阳能电池驱动小风扇创新实验设计与实践[J]. 化学教育, 2025, 46(6): 42-47.
- [9] 孙四娟, 赵家婷, 袁云兰, 等. 综合化学实验: DNA8-分支纳米结构的制备及表征[J]. 化学教育, 2024, 45(2): 59-65.