



材料学专业 实验教程

徐群杰 葛红花 李巧霞 等编著

CAILIAOXUE
ZHUANYE
SHIYAN
JIAOCHENG



化学工业出版社

材料学专业实验教程

徐群杰 葛红花 李巧霞 等编著



化学工业出版社

·北京·

本书内容涵盖材料类专业的专业基础课程及主要专业课程的基础实验, 主要包括: 材料学、材料化学、材料腐蚀与防护、材料电化学、材料制备与加工、材料表面技术、材料测试方法、化学电源、高分子材料、纳米材料等十几门课程的 40 多个实验。编排上, 以专业基础课与专业主干课程实验为主体, 突出体现各类材料的制备、测试、表征与性能等之间的内在联系, 实验包括实验目的、实验原理、实验仪器和试剂、实验步骤、实验数据处理、思考题等内容。同时为了培养学生的实践动手能力与创新能力, 还编写了 50 个综合性与设计性实验, 选用本书时可根据实际教学需要加以取舍。

本书可作为材料类专业如材料科学与工程、材料化学及其他相关专业的本科生与研究生实验教学用书, 也可供有关教师和从事材料类的工程技术人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

材料学专业实验教程/徐群杰, 葛红花, 李巧霞等编著.
北京: 化学工业出版社, 2012. 10
ISBN 978-7-122-15100-1

I. ①材… II. ①徐…②葛…③李… III. ①工程材料-材料
试验-高等学校-教材 IV. ①TB302
中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 192354 号

责任编辑: 袁海燕
责任校对: 边 涛

装帧设计: 王晓宇

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: 北京云浩印刷有限责任公司
787mm×1092mm 1/16 印张 13 $\frac{3}{4}$ 字数 342 千字 2013 年 1 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: 38.00 元

版权所有 违者必究

前 言

随着当今社会的发展，材料技术对社会的影响显得越发重要。材料学相关专业人才的培养要求也不断提高，特别是有关学生创新能力与实践动手能力的培养更是当今各高校学生培养的重点。

本书内容涵盖材料类专业的专业基础课程及主要专业课程的基础实验，主要包括：材料学、材料化学、材料腐蚀与防护、材料电化学、材料制备与加工、材料表面技术、材料测试方法、化学电源、高分子材料、纳米材料等十几门课程的 40 多个实验。在实验内容的编排上，以专业基础课与专业主干课程实验为主体，突出体现各类材料的制备、测试、表征与性能等之间的内在联系，实验包括实验目的、实验原理、实验仪器和试剂、实验步骤、实验数据处理、思考题等内容。同时为了培养学生的实践动手能力与创新能力，还编写了 50 个以提高学生综合能力为主的综合性与设计性实验，选用本书时可根据实际教学需要加以取舍。

本书在内容的编排上既有材料学各专业的基础性实验又有大量综合性、设计性实验，同时又考虑了该书的科学性与系统性，从广度与深度上都作了精心安排，相信通过该教程内容的实施对培养学生的实践动手能力与创新能力会起到较好的作用。

本书由上海电力学院材料学科相关教师集中编写，其中徐群杰教授负责实验 50，56~58，61，82~93 等 17 个实验的编写；葛红花教授负责实验 11~16，59，60，63 等 9 个实验的编写；李巧霞副教授负责实验 5，6，43~45，51~55 等 10 个实验的编写；赵玉增副教授负责实验 22~27，29~35，62，70 等 15 个实验的编写；张俊喜教授负责实验 7，77~80 等 5 个实验的编写；姚伟峰教授负责实验 46，68，69，81 等 4 个实验的编写；王保峰副教授负责实验 1~4，39，41，48，73 等 8 个实验的编写；曾涛副教授负责实验 40，42，47，49，72，74 等 6 个实验的编写；高立新副教授负责实验 28，36~38，66，67 等 6 个实验的编写；孟新静老师负责实验 8~10，17，18 等 5 个实验的编写；任平老师负责实验 19~21，71，75，76 等 6 个实验的编写；云虹老师负责实验 64，65 等 2 个实验的编写。全书由徐群杰和李巧霞统稿。

该书也是上海市重点教学改革项目和上海市教委 085 工程项目的研究成果，得到了上海市教育委员会的资助，在此表示感谢。

书中的分子量系指相对分子质量，在此特别说明，望广大读者留意。

由于作者水平有限，在编写过程中如有不当之处，敬请批评指正。

编者
2012 年 7 月

目 录

实验 1	线性电位扫描法测定镍在硫酸溶液中的钝化行为	1
实验 2	电极反应动力学参数的测定	4
实验 3	测定铁在氯化钠溶液中的交流阻抗	6
实验 4	恒电流法测稳态极化曲线	8
实验 5	电化学试验准备实验	10
实验 6	电镀铜工作站处理金属表面实验	11
实验 7	电铸铜基本工艺	14
实验 8	涂漆电极自腐蚀电位的测定	18
实验 9	涂层耐蚀性能的研究——极化曲线法	20
实验 10	涂层耐蚀性能的研究——电化学阻抗谱法	22
实验 11	重量法测定金属的腐蚀速率	24
实验 12	用线性极化法测量金属的腐蚀速率	26
实验 13	综合腐蚀实验	29
实验 14	阳极钝化曲线测量及分析	32
实验 15	设计性实验——铜管凝汽器缓蚀剂筛选	35
实验 16	电偶腐蚀速率的测量	36
实验 17	溶液吸附法测定硅胶的比表面积	38
实验 18	材料硬度测定实验	40
实验 19	涂料黏度的测定	42
实验 20	漆膜的制备实验	44
实验 21	涂膜厚度及附着力的测定	46
实验 22	乙酸乙烯酯的溶液聚合	49
实验 23	苯乙烯的悬浮聚合	51
实验 24	乙酸乙烯酯的乳液聚合	53
实验 25	甲基丙烯酸甲酯的本体聚合	54
实验 26	凝胶色谱测试聚合物分子量分布	56
实验 27	苯乙烯的阴离子聚合	58
实验 28	苯乙烯的分散聚合	60
实验 29	低聚水溶性壳聚糖的制备及黏均分子量的测定	62
	附录：黏度法测定聚合物分子量	64
实验 30	甲基丙烯酸甲酯的原子转移自由基聚合	67
实验 31	偏光显微镜测定聚合物球晶半径	69
实验 32	膨胀计法测定聚合反应速率	71
实验 33	导电聚合物的制备与测试	73
实验 34	红外光推测聚合物分子结构	75
实验 35	材料热分析	78

实验 36	热塑性塑料挤出造粒实验	83
实验 37	热塑性塑料注射成型	86
实验 38	聚乙烯醇缩甲醛的制备	90
实验 39	玻璃化学稳定性的测定	92
实验 40	膨胀计法测定玻璃化温度	96
实验 41	二组分简单共熔体系相图的绘制	98
实验 42	金相显微镜的使用与碳钢平衡组织的观察	101
实验 43	化学气相沉积 (CVD) 实验	105
实验 44	样品的扫描电镜形貌观察及表面元素分析	107
实验 45	X 射线衍射物相定性分析	110
实验 46	二氧化钛光催化性能的测试	114
实验 47	锆钛酸铅 (PZT) 压电陶瓷的制备	117
实验 48	锂离子电池正极材料 LiCoO_2 的制备和结构表征	121
实验 49	锂离子电池正极材料磷酸铁锂的电化学表征方法	123
实验 50	固相法制备锂离子电池正极材料 $[\text{LiNi}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_2]$ 的性能研究	126
实验 51	Pd-Ni 合金对乙醇催化氧化性能的研究	130
实验 52	Pd-Sn 合金对乙醇催化氧化性能的研究	132
实验 53	Pt-Co 二元催化材料的制备与表征	134
实验 54	Pt-Fe 二元催化材料的制备与表征	136
实验 55	直接乙醇燃料电池 Pd 基催化剂的研究	138
实验 56	二乙基二硫代氨基甲酸钠对黄铜的缓蚀性能的研究	141
实验 57	聚环氧琥珀酸对白铜 B10 在 3% NaCl 溶液中的缓蚀作用研究	143
实验 58	黄铜基超疏水表面的制备及其耐蚀性能的研究	146
实验 59	模拟冷却水中硫离子对不锈钢的腐蚀及防护	149
实验 60	冷却水中 HEDP 和 PBTCa 的阻垢缓蚀性能比较	151
实验 61	冷却水中硫离子对铜合金的腐蚀及防护研究	153
实验 62	聚丙烯酰胺对碳酸钙阻垢性能影响的研究	156
实验 63	碳钢在两种不同土壤中的腐蚀性评价	159
实验 64	表面活性剂对水热法制备纳米 SnO_2 形貌的影响	161
实验 65	不同表面活性剂下 SnO_2 溶胶的制备和表征	164
实验 66	过硫酸钾-超声波对甲基橙模拟染料废水的降解	167
实验 67	超声波-氧化还原联合法处理模拟印染废水	170
实验 68	复合光催化剂 CdS/TiO_2 的制备及光催化降解亚甲基蓝的研究	173
实验 69	$\text{Cd}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{S}$ 光催化剂的制备及光催化降解亚甲基蓝的研究	175
实验 70	聚乙烯醇吸水性能的研究	177
实验 71	共沉淀法合成磁铅石型 $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ 铁氧体	179
实验 72	利用熔盐法合成 $\text{Ca}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ 压电陶瓷粉体	181
实验 73	喷雾干燥法制备球形 Al_2O_3 陶瓷前驱体	184
实验 74	固相法合成 $\text{Ca}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ 铁电陶瓷粉体	186
实验 75	用共沉淀法合成尖晶石型 ZnFe_2O_4 铁氧体	188
实验 76	pH 值对锰锌铁氧体结构和性能的影响	190

实验 77	Mg 掺杂对锂离子正极材料 LiFePO_4 电化学性能的影响	193
实验 78	V 掺杂对锂离子电极材料的影响	195
实验 79	磷酸钒锂正极材料的研究实验设计方案	197
实验 80	锂离子电池正极材料磷酸铁锂 Mo 掺杂机理研究	199
实验 81	Pt 金属纳米粒子形貌控制合成提高电催化活性	202
实验 82	表面活性剂 (SDBS) 对不锈钢在模拟冷却水中的耐蚀性能研究	203
实验 83	铜缓蚀剂 MBT 缓蚀性能研究	204
实验 84	不锈钢电极板的防腐蚀研究	205
实验 85	柠檬酸溶液中咪唑啉对碳钢的缓蚀作用	206
实验 86	DPT-8 型着色探伤剂对金属的腐蚀作用研究	207
实验 87	复配后咪唑啉类缓蚀剂对碳钢缓蚀性能研究	208
实验 88	模拟水中钼酸盐对碳钢的缓蚀性能研究	209
实验 89	醇胺类缓蚀剂对钢筋的缓蚀效果	210
实验 90	自组装时间对十二烷基硫醇自组装膜缓蚀效果的研究	211
实验 91	二硫代氨基甲酸改性葡萄糖对铜的缓蚀作用	212
实验 92	恒电位电解法制备超疏水膜的实验方案设计	213
实验 93	扫描速度对聚苯胺性能的影响研究	214

实验 1

线性电位扫描法测定镍在硫酸溶液中的钝化行为

一、实验目的

1. 掌握用线性电位扫描法测定镍在硫酸溶液中的阳极极化曲线及其钝化电位。
2. 了解金属钝化行为的原理和测量方法。
3. 测定 Cl^- 的浓度对镍钝化的影响。

二、实验原理

1. 金属的钝化一般可分为两种。若把铁浸入浓硝酸 ($d > 1.25 \text{g/cm}^3$) 中, 一开始铁溶解在酸中并置换出 H_2 , 这时铁处于活化状态, 经过一段时间后, 铁几乎停止了溶解, 此时的铁也不能从硝酸银溶液中置换出金属银, 这种现象被称之为化学钝化。还有一种钝化被称之为电化学钝化, 即用阳极极化的方法使金属发生钝化。金属处在钝化状态时, 其溶解速率极小, 一般为 $10^{-6} \sim 10^{-8} \text{A/cm}^2$ 。

金属之所以会由活化状态转变为钝化状态。至今还存在两种不同的观点。有人认为金属的钝化是由于在金属表面上形成了一层氧化层(物)因而阻止了金属的进一步溶解。也有人认为是由于金属表面上吸附了氧而使金属溶解速率大大降低。前者称为氧化物理论, 后者称为表面吸附理论。

2. 影响金属钝化过程的几个因素

(1) 溶液的组成

溶液中存在的 H^+ 、卤素离子以及某些具有氧化性的阴离子, 对金属钝化现象起显著的影响。在中性溶液中, 金属一般是比较容易钝化的, 而在酸性溶液或某些碱性溶液中要困难得多。这是与阳极反应产物的溶解度有关的。卤素离子, 特别是氯离子的存在, 则明显地阻止金属的钝化过程。已经钝化了的金属也容易被它破坏(活化), 这是由于 Cl^- 的存在破坏了金属表面钝化膜的完整性。溶液中如果存在某些具有氧化性的阴离子(如 CrO_4^{2-}), 则可以促进金属的钝化。溶液中的溶解氧则可以减少金属上钝化膜遭受破坏的危险性。

(2) 金属的化学组成和结构

各种纯金属的钝化能力很不相同, 以 Fe、Ni、Cr 三种金属为例, 易钝化的顺序为 $\text{Cr} > \text{Ni} > \text{Fe}$ 。因此, 在合金中添加一些易钝化的金属, 则可大大提高合金的钝化能力和钝态的稳定性。

(3) 外界因素

当温度升高或随着搅拌的加剧, 都可以推迟或防止钝化过程的发生。这显然是与离子的扩散有关。在进行测量前, 对研究电极活化处理的方式及其程度也将影响金属的钝化过程。

3. 研究金属钝化的方法

研究金属钝化的方法常有两种: 恒电流法和恒电位法。由于恒电位法能测到完整的阳极极化曲线, 因此在金属钝化现象的研究中恒电位法比恒电流法更能反映电极的实际过程。用恒电位法测量金属钝化可有下列两种手段。

(1) 静态法——将研究电极的电极电位恒定在某一数值, 同时测量相应极化情况下达到稳定后的电流。如此逐点测量一系列恒定电位时所对应的稳定电流值, 将测得的一组数据绘

制成图。从图中即可得到钝化电位。

(2) 动态法——将研究电极的电位随时间线性地连续变化。同时用函数记录仪自动记录下随电位改变而变化的瞬时电流值，就可得到一完整的极化曲线图。所采用的扫描速度（单位时间电位变化的速度）需要根据研究体系的性质而定。一般来说，电极表面建立稳态的速度越慢，则扫描的速度越慢，这样才能使所测得的极化曲线与采用静态法的接近。

上述两种方法，虽然静态法的测量结果较接近稳态值，但测量时间太长，所以在实际工作中，常采用动态法来测量。本实验亦采用动态法。

用恒电位法测量金属的阳极极化曲线时，对于大多数金属均可得到如图 1-1 所示的图形。图中的曲线可分为四个区域。

(1) AB 段为活性溶解区。此时金属进行正常的阳极溶解。阳极电流随电位的改变服从 Tafel 公式。

(2) BC 段为过渡钝化区。电位达到 B 点时，电流为最大值，此时电流成为钝化电流 $I_{\text{钝}}$ 。此时所对应的电位称为临界电位或钝化电位 $\phi_{\text{钝}}$ 。 $\phi_{\text{钝}}$ 电位过 B 点后，金属开始钝化，其溶解速率不断降低并过渡到钝化状态（C 点之后）。

(3) CD 为稳定钝化区。在该区域中金属的溶解速率基本上不随电位而改变。此时的电流密度称为钝态金属的稳定溶解电流密度。

(4) DE 段为过钝化区。D 点之后阳极电流又重新随电位的正移而增大。此时可能是高价金属离子的产生，也可能是水的电解而析出 O_2 ，还可能两者同时出现。

三、实验仪器和试剂

CHI660A 电化学工作站，电解池，100mL 烧杯（内装饱和 KCl 溶液），盐桥，金相砂纸，参比电极（饱和甘汞电极），研究电极（ $1 \times 1\text{cm}^2$ 的 Ni），辅助电极（Pt 片），丙酮（A. R.）。

溶液：

- (1) 0.05mol/L H_2SO_4 溶液。
- (2) 0.05mol/L $H_2SO_4 + 10^{-3}$ mol/L KCl 溶液。
- (3) 0.05mol/L $H_2SO_4 + 10^{-2}$ mol/L KCl 溶液。

四、实验步骤

1. 连接线路

2. 打开 CHI660A 电化学工作站，预热 15min。

3. 洗净电解池，移入适量上述（1）被测溶液

4. 准备电极

(1) 先用 4 号，后用 6 号金相砂纸打磨镍研究电极，用蒸馏水冲洗干净；

(2) 用脱脂棉沾丙酮除油，再用脱脂棉沾酒精进行擦洗；

(3) 用稀 HCl 除去氧化膜。自来水冲洗后再用蒸馏水冲洗后立即将电极插入被测溶液中。

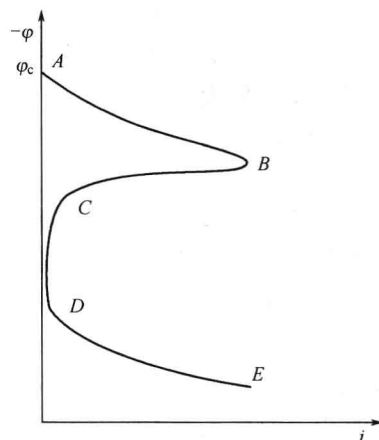


图 1-1 恒电位法测量金属的阳极极化曲线

(4) 用恒电流法对研究电极以 $5\text{mA}/\text{cm}^2$ 的电流密度进行阴极活化 5min, 然后通入纯化的 N_2 , 除氧 10min。

5. 测量

(1) 测量研究电极的开路电位。

(2) 设置测量参数。

(3) 测量镍电极在上述溶液中的阳极钝化曲线, 并记录保存。

6. 分别调换成上述 (2)、(3) 溶液, 重复上述 4、5 步骤进行测量。

7. 实验完毕, 拆断线路, 取出研究电极, 清洗干净备用。

五、实验数据处理

1. 标出阳极极化曲线 $\phi_{\text{钝}}$ 和 $I_{\text{钝}}$ 等参数。

2. 比较三条曲线, 并讨论所得实验结果及曲线的意义。

六、思考题

1. 在测量前, 为什么电极在进行打磨、除油处理后, 还要进行阴极活化处理?

2. 分析氯离子浓度对阳极钝化曲线的影响。

七、注意事项

1. 连接线路时要注意研究电极、辅助电极和参比电极三根线的颜色。

2. 测定前必须检查线路的导通情况。

3. 电极使用前必须进行处理, 要进行阴极活化处理使其处于还原态。

4. 注意恒电位仪表头显示的正负号与实际正负的区别。

5. 合理调整扫描速率, 注意扫描速率对曲线的影响。

6. 溶液要除氧。

实验 2

电极反应动力学参数的测定

一、实验目的

1. 掌握恒电位法测极化曲线的方法。
2. 学会用塔费尔外推法求电极反应动力学参数 i^0 、 α 或 β 。

二、实验原理

稳态极化曲线表示电极反应速率与电极电位的关系。因此，极化曲线是研究电极过程动力学最基本最重要的方法。本实验通过测定体系的极化曲线来测定电极反应的动力学参数 i^0 、 α 或 β 。

根据电化学极化基本方程式，当 $I \gg i^0$ 时，即大约相当 $\eta > 100/\alpha mV$ 时， \vec{i} 与 \overleftarrow{i} 相差很大，以致可以达到忽略其中之一的地步。如此在阴极极化下， $\vec{i} \gg \overleftarrow{i}$ ， \overleftarrow{i} 可忽略，于是，

$$i_k \approx \vec{i} = i^0 \exp\left(\frac{\alpha F}{RT} \eta_k\right) \quad (2-1)$$

或

$$\eta_k = -\frac{2.3RT}{\alpha nF} \lg i^0 + \frac{2.3RT}{\alpha nF} \lg i_k \quad (2-2)$$

同理，对阳极极化可得：

$$\eta_A = -\frac{2.3RT}{(1-\alpha)nF} \lg i^0 + \frac{2.3RT}{(1-\alpha)nF} \lg i_A \quad (2-3)$$

与经验塔费尔公式 $\eta = a + b \lg i$ 相比，可得

$$a_K = -\frac{2.3RT}{\alpha nF} \lg i^0 \quad (2-4)$$

$$b_K = \frac{2.3RT}{\alpha nF} \quad (2-5)$$

$$a_A = -\frac{2.3RT}{\alpha nF} \lg i^0 \quad (2-6)$$

$$b_A = \frac{2.3RT}{\beta nF} \quad (2-7)$$

式(2-2)、式(2-3)为过电位与极化电流密度之间的半对数关系。若将 η 对 $\lg i$ 作图可得直线（塔费尔直线）（见图 2-1），根据此直线的斜率，可由式(2-5)或式(2-7)求传递系数 α 、或 β 。将此直线外推到与 $\eta = 0$ 时的直线相交可得交换电流 i^0 ，也可利用阴极阳极极化曲线得塔费尔直线的交点得到 i^0 。

利用稳态极化曲线测定 i^0 时必须在不发生浓差极化，或者浓差极化的影响很容易加以校正才行。因此自然对流情况下只能测 i^0 较小的体系。而用旋

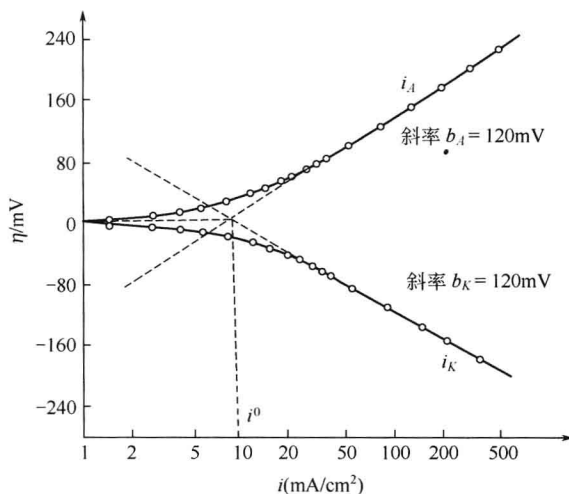


图 2-1 极化曲线示意图

转圆盘电极则可以大大提高 i^0 测量范围，且电极表面上的电流密度、电极电位以及传质流量都是均匀的，因此旋转电极非常适用于稳态极化曲线的测量。

三、实验仪器和试剂

ZF-5 恒电位仪、电解池、Cu 电极、参比电极（饱和甘汞电极），辅助电极（Pt 片），金相砂纸，丙酮（A. R.），1mol/L $\text{CuSO}_4 + 1\text{mol/L H}_2\text{SO}_4$ 溶液

四、实验步骤

1. 接好线路。
2. 将电解池内注入被测溶液。
3. 先用 4 号，后用 6 号金相砂纸打磨研究电极，然后用脱脂棉沾有机溶剂（如丙酮）除油，用蒸馏水洗净后即可使用。
4. 测定研究电极相对于参比电极的电位 $\phi_i=0$ 。
5. 逐点改变所需恒定电位，记下相应的极化电流值。
6. 实验完毕，将开关置“断开”，方可拆断线路，取出研究电极，清洗干净备用。

五、实验数据处理

1. 将所得数据列表并绘出 $\eta\text{-lgi}$ 关系曲线，由直线段外接到与 $\eta=0$ 直线的交点求出体系得交换电流 i^0 (mV/cm^2)。
2. 根据上述直线段的斜率求出阴极反应的传递系数 α 。

六、思考题

1. 为什么利用稳态极化曲线测定 i^0 时必须在不发生浓差极化？
2. $\eta\text{-lgi}$ 关系曲线上的直线段属于哪一类极化类型？

七、注意事项

1. 连接线路时要注意研究电极、辅助电极和参比电极三根线的颜色。
2. 测定前必须检查线路的导通情况。
3. 电极使用前必须进行处理。
4. 注意恒电位仪的表头显示的正负号与实际的正负的区别。
5. 要注意恒定电位的时间，其对曲线形状的影响。
6. 要注意极化电位的取值范围。

实验 3

测定铁在氯化钠溶液中的交流阻抗

一、实验目的

1. 理解电极复数阻抗的基本概念。
2. 测定 Fe 在 3.5% NaCl 溶液中的复数平面图，并评价其耐腐蚀性能。

二、实验原理

复数平面图法是利用阻抗的实数部分 R 和虚数部分 X ，在复数平面 $X-R$ 上作图，所得图形称为阻抗的复数平面图。利用该图可求得电极等效电路各元件的数值，进而求出动力学参数，还可根据图的形式和方程判断电极过程的可能机理。

实验测得各频率下的 R 和 X 。然后以实部 R 为横轴，虚部 X 为纵轴作图，可得半圆 ABC。(见图 3-1)

$$\left(R - R_L - \frac{1}{2}R_r\right)^2 + X^2 = \left(\frac{1}{2}R_r\right)^2$$

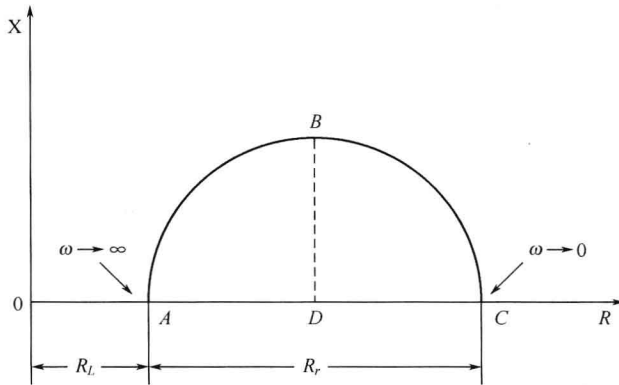


图 3-1 只有电化学极化的电极阻抗复数平面图

这是圆的曲线方程式。圆的半径为 $R_r/2$ ，圆心在实轴 R 上，其坐标为 $(R_L + R_r/2, 0)$ ，如图。找出圆心 D 后，由 OA 可得 R_L ，由 AC 可得 R_r ，由半圆顶点 B 的频率 ω_B 可求双电层电容 C_d ，当 $\omega C_d R_r = 1$ 时， $C_d = \frac{1}{\omega_B R_r}$ 。

为了比较准确的画出复数平面上的半圆，实验采用的交流电频率范围不应太小，具体由 C_d 和 R_r 的乘积 $R_r C_d$ 这个时间常数决定。由上述讨论可知， B 点的角频率恰好是 $\omega_B = 1/R_r C_d$ ，所以频率范围根据 ω_B 而定。要求频率高端 $\omega_{高} > 5\omega_B$ ；频率低端 $\omega_{低} < \omega_B/5$ 。

三、实验仪器和试剂

CHI660A 电化学工作站、电解池、研究电极为 Fe ($0.1\text{cm} \times 0.5\text{cm}$)、参比电极 (饱和甘汞电极)、辅助电极 Fe 片 (其面积比研究电极大 200 倍以上)、100mL 烧杯 (内装饱和 KCl 溶液)、盐桥、金相砂纸、丙酮 (A. R.)、3.5% NaCl (A. R.) 溶液

四、实验步骤

1. 接好线路。

2. 打开 CHI660A 电化学工作站，预热 15min。
3. 洗净电解池，移入适量 3.5% NaCl 被测溶液。

4. 准备电极

- (1) 先用 4 号，后用 6 号金相砂纸打磨研究电极，用蒸馏水冲洗干净。
- (2) 用脱脂棉沾丙酮除油，再用脱脂棉沾酒精进行擦洗。

(3) 用稀 HCl 除去氧化膜。自来水冲洗后再用蒸馏水冲洗后立即将电极插入被测溶液中。

5. 测量

- (1) 测量研究电极的开路电位。
 - (2) 设置 CHI660A 电化学工作站测量参数。
 - (3) 测量电极在上述溶液中的复数平面图，并记录保存。
6. 实验完毕，拆断线路，取出研究电极，清洗干净备用。

五、实验数据处理

从上述溶液中的复数平面图求出极化电阻 R_r ，以及 R_L 和 C_d ，并评价其耐腐蚀性能。

六、思考题

1. 实验中辅助电极面积为什么要做得很大？
2. 实验中为什么要采用小幅度交流信号？

七、注意事项

1. 连接线路时要注意研究电极、辅助电极和参比电极三根线的颜色。
2. 测定前必须检查线路的导通情况。
3. 电极使用前必须进行处理，除去氧化膜。
4. 注意选择频率的范围，电位极化值。

实验 4

恒电流法测稳态极化曲线

一、实验目的

1. 掌握用恒电流法测稳态极化曲线的方法。
2. 学会分析极化曲线的方法。

二、实验原理

所谓稳态法测稳态极化曲线就是测定电极过程达到稳态时电流密度与过电位之间的关系。而恒电流法就是控制电流密度使其依次恒定在不同的数值，同时测定相应的稳态电极电位，然后把测得的一系列不同电流密度下的电位画成曲线，就是恒电流法稳态极化曲线。

显然，在控制电流法中，对于每一给定电流必须保持恒定，使它不受电解池阻抗变化的影响。维持电流恒定有两种方法：一种是经典恒电流法；另一种是电子恒电流法（参见图 4-1）。本实验使用电子恒电流法。

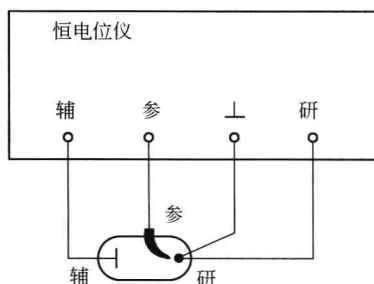


图 4-1 用恒电位仪测定极化曲线的示意

三、实验仪器和试剂

ZF-5 恒电位仪，电解池，100mL 烧杯（内装饱和 KCl 溶液），盐桥，金相砂纸，参比电极（饱和甘汞电极），研究电极（ $1 \times 1\text{cm}^2$ 的 Ni 片），辅助电极（Pt 片），丙酮（A. R.）溶液：

- (1) $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 250g/L + $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 37.5g/L + H_3BO_3 25g/L (pH=4.00)
- (2) $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 250g/L + $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 37.5g/L + H_3BO_3 25g/L + 硫脲 $2.00 \times 10^{-5}\text{mol/L}$ (pH=4.00)
- (3) $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 250g/L + $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 37.5g/L + H_3BO_3 25g/L + 硫脲 $2.00 \times 10^{-3}\text{mol/L}$ (pH=4.00)

四、实验步骤

1. 接好线路。
2. 打开恒电位仪开关，按照仪器使用说明书，将各旋钮放到适当的位置，预热 15min。
3. 洗净电解池，移入适量上述（1）被测溶液。
4. 准备电极
 - (1) 先用 4 号，后用 6 号金相砂纸打磨镍研究电极，用蒸馏水冲洗干净；
 - (2) 用脱脂棉沾丙酮除油，再用脱脂棉沾酒精进行擦洗；

(3) 用稀 HCl 除去氧化膜。自来水冲洗后再用蒸馏水冲洗后立即将电极插入被测溶液中。

5. 首先选择“恒电流”档。将“测量选择”开关置“参比”，电位表指示的电位为“参比电极”相对于“研究电极”的稳定电位，即研究电极的开路电位。然后确定电流量程。开关置“接通”，仪器进入极化工作状态。首先测定无电流通过时的平衡电位。然后依次改变电流密度为 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5, 5.0 A/dm²，在达到稳态后分别测定并记录在给定电流密度下的稳定电极电位。

6. 观察实验过程中电极表面状态的变化及气体的析出等实验现象。

7. 洗净电解池，在电解池中分别移入适量上述 (2)、(3) 被测溶液，重复上述 4、5、6 步骤。

8. 实验完毕，将“开关”置“断开”，方可拆断线路，取出研究电极，清洗干净备用。

五、实验数据处理

1. 将实验数据纪录在下表内

溶液	$i/(A/dm^2)$	I/mA	$\phi/V(vs. SCE)$
(1)			
(2)			
(3)			

研究电极材料：_____；参比电极：_____；

研究电极面积：_____；实验温度：_____。

2. 根据实验数据绘出 $\phi-i$ 曲线

3. 注意观察实验过程中电极表面状态的变化及气体的析出等实验现象。

六、思考题

1. 分析硫脲对阴极极化的影响和其所起作用。

2. 实验过程中电极表面状态有无变化及气体的析出。

七、注意事项

1. 连接线路时要注意研究电极、辅助电极和参比电极三根线的颜色。

2. 测定前必须检查线路的导通情况。

3. 电极使用前必须进行处理。

4. 注意恒电位仪的表头显示的正负号与实际正负的区别。

实验 5

电化学试验准备实验

一、实验目的

通过本实验为后面涂镀层样品的电化学试验进行必要准备。

二、实验内容及步骤

1. 电极制备

电化学试验用电极需采用有效的封装材料密封，仅露出电极的工作面，才能获得准确的电化学信息。

常见的有效封装材料为环氧树脂，具体制备方法如下。

(1) 打磨电极：取 $1\text{cm} \times 1\text{cm}$ 的碳钢片，在砂皮上打磨，去除其锈迹，砂皮打磨的顺序由粗到细，从铁砂皮开始后最后用金相砂纸。打磨过程中，注意磨去碳钢片的棱角，防止尖端放电。

(2) 焊接导线：将打磨好的碳钢片，选择较粗糙的一面朝上，用焊枪及焊锡将事先准备好的 20cm 长的铜导线点焊在碳钢片上，要保证有一定的牢固度。

(3) 封装：封装材料为环氧树脂 AB 胶（AB 胶是双组分胶黏剂的叫法。一液是本胶，一液是硬化剂，两液相混，才能硬化。市售有丙烯酸、环氧树脂、聚氨酯等成分的 AB 胶。环氧树脂将牙膏管装的简称为 AB 胶。改性丙烯酸改性环氧或环氧树脂胶黏剂具有快干特性，A、B 混合后， 25°C 时 5min 即干透，温度越高，干透时间越短。可以黏结塑料与塑料、塑料与金属、金属与金属）。将 AB 胶按比例混匀后，将焊接好的电极焊接面及露出铜导线的部分全部封装起来，工作电极面朝下放置好，干燥。一天后，进行第二次补胶，封装。

2. 具有涂镀层金属电极的制备

(1) 将前面 1 准备好的电极打磨，从粗到细，直至露出工作电极面。清洗，擦干。

(2) 将其中一只打磨好的电极制备一定厚度的有机涂膜后，取出电极，放置于 80°C 的烘箱中烘烤 $3\sim 5\text{h}$ ，然后放置于干燥器中备用。

三、思考题

电极制备过程中应注意哪些问题？