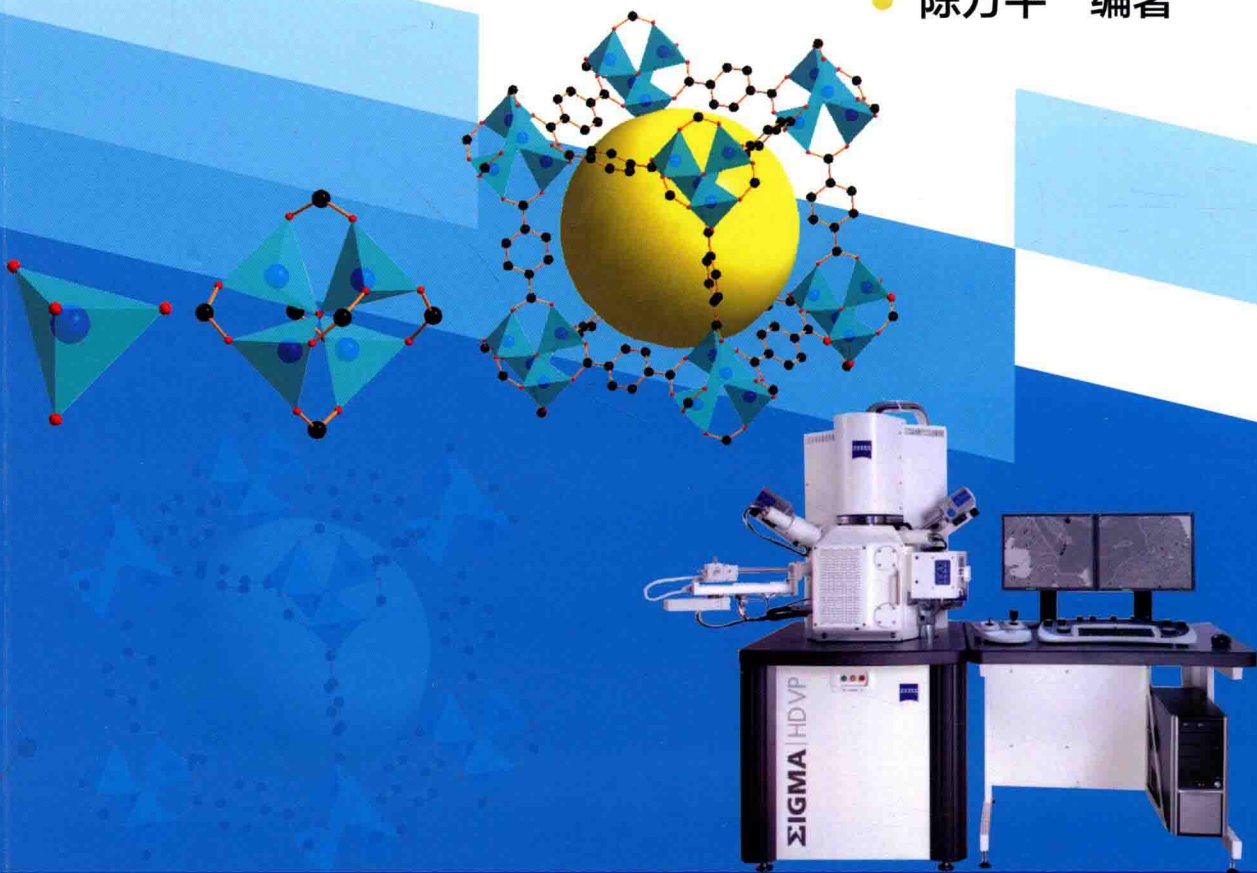


普通高等教育“十三五”规划教材

材料化学实验

CAILIAO HUAXUE SHIYAN

● 陈万平 编著



化学工业出版社

普通高等教育“十三五”规划教材

材料化学实验

● 陈万平 编著



化学工业出版社

· 北京 ·

《材料化学实验》以无机化学和材料化学等课程为基础,收集、整理和设计了具有典型代表意义的 32 个实验。实验内容侧重于利用一些典型制备方法如高温固相法、水热法、微乳法、溶胶-凝胶法等来制备某些典型光、电、磁、热学材料和高分子材料。同时,本书还介绍了材料制备和处理时可能涉及的一些基本操作过程、相关仪器设备以及常用处理软件的简单应用。

本书可作为高等院校材料类专业本科生和研究生的实验教学用书,也可供相关化学和材料研究工作者参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

材料化学实验/陈万平编著. —北京: 化学工业出版社, 2017. 9

普通高等教育“十三五”规划教材

ISBN 978-7-122-30443-8

I. ①材… II. ①陈… III. ①材料科学-应用化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①TB3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2017) 第 195844 号

责任编辑: 朱 理 杨 菁 闫 敏

文字编辑: 林 丹

责任校对: 边 涛

装帧设计: 韩 飞

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 刷: 三河市航远印刷有限公司

装 订: 三河市瞰发装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 7¼ 字数 170 千字 2017 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: 29.00 元

版权所有 违者必究

前言

材料化学实验是材料化学理论知识的深化和补充,是材料化学专业的一门重要的实践课程。笔者根据专业教学的要求和一般本科院校的实际情况,在多年教学的基础上,编写了《材料化学实验》一书。

本书共 5 章,第 1 章简要叙述了材料化学实验的意义和重要性,并就实验课程的要求作了简单的说明。第 2 章对材料化学实验中涉及的基本仪器、相关操作以及一些基本理论作了简要介绍,便于学生熟练地开展后续实验内容。该部分知识主要针对材料化学先导课程中学生的薄弱环节,内容设计上既有对相关化学知识和操作的巩固提高,也有为强调在材料化学专业方面的应用而进行的相应扩充,同时适当增添了笔者在学习和教学中积累的某些实验技巧与方法。第 3 章选择设计了 24 个基础实验,实验内容以各种典型材料的制备、性能表征以及简单应用为主。该部分内容试图通过对实验主题的选择设计,让学生在实践过程中巩固基础理论知识,掌握材料的常用制备方法以及测试表征手段,促进学生对材料的设计合成和测试表征方面的深入了解,并提高实际动手能力和培养相应的化学素养。第 4 章是综合实验和实验设计部分,总共选编了 8 个实验。该部分希望使学生在实验参数调控、实验设计、数据处理以及材料器件化等方面有初步的涉足,以了解材料化学的丰富内容,提升学生的学科兴趣。第 5 章侧重于对材料研究中涉及的几个软件的简单介绍,试图让学生无须对相应软件进行深入学习而能快速地对实验数据进行初步处理,并完成晶体结构和化学结构式的绘制等工作。

本书材料的选编和设计不求求全而广,力求适宜实用。

本书的出版得到了怀化学院出版基金的资助。

由于编著者水平有限,书中难免存在不足和疏漏之处,敬请读者批评指正。
联系邮箱: cwp0918@163.com。

编著者

目 录

第 1 章 绪论

1

- 1.1 材料化学实验的目的 1
- 1.2 材料化学实验的基本要求 1

第 2 章 实验仪器与基本操作

4

- 2.1 材料化学实验的基本过程与操作 4
- 2.2 高温电阻炉的简介与使用 11
- 2.3 电热恒温干燥箱的简介与使用 13
- 2.4 真空泵的简介与使用 13
- 2.5 电动离心机的简介与使用 14
- 2.6 偏光显微镜的简介与使用 15
- 2.7 红外光谱仪的简介与使用 18
- 2.8 荧光光谱仪的简介与使用 20
- 2.9 X 射线粉末衍射仪的简介与使用 23
- 2.10 热重-差热分析仪的简介与使用 25
- 2.11 电子天平的简介与使用 27
- 2.12 激光粒度分析仪的简介与使用 29
- 2.13 透射电子显微镜的简介与使用 30
- 2.14 扫描电子显微镜的简介与使用 33
- 2.15 能谱仪 EDS 的简介与使用 36

第 3 章 材料化学基础实验

38

- 3.1 固体酒精的制备 38
- 3.2 胆矾 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 的 TG-DTA 测试分析 39
- 3.3 直接沉淀法制备白炭黑 41
- 3.4 均匀沉淀法制备 ZnO 纳米材料 42
- 3.5 高温固相法制备 $\text{SrAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{2+}$, Dy^{3+} 长余辉发光材料 ... 44
- 3.6 固相法制备 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 纳米粉体 45
- 3.7 溶胶-凝胶法制备 BaTiO_3 粉体材料 47
- 3.8 柠檬酸溶胶-凝胶法制备 CaMnO_3 热电材料 48
- 3.9 水热法制备 $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ 纳米材料 50
- 3.10 水热法制备 NaA 型分子筛 52

3.11	溶剂热法制备 MOF-5 金属-有机骨架材料	53
3.12	微乳法制备 ZnS 纳米粉体	55
3.13	微乳法合成 $\text{YBO}_3:\text{Eu}^{3+}$ 红色荧光粉	57
3.14	微波固相法制备 LiFePO_4 锂离子正极材料	58
3.15	燃烧法制备 CoFe_2O_4 磁性材料	60
3.16	本体聚合制备有机玻璃	61
3.17	乳液聚合制备聚甲基丙烯酸甲酯微粒	63
3.18	长石质陶瓷的高温烧制	64
3.19	普通钠钙硅酸盐玻璃的制备	67
3.20	液相法制备石墨烯	69
3.21	聚丙烯酸铜配合物的制备	71
3.22	无机耐高温涂料的制备	73
3.23	聚乙烯醇缩甲醛胶水的制备	75
3.24	聚乙烯醇形状记忆复合材料的制备	76

第 4 章 材料化学综合实验与实验设计

79

4.1	溶胶-凝胶法制备 TiO_2 的实验参数对比	79
4.2	微乳法制备 TiO_2 的实验参数对比	81
4.3	白光 LED 器件的制作与性能测试	83
4.4	二氧化钛光催化分解甲基橙	84
4.5	二氧化钛干凝胶煅烧制度的设计与操作	85
4.6	溶胶-凝胶法制备 Ba_2SiO_4 实验方案设计与操作	86
4.7	直接沉淀法制备 SrF_2 方案的设计与操作	87
4.8	高温固相法制备陶瓷方案的设计与操作	87

第 5 章 常见软件的介绍与使用

89

5.1	Jade 物相检索软件的简单使用	89
5.2	Origin 工程绘图软件的简单使用	93
5.3	Diamond 晶体结构视图软件的简单使用	95
5.4	Microsoft Office Word 文字编辑软件的简单使用	99
5.5	ChemDraw 化学绘图软件的简单使用	102

附录

107

1	常用市售浓酸浓碱的浓度 (293K)	107
2	常用气体钢瓶颜色标志	107
3	实验筛筛孔尺寸与目数	107

参考文献

108

第 1 章

绪 论

1.1 材料化学实验的目的

材料化学既是材料学的一个重要分支又是化学的一个组成部分,其学科领域或者研究内容一直比较模糊。通常,材料化学被认为是研究材料的制备、组成、结构、性质及其应用的一门学科。学科内容主要包括材料在制备、使用过程中涉及的化学内容和材料性质的测量。单就材料化学与材料学的学科界限而言,英国学者 Anthony R. West 认为:材料化学主要涉及新材料的合成、材料结构的确定和物理性质的探求等过程;材料学主要涉及材料的加工与处理、结构描述、性能优化和测试以及材料在工业中的应用。美国学者 Brandley D. Fahlman 则把材料化学定义为,注重于了解组成材料的原子、离子或分子的空间排布情况与材料结构和物理性能之间的关系,其学科领域包括现有材料结构和性能的研究、新材料的合成与表征以及利用先进的计算技术对一些还没有制备出来的材料的结构和性能进行预测。本书编者个人更倾向于认为,材料化学是人们利用化学的知识和手段来设计、制备材料,用以调控或者获得材料的某种性能,使材料更好地满足实际的需要。这种性能的获得可以是源于已有材料性能的优化或者新合成材料的性能开发。因此,作为材料化学的一门重要的实践课程,材料化学实验应该通过开设相关的实验内容来帮助学生具备达到上述目的的相关知识、技能技巧以及思考问题的方法。

材料化学实验课是在基础化学实验课程之后的一门专业实验课。理论上,它应该是综合运用前期化学知识(理论知识和实践知识)和材料学知识开设的一门实践课程。课程内容应该涉及材料实验方案的设计,原料的计算、称量、混合,产物的制备、洗涤、分离、干燥以及性能测试与器件制作等各方面知识。材料化学实验课程应该通过这些基本实验内容的设置,加强对学生动手能力的培养,使他们对材料化学研究内容有更深的体会,对材料制备工艺、组成、结构与性能之间的相互关系及其规律有更深的认识,为今后的工作和学习步奠定良好的基础。

1.2 材料化学实验的基本要求

材料化学实验是为材料化学专业学生开设的一门重要的实践课。课程的开设基于已经开设了化学和材料学科相关的先导课程,要求学生在掌握相关化学知识和技能技巧的基础上,开展材料化学实验方面的相关学习和研究。因此,本课程对学生知识和能力等方面的要求既

有继承性又有开拓性。对于新升的地方本科院校，在实验开设过程中，对学生提出如下四个方面的基本要求：安全要求、专业素养要求、团队合作要求和自主能动性要求。事实上，这是把专业意识和专业能力等培养目标作为一项基本的课程要求。

任何实验都要以保障人身安全为第一前提。实验室安全要求学生高度重视水、电以及药品等几个方面的安全问题，以此增进安全知识、强化安全意识。对于实验室用水来说，主要可能因为缺水和涨水两种情况而产生各种意外事件，甚至引发安全事故。例如，实验室停水时，打开的水龙头忘记及时关闭，夜晚来水后导致实验室涨水。对于实验室用电来说，一般在于线路老化、实验过程中不注意规范操作而引起漏电伤人、起火等问题。例如，利用恒温磁力搅拌器进行水浴加热时，个别学生容易犯的一个错误是，连接温度探测元件的导线与加热盘靠在了一起，导致导线烧焦而引发意外事故。对于实验室的化学药品来说，主要是在使用时要熟知药品的各种性状，包括有无毒性、腐蚀性、辐射性以及使用过程中是否有反应剧烈而导致爆炸的可能性等。同时，药品不能乱扔乱放。例如，常有学生因为操作不当导致液体药品溅到身体或者衣物上；也有学生对于撒落在实验桌上的药品处理不当甚至不处理，常常影响甚至危害后续做实验的同学。这些安全问题在实验过程中时有发生。因此，教师应该要求学生在做实验的时候严格要求自己，养成良好的习惯，消除安全隐患。

化学素养可以理解为在化学实验过程中所体现出来的或应该具备的化学知识、思维方式、科学态度和意识以及运用化学知识和方法解决问题的能力。材料化学实验基于化学的知识和方法来研究材料的相关问题。因此，相应的化学素养的高低对材料化学实验课程内容的实施效果起着非常重要的作用。在实验过程中，学生应该在举手投足之间体现出良好的实验习惯，体现出不同于非该专业学生应有的动手能力。例如，规范操作、严谨实验、详细真实记录、仔细观察以及逻辑思考等。其实，一些简单的实验或者实验的前期准备工作就能够反映一个学生是否具有良好的化学素养。例如，在溶胶-凝胶法制备钛酸钡过程中，由于实验过程中涉及液体试剂的移取、添加和混合搅拌等操作，实验中需要用到滴管和玻璃棒。有的学生往往把滴管和玻璃棒随手放在实验台的台面上。严格来说，这种习惯是操作错误，体现出学生的专业素养不够。假如某学生在实验之前，事先准备四个烧杯，排成一行，放在手能够方便拿到的地方。然后，把这些滴管和玻璃棒等放在第四个烧杯中，其他三个烧杯中分别装适量的蒸馏水。实验过程中，使用完的滴管或玻璃棒及时在三个烧杯中分别清洗一次，再把它放在第四个烧杯中。这样做不仅仅是规范操作的问题，还可以使整个实验过程井井有条。这样一个简单准备工作就能把其严谨的态度和规范的操作等良好专业素养自然地体现出来，这也是化学实验课程的一个基本操作。此外，是否穿实验服、实验服是否干净、实验服是否穿戴整齐、实验结束后相关器具是否洗刷干净并妥当放置、实验台是否打扫干净等，这些都能体现一个学生是否具备良好的专业素养。因此，实验过程中应该强调学生的规范操作，形成良好的实验习惯，培养良好的专业素养。

在化学素养这一方面，还需要强调一点的是关于实验现象的观察、记录以及思考的问题。实验过程中，学生应该认真观察，随时记录，并乐于思考。其中，实验记录是非常重要的，它不仅仅是一个实验习惯问题，还能体现学生的实验能力。实验过程中，很多学生往往是把书本上的数据和实验步骤照抄一遍，根本就不知道怎样做实验记录。实验记录是实验过程中的原始记录，是整理实验报告和撰写研究论文的根本依据。实验记录应遵循“真实、详细、及时”的原则。真实，就是根据自己的实验事实，真实地记录实验中的情况，绝不作任



何不符合实际的虚假记录。详细,就是要求对实验中的任何数据、现象以及实验操作中的各项内容做详细的记录,通常越详细越好。有些数据内容宁可在整理撰写实验报告时舍弃,也不要因为缺少数据而浪费大量的时间来重做实验。记录应该清楚、明白,不仅自己目前能看懂,而且在很久以后别人也能看懂,能按之以重复实验。及时,就是指要边做实验边记录,不要在实验结束后补做记录或以零散纸张暂时记载再誊抄。回忆或誊抄容易造成漏记和误记,影响实验结果的准确性和可靠程度。以试剂的添加为例,具体翔实的记录包括:试剂的生产厂家及生产日期,试剂的纯度,加入的数量,加入的方式,加入过程中所观察到的现象等。例如,在长余辉发光材料制备实验中,可能要求称量 $0.0352\text{g Eu}_2\text{O}_3$ 原料。这是实验内容提供的一个一定掺杂浓度下的理论值,学生在实际称量过程中的实际称量值往往与这个理论值存在一定的偏差,例如实际称量时天平的读数是 0.0358g 。因此,在实验记录纸上的数据记录应该是 0.0358g 。但很多同学写的实验数据却是 0.0352g ,这种做法是不正确的。又如,在用溶胶-凝胶法制备钛酸钡粉体材料时,部分同学往往只是简单记录了相关试剂的用量,根本不会去记录实验过程中的搅拌速度、搅拌时间、加热温度以及溶液颜色和状态的变化等情况。因此,教师应该通过严格的要求来培养学生观察、记录以及分析现象的习惯,提高他们这方面的能力。

在材料化学实验课中,部分实验都是安排 2~3 人一个小组来共同完成的,即通过团队合作完成实验。此外,由于时间和条件的限制,某些实验往往单凭个人很难完成,需要多人共同完成。在团队合作中,其一为分工,其二为合作。团队成员应该根据各自的优势和实验的特点,进行合理的分工,然后在分工中彼此配合、共同协作。因此,团队合作要求全体成员根据各自的情况对实验内容进行讨论、分工、协作,密切配合共同完成实验。然而,部分学生的表现往往没有达到团队合作的要求。常见的不良表现可概括为三个方面。其一,不存在分工,实验过程中往往是一个学生做实验,另外一个学生只是在旁边观看,或者仅仅做一些简单的实验记录;其二,虽有明确的分工,但实验实施过程中,彼此完全独立,不存在配合与协作,其效果与两个同学做两个独立实验一样;其三,分工不明确,实验过程中随意性比较大,往往顾此失彼,手忙脚乱,实验实施效果较差。

自主能动性是一种态度也是一种能力,要求学生有相应的知识水平,能够自我分析、判断,然后“大胆地”做出处理。实验中,自主能动性主要体现在两个方面。其一,学生积极热情地完成实验,获得知识的巩固和实践的锻炼;其二,学生在实验过程中有效地运用知识,对一些实验条件和参数进行自我调控,及时正确处理实验过程中的各种异常情况,有效完成实验。对于一些设计性实验或探索性实验,要求学生自己查资料,自己设计实验过程,自主能动性在实验过程中就显得更加重要。当然,日常实验中,学生自主能动性的体现不应该表现为改变实验的主要内容,只应该是对实验进行微调,使实验更好地进行,或自己更好地进行实验。例如,在沉淀法制备白炭黑实验中,最后进行白炭黑的洗涤干燥过程中,个别学生就能够想到利用乙醇洗涤产物以缩短干燥时间;又如,在学生自己设计实验制备约 2g 的 SrF_2 (相对分子质量为 125.6168) 粉体时,有些学生在计算过程中能够想到先确定 SrF_2 的物质的量为 0.016mol 来进行原料用量的计算(此时的理论产量为 2.010g),从而简化了计算的复杂程度。

第 2 章

实验仪器与基本操作

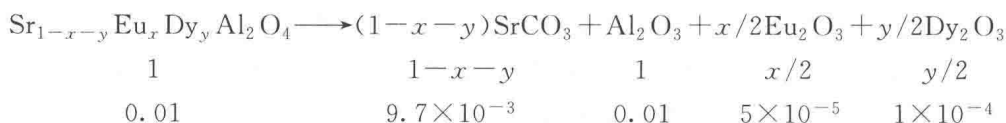
2.1 材料化学实验的基本过程与操作

一个材料化学实验的实施往往包括一些基本实验过程（操作），例如实验方案的设计，原料的计算、称量、混合，产物的洗涤、分离、干燥、性能表征以及相关器件的制作等。很多情况下，这些过程涉及化学知识的应用。因此，要求学生能够较好地掌握相关的化学知识，并结合材料实验的需要来开展实验。在该小节中，针对一些典型无机非金属材料和高分子材料的制备需要，结合一些常见问题，对某些基本操作（过程）如计算、称量、研磨、混合、分离和干燥等进行简单介绍，便于在后续实验教学过程中的应用。

2.1.1 计算

材料化学实验中的计算主要涉及两个方面。其一是在材料的设计准备过程中的一些计算；其二是实验过程中所用原材料用量的计算。此处主要介绍实验原材料的计算和数据处理等知识。

实验原材料数量的多少需要根据相应的化学反应方程式进行计算。在确定了所选用的原材料之后，可以先列出一个简单的能表明其相应的化学计量关系的反应表达式，依据此反应表达式来进行相关数据的计算处理。以制备长余辉发光材料 $\text{SrAl}_2\text{O}_4 : x\text{Eu}^{2+}, y\text{Dy}^{3+}$ 为例。根据对应的化学表达式，可知这种材料的实际组成应该是 $\text{Sr}_{1-x-y}\text{Eu}_x\text{Dy}_y\text{Al}_2\text{O}_4$ （忽略价态不平衡带来的缺陷）。材料中包括 5 种化学元素，其中有 4 种需要人为选择引入。一般情况下利用 SrCO_3 、 Al_2O_3 、 Eu_2O_3 和 Dy_2O_3 作为原料，用 H_3BO_3 作为助熔剂，在还原性气氛下高温煅烧制备目标产物。由此可通过如下简单的表达式来表明其中的化学计量关系。



通过列出上述反应表达式，可以清楚地看出所需原材料之间的数量（物质的量）关系。计算时，不需要考虑产生的 CO_2 的量，也无需考虑 Eu^{3+} 变成 Eu^{2+} 的情况，因为这些并不影响对要称量物质质量的计算。预计制备约 2g 产物时，产物的物质的量可以确定为 0.01mol，由此可算出所需原料对应的物质的量。利用相应原料的分子量，可以方便地获得所需要称取的原料的质量。例如，当取 $x=0.01$ 和 $y=0.02$ 时，计算可知需要 SrCO_3 的质



量为 1.4514g。同样，计算所需 Eu_2O_3 的质量为 0.0176g。计算过程中要注意，并不是严格规定产物的数量时，其物质的量的数值可以取一个特殊值。如上面取值为 0.01，这样便于原材料质量的计算。另外，分子量的计算可以在网络上下载一个分子量计算器，通过分子量计算器能够方便地得到相应化合物的分子量，并且其取值可以精确到小数点后四位数。例如，利用分子量计算器得 SrCO_3 的相对分子质量为 147.6289。

2.1.2 有效数字与数据处理

实验过程中由于仪器设备的性能差异，所得数据的小数点后的数字位数存在较大的差异，需要遵循一定的原则对数据进行处理，这便涉及数据有效位数的处理问题。

一般来讲，对于测量所得到的数据，其有效数字是指某数据中所包含的所有数字，其中最后一位数字是可疑的不准确的估量值。有效数字可表明测量仪器的准确程度。例如，某电子天平的一次测量值为 1.4513g，则该数据包含 5 个有效数字，其中数字 3 是可疑的。由于该电子天平的实际分度值为 0.0001g，则上面数据的准确表示应该为 $1.4513 \pm 0.0001\text{g}$ 。有一点需要注意，即根据规则，第一个非零数字之前的 0 都不计作有效数字。因此，数据 0.0176 则只包含了 3 个有效数字。

通常，在有效数据的运算过程中，需要对各个数据进行适当处理后再进行运算。有效数字的处理要遵循“四舍六入五留双”的原则。“四舍六入”好理解，即小于 4 的数字就直接舍弃，大于 6 的数字舍弃后需要“进一位”。例如，数据 147.6289 需要保持四位有效数字时，第五位上需要舍弃的数字是 2。因为数字 2 小于 4，可以直接舍弃，处理后的数据为 147.6。如果需要保持五位有效数字，则需要舍弃的是第六位有效数字 8。由于数字 8 大于 6，则在舍弃的同时需要进一位数，处理后的数据应该是 147.63。“五留双”表明当要舍弃的数字为 5 时，舍和进的原则是要保证 5 之前的数字要为双数（偶数）。例如，对于数据 1.2345 和 1.2335 来说，如果要保留四位有效数字，则需要舍弃的是最后一位数字 5。然而，数据 1.2345 中数字 5 前面是偶数 4，因此处理该数据时要直接舍弃 5，处理后得到的数据为 1.234。但是数据 1.2335 中数字 5 前面是奇数 3，为了保证 5 前面的数字为双数，则在舍弃 5 的同时需要进一位数。因此，1.2335 处理后得到的数据也是 1.234。值得注意的是，如果 5 后面还有不为零的数字，则一律用“五入”来处理。

在系列数据的加减法运算中，首先要对单个数据进行有效位数的处理。处理时，应该以小数点后数字位数最少的那个数据为依据，按照“四舍六入五留双”的原则，保证所有数据的小数点后的数字位数一样多。例如，对于 $1.4214 + 147.63 + 0.0176$ 这个运算来说，三个数据中第二个数据 147.63 的小数点后数字位数是最少（两个）的。因此，该系列数据要处理为 $1.42 + 147.63 + 0.02 = 149.07$ 。

在系列数据的乘除法运算中，首先要对单个数据进行有效位数的处理。处理时，应该以有效数字最少的数据为依据，按照“四舍六入五留双”的原则，保证所有数据都具有同样多的有效数字。例如对于 $1.4514 \times 147.63 \times 0.0176$ 这个运算来说，三个数据中第三个数据 0.0176 的有效数字最少（3 个）。因此，该系列数据要处理为 $1.45 \times 148 \times 0.0176 = 3.78$ 。

上述计算中，加减法计算中的数据处理以绝对误差最大的数据为依据；而乘除法计算中的数据处理是以相对误差最大的数据为依据。

2.1.3 误差与偏差

误差是测量过程中测量值与真实值之间的差距大小。实验测试过程中，数据的测试因为仪器、环境以及个人因素的影响，测量值与真实值之间会存在一定的差距，这种差距就是误差。误差的大小表明了测量的准确度。误差可分为绝对误差和相对误差两种。

绝对误差 = 测量值 - 真实值

相对误差 = 绝对误差 ÷ 真实值 × 100%

然而，在很多测试过程中，真实值很难得到。当真实值无法知晓或者不存在的时候，可以通过多次测量获得一个平均值，然后衡量其中某次测量数据相对于平均值的偏离情况，这种偏离就是偏差。偏差的大小表明了测量的精密度。偏差可以分为绝对偏差与相对偏差：

绝对偏差 = 测量值 - 平均值

相对偏差 = 绝对偏差 ÷ 平均值 × 100%

2.1.4 称量

化学试剂的称量主要包括固体粉末样品的称取和液体样品的量取。由于样品状态的差异，取样的方式和所用到的器具并不相同。取样的方法在无机化学实验和有机化学实验等实验课程里面具有详细的说明。固体粉末样品主要是利用电子天平称取，相关说明在电子天平一节予以讲述，此处仅就液体样品量取做简单介绍。

实验过程中，对液体样品量取的准确度可能并不相同，因此可以分别用烧杯、量筒或者吸量管进行液体样品量取。图 2-1 为液体样品量取用的典型玻璃仪器。

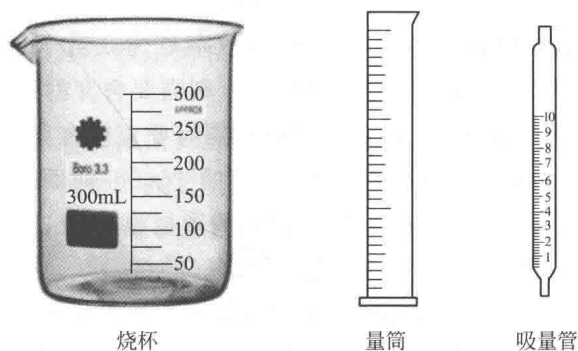


图 2-1 液体样品量取用的典型玻璃仪器

烧杯具有多种不同的型号（容积），主要用作有液体参与的反应，也可用作准确程度要求不高的大量液体的量取。例如，配制 500mL 浓度约为 3mol/mL 的稀硝酸溶液时，可以直接在 1000mL 烧杯中加入市售浓硝酸（浓度约为 16mol/L）约 22mL，然后缓慢加水稀释到 500mL，充分混合即得到了约 3mol/mL 的稀硝酸溶液。

吸量管是带有多刻度的玻璃管，用它可以吸取不同体积的溶液，主要用于少量液体的准确量取。实验中用得最多的应该具有 1mL、2mL、5mL 和 10mL 等容积的吸量管。例如，在用反相微乳法制备纳米材料时，表面活性剂、助表面活性剂以及水溶液的移取就要用到吸量管。

量筒也具有多种不同的型号（容积），主要用于较为准确的量取数量较多的液体样品，

可以把量筒视作烧杯和吸量管两者的一个折中。量筒应该是玻璃量器中日常应用得最多的一种。用量筒量取液体时,最基本的规范操作有两点。其一,量筒应该放置在水平实验台上;其二,读数时应该使观察者的视线平行于液体凹面的最低处。

2.1.5 研磨

材料实验中,用来研磨原料的器具有瓷质研钵、玛瑙研钵以及球磨机三种类型。图 2-2 为实验室常用来研磨原料的两类研钵。瓷质研钵价格便宜,研钵内部比较粗糙,适合于学生群体使用。用瓷质研钵研磨颗粒状原料时,常由于研钵容积比较小而易于使原料撒落出来。研磨时,要把研钵放在实验桌上,研磨速度均匀,略用暗力。有些原料研磨时容易黏结在研钵内壁,需要及时用塑料片把原料刮下来,以便研磨均匀。

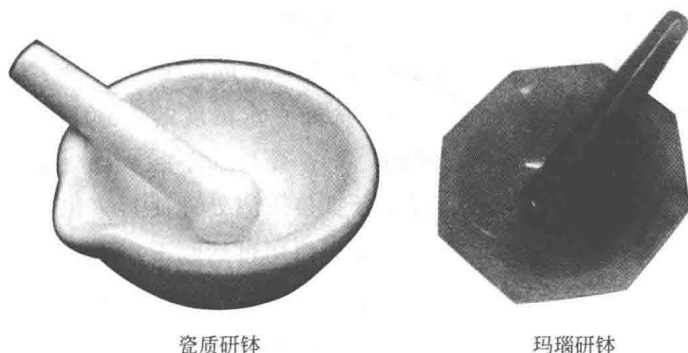


图 2-2 原料研磨常用的两类研钵

玛瑙研钵质地坚硬,内部光滑细腻,不易黏结药品,不易污染原料,也易于清洗。但是,玛瑙研钵价格远比瓷质研钵高。因此,一般只有研磨要求比较高时才采用玛瑙研钵。

球磨机是一种非人工的机械研磨设备。球磨机一般在研磨试剂质量多、研磨力度大的情况下使用。因此,球磨机更适合扩大生产或者工业生产的需要。对于小计量的材料实验,一般使用瓷质研钵或玛瑙研钵即可。

有时为了使原料研磨得更加均匀,或者为了避免样品研磨时飞溅出去,可以在试剂中滴加少许容易挥发的、不与原料反应的有机试剂如乙醇或丙酮,把原料做成泥状再研磨。例如在使用无水 CaCl_2 作为原料时,由于它极容易吸潮,不便于研磨,因此研磨时可以适当滴加无水乙醇。

2.1.6 玻璃仪器的洗涤

材料实验中常用到的一些玻璃仪器主要包括试管、烧杯、圆底烧瓶、锥形瓶、量筒、容量瓶、吸量管等。这些玻璃仪器主要用于液体样品的盛装、存放和量取等。前面四个为容器类,可用于加热;后面两个为量器类,不能用于加热。图 2-3 为盛装液体样品的常用玻璃仪器。

对玻璃仪器可以采用水洗、洗涤剂洗以及特殊试剂洗涤几种方式来洗涤。一个洗涤干净的玻璃仪器,应该是玻璃内壁上不挂水珠的。对大多数玻璃仪器来说,只要选择大小和形状适宜的毛刷,用水或者洗涤剂就能基本洗刷干净。洗涤时一般采用“多次少量”的原则,即多洗几次,每次用水或洗涤剂的量不要过多,避免不必要的浪费。水洗时,每次倒入容器总

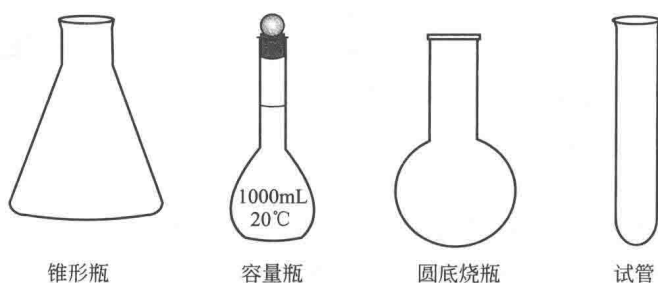


图 2-3 盛装液体样品的常用玻璃仪器

量 1/3 的水进行洗涤即可。有难以用水洗涤掉的有机物或油珠时，可以用乙醇或者工业丙酮洗涤。如果器皿里面附有较难洗的残余物，可利用无机酸、碱以及某些具有强氧化性的溶液进行洗涤。例如，用溶胶-凝胶法制备 BaTiO_3 的实验中，吸量管移取 $\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$ 后，吸量管中残留的 $\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$ 吸收空气中的水蒸气形成白色的水解产物（无定形的水合 TiO_2 ），该水解产物无法用蒸馏水洗涤干净，选择一定浓度的 NaOH 水溶液浸泡即可除掉。在本体聚合甲基丙烯酸甲酯制备有机玻璃时，对于爆聚而不能从烧瓶中去掉掉的聚甲基丙烯酸甲酯，可用工业丙酮长时间浸泡后处理或者直接高温处理使其熔化；在高温固相法制备长余辉材料实验中，可用一定浓度的硝酸溶液浸泡使用过的刚玉坩埚，以去除坩埚内残留的荧光粉。

此外，用得较多的强氧化性溶液是铬酸洗液。配制铬酸洗液时，可以按照重铬酸钾：蒸馏水：浓硫酸 = 1：2：20 的质量比进行混合。在一定温度如 60°C 下，使重铬酸钾在水中充分溶解，冷却后再边搅拌边慢慢加入浓硫酸，得到红褐色的混合溶液。利用铬酸洗液洗涤玻璃仪器时，最好能把易于去除的残余物去除掉，并把器皿干燥，加入洗液后浸泡一段时间。铬酸洗液氧化能力很强，使用时应注意不要弄到衣服和身体上，以免发生伤害。多次使用后，铬酸洗液会变成绿色，表明铬酸洗液失去了氧化能力而不能继续使用。

2.1.7 玻璃仪器的干燥

玻璃仪器如烧杯、试管和烧瓶等的干燥一般可采用倒置自然晾干、鼓风吹干以及加热烘干。不需急用的玻璃仪器可以洗涤干净后，在仪器架或仪器柜中倒置自然晾干。如需急用，洗涤干净后，可用无水乙醇等易挥发的有机试剂润洗一次，在吹热风或冷风的基础上，在气流烘干器上使其快速干燥（电吹风也可用于单件玻璃仪器的快速干燥）。短时间内难以干燥的玻璃仪器，可以放到恒温干燥箱内干燥。在恒温干燥箱内干燥前，应预先先把器皿内的水倒干净，可以人工稍微用力甩干，避免残余水成股流到烘箱的加热元器件上损坏仪器。烘烤温度设置为在略高于水的沸点温度以上如 105°C 即可。注意，作为计量用的玻璃仪器如量筒一般不能在烘箱中烘烤，以免影响量筒刻度的变化。

2.1.8 加热方式

材料实验室常用的加热方式主要包括水/油浴加热、电热套加热、恒温干燥箱加热以及高温电阻炉（马弗炉）加热等。图 2-4 为实验室常用到的三种类型加热仪器（设备）。

水浴加热一般用于对实验过程中的玻璃仪器进行加热，加热温度一般低于水的沸点



图 2-4 实验室常用加热仪器

100℃。水浴加热均匀，温度容易控制，适合于低沸点物质的加热。水浴加热时要注意如下几点：①使水浴液面略高于反应容器内的液面；②加热过程中注意水位高度，应及时添加水分；③与水反应或与对水敏感的试剂反应，应注意避免与水（蒸汽）接触；④如果加热温度接近 100℃，可用沸水浴或者蒸汽浴；⑤如果加热温度要稍高于 100℃，可选用适当的无机盐饱和水溶液作为加热介质。例如，NaCl 饱和溶液的沸点温度为 109℃，CaCl₂ 的饱和溶液沸点温度为 180℃。实验室用于水浴加热的装置主要有恒温水浴锅，也可以用恒温磁力搅拌器。利用这些装置进行水浴加热前，一定要预先检查加热器件中是否有水，水位是否达到了相应的高度，避免缺水加热引发安全事故。

油浴加热，通过改变加热介质，可使所需加热温度高于水的沸点温度。油浴适宜温度为 100~250℃。常用的油（有机物）主要有甘油（150℃以下）和液体石蜡（200℃以下）。植物油如菜籽油可以加热到 220℃，使用时加入 1% 对苯二酚等抗氧化剂。硅油或真空泵油是目前实验室较为常用的油浴，它们的加热温度都可以达到 250℃，并且热稳定性好、透明、安全。

除了利用水或者有机试剂作为传热介质，也可用空气作为传热介质。例如把容器放在石棉网上用酒精灯加热或用电炉加热都是利用热空气来传热的，它们是最简单的空气浴。实验室最常用的空气浴加热装置是电热套。电热套加热可实现高强度快速对目标物进行加热。电热套一般可以加热至 400℃，并且具有效率高、不容易引起着火等优点。

恒温干燥箱更多的是用于干燥玻璃仪器或材料的干燥，而不是用于反应加热。不过，水热反应通常是把水热反应釜放在恒温干燥箱中进行的。高温电阻炉是最常用的固相反应加热方式，其加热温度较高，可达几百度甚至上千度。微波加热是利用 0.3~300GHz 之间的电磁波来进行加热的。微波加热意味着将微波电磁能转变为热能，其能量是通过空间或媒质以电磁波形式来传递的，对物质的加热过程与物质内部分子的极化有着密切的关系。当介质材料放入微波场中后，介质材料中新形成的偶极子或原有的偶极子，在高频交变电磁场中发生重排，产生类似于摩擦的作用，从而把微波能转变为大量的热能。只有对微波具有吸收作用的物质才会被微波加热，所以微波加热具有很好的选择性。由于微波加热是体加热，有别于传统由表及里的加热方式，微波加热时物质加热升温的速率很快，并且加热效率高。微波加热安全、卫生、无污染，具有很强的杀菌作用。实验室中微波合成一般在家用微波炉或经改装的微波炉中进行，现在已经有专用的微波化学反应仪器。一般用不吸收微波的玻璃仪器或者聚四氟乙烯作微波加热的反应容器。对于无挥发性的反应体系，包括反应物、产物、溶剂

和催化剂等，可直接置于微波炉中的开口反应器中反应。在微波的液相合成中，通常以极性溶剂如水和乙醇作为反应介质。利用微波炉进行实验时应该注意：不能使用金属器皿进行加热；反应物必须具有极性；未知反应条件的化学反应，应先从小功率开始实验摸索。

2.1.9 常用的可加热器皿

在加热设备上（内）使用的设备主要包括烧杯、圆底烧瓶、蒸发皿、坩埚等。烧杯、圆底烧瓶以及蒸发皿等通常在较低温度下使用。例如，可以利用烧杯直接在水浴锅中加热合成白炭黑；又如，利用圆底烧瓶，直接在水浴锅中加热制备有机玻璃。蒸发皿更多的用于产物的干燥，因而一般利用恒温干燥箱来进行加热；再如，用燃烧法制备材料时，可以把原料直接放在蒸发皿中，在电阻炉中加热以使反应进行。图 2-5 为实验室常用来干燥或煅烧样品的耐高温器皿。

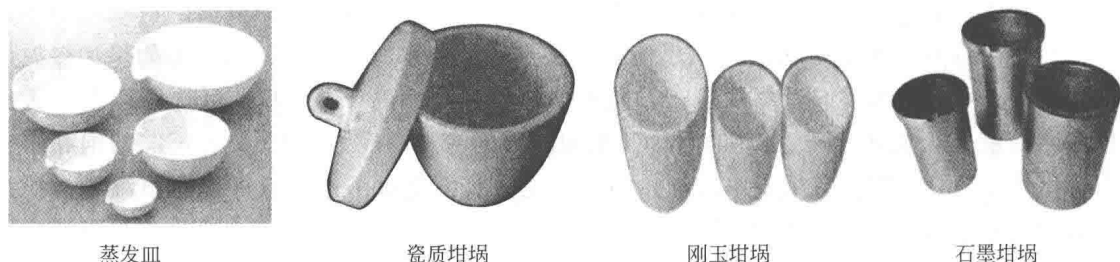


图 2-5 样品煅烧常用耐高温器皿

坩埚一般在较高的温度下使用，通常在电阻炉中直接加热。根据材质的不同，坩埚可分为瓷坩埚、刚玉坩埚以及石墨坩埚等类型。瓷坩埚的使用温度较低，且不耐苛性碱和碳酸钠的腐蚀。普通磁坩埚在煅烧温度达到 800°C 以上时，如果长时间煅烧，其表面的釉质就会熔化。刚玉坩埚为氧化铝含量超过 95% 以上的坩埚，具有较好的耐酸碱腐蚀性，并且具有良好的高温绝缘性和机械强度。刚玉坩埚能承受的最高煅烧温度与氧化铝的含量有关。氧化铝含量越高，坩埚所承受的煅烧温度越高。常用的刚玉坩埚（氧化铝含量约为 99%）所承受的最高煅烧温度可超过 1600°C 。石墨坩埚耐温高，不易和易烧结的物质反应，但必须在真空或者还原气氛下使用，否则高温很容易被氧化。此外，价格上石墨坩埚也比较贵。材料化学实验中，用得最多的是刚玉坩埚。例如，高温固相法制备长余辉材料时，一般用刚玉坩埚作为反应容器；溶胶-凝胶法制备钛酸钡时，所得干凝胶的煅烧也可在刚玉坩埚中进行，如果煅烧的温度不高，也可在瓷坩埚进行。

2.1.10 固液混合物的分离

在材料化学实验中，液相反应中得到的产物需要被分离出来，有些固体产物也需要进一步洗涤以除掉杂相。因此，固液混合物的分离也是一项常规的基本操作。根据混合物中固体粒子的尺寸大小以及数量的多少，可以选择不同的分离方法。如果固体粒子较大，在溶液中易于沉淀，可以通过简单的静置和直接倾倒加以分离。材料实验室中常用的分离装置主要有普通（常压）过滤分离、抽滤（减压）分离以及电动离心分离等。

普通过滤分离具有器具简单易得、操作方便等优点。过滤分离只需要利用一张滤纸、一个普通玻璃漏斗以及一个铁架台即可进行。常用于少量的、易于分离的固体和液体混合物的

分离。

抽滤（减压）装置包括抽滤（吸滤）瓶、布氏漏斗和水泵（或真空泵）等几个部分，如图 2-6 所示。通过水泵的工作，使抽滤瓶中产生负压，从而加速固液混合物的分离。因此，分离的量比较多，固体粒子的尺寸可以比较小。采用普通过滤装置难以分离时，可以采用抽滤装置进行抽滤（减压）分离。但是，混合物中固体粒子的粒径不宜太小，否则可能堵塞滤纸的空隙使固液混合物无法分离，而吸滤瓶内又产生过高的负压导致水泵损坏。例如，在用沉淀法制备白炭黑的时候，因为产物是细小的无定形 SiO_2 水合物，抽滤分离所需要的时间太长，一般不建议采用抽滤来进行分离洗涤。



图 2-6 抽滤（减压）装置的主要部件

2.2 高温电阻炉的简介与使用

电阻炉是利用电流使炉内电热元件或加热介质发热，从而对物料加热的工业炉。依据外观形状，电阻炉可分为箱式炉和管式炉等类型，如图 2-7 所示。箱式炉的外形像四方的箱子，通常具有一个较大的炉膛，可以用来放置各种待加热材料。管式炉是在炉子中部穿插了一个耐高温的管子如刚玉管（直径一般在 10cm 左右）。管式炉的优势在于能很好地控制管内的气氛。电阻炉的组成一般包括炉体（加热部分）和温度控制器（控温部分）两个部分。炉体中有两个重要的组件即电热元件和测温元件。电热元件一般为硅碳棒（最高加热温度不超过 1400°C ）和硅钼棒（最高加热温度可达 1600°C ）。硅碳棒的电阻在热时比冷时要小，因此加热速度不宜过快，避免温度升高后电流过大，超过容许值。硅钼棒在低温 $400\sim 700^{\circ}\text{C}$

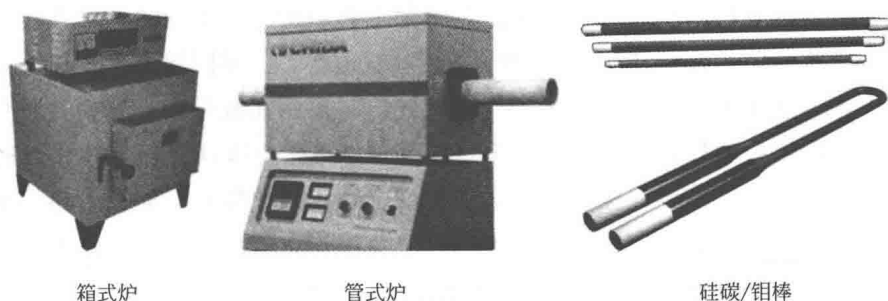


图 2-7 电阻炉和加热元件