

• 高 等 学 校 教 材 •

材料化学实验

CAILIAO HUAXUE SHIYAN

李善忠 主编



化学工业出版社

• 高 等 学 校 教 材 •

材料化学实验

CAILIAO HUAXUE SHIYAN

李善忠 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书介绍了金属材料、无机非金属材料、纳米材料、高分子材料等材料化学实验的基本知识、相关原理、实验技术和研究方法。全书共 43 个实验, 每个实验都详细地列出了实验目的、实验原理、实验仪器及药品、实验步骤、注意事项, 以及实验开拓与创新、思考题。其中既有经典的实验, 也有一些反映学科前沿的新技术、新方法和新成果的新型实验。本书内容丰富, 理论与实践相结合, 简明易懂, 实用性强, 可作为高等院校材料化学专业师生的教学用书, 也可作为从事材料生产的技术人员及其他涉及材料化学实验领域的研究人员的参考用书。

图书在版编目 (CIP) 数据

材料化学实验/李善忠主编. —北京: 化学工业出版社,
2011. 5

高等学校教材

ISBN 978-7-122-10674-2

I. 材… II. 李… III. 材料科学-应用化学-化学实验
IV. TB3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 034859 号

责任编辑: 杨 菁
责任校对: 宋 玮

文字编辑: 徐雪华
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: 北京云浩印刷有限责任公司

装 订: 三河市前程装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 9 字数 209 千字 2011 年 4 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: 21.00 元

版权所有 违者必究

前 言

创新型应用人才的培养，日益成为社会各界的共识。随着高等教育对创新型应用人才培养模式的不断探索，实验教学越来越受到广泛关注和重视。教育部的高等学校实验教学示范中心建设工作，省教育厅的高等学校基础课实验教学示范中心建设工作，各高等学校对实验室资源的整合，都在引导促进优质实验教学资源的整合、优化和共享，都在大力提高大学生的自学能力、实践能力和创新能力。这为创新型应用人才的培养，建立了良好的硬件条件。各相关高等学校在对实验硬件改进的同时，对实验教材也都进行了修改和补充，并不断创新。新教材注重传统实验与现代实验的融合，注重实验与科研、与工程、与生产实践应用的融合，因而富有改革特色，适应了社会经济发展对人才培养的新要求。

进入新世纪以来，社会经济快速发展，新材料产业成为三大新兴支柱产业之一。社会对材料专业人才的需求量越来越大，越来越多的高等学校开设了金属材料专业、无机非金属材料专业、高分子材料科学与工程专业、复合材料等专业。材料科学由材料化学、材料物理和材料工程三大基石组成，材料化学涉及材料的组成、结构、性能、制备和加工方法等。在高等学校对材料类专业人才的培养中，材料化学实验，作为重要的实践教学环节，对大学生的实践技能和创新能力的培养起到至关重要的作用。在深化实验教学体系改革的形势下，为使材料化学实验教材更加适应材料类专业的发展和社会发展的需要，为使其更加有利于学生的自学能力、实践能力和创新能力的培养，编者对本教材的编写尝试加入创新思维的视角，以期获得更好的实践教学效果。

本材料化学实验教材整合了近年来相关金属材料、无机非金属材料、高分子化学、纳米新材料、聚合物加工与成型的实验教学经验，通过修改与补充，尝试加入创新思维与自主训练的元素，结合本学科和产业发展的一些新动向，融入编者近年来的科研成果编撰而成。编写本书的目的方面是为高等院校的材料学科体系的化学实验教学提供教材，另一方面也希望能满足其他读者对材料化学实验技能和研究方法的训练的实际需要。

材料是人类社会进步和文明的标志，是人们日常生活与生产活动的物质基础。材料品种繁多，产量吨位大，应用广泛，经济效益高。现在每年全球生产约 200 亿吨各种材料，以满足全世界 60 亿人的各种需求。所以材料专业人才和许多非材料专业人才都需要了解材料化学的基本知识、实验技能和研究方法。

作为一本实验用书，本书筛选了传统材料的实验内容和研究方法，并融入现代新材料的科研成果和现代实验方法。结合各种材料的实际生产和应用，酌情加入了一些材料生产的原材料成本核算和生产安全因素，对于工业生产一线人员也具有参考意义。第 1 篇金属材料实

验包括 6 个实验，由韩桂泉和张晓波老师共同编写；第 2 篇无机非金属材料化学实验包括 6 个实验，由李善忠、徐高扬和营爱玲老师共同编写；第 3 篇纳米材料化学实验包括 7 实验，由宫俊琰、童志伟和张东恩老师共同编写；第 4 篇高分子材料化学实验包括 24 个实验，由李海虹、刘霖、马娟娟、王妍、张所信和张田林老师共同编写，全书由李善忠审定统稿。在每个实验的基本原理、实验步骤之后，分别给出了注意事项、实验拓展与创新和思考题，以帮助读者深入理解与掌握实验内容，并有所拓展有所创新。每章列出详细的参考文献，以便读者做进一步的了解。由于编者经验、能力有限，书中疏漏之处恳求读者批评指正。

编 者
2011 年 1 月

写给读者的话

材料是直接用于制造有用成品的物质，是人类生存与发展、征服自然和改造自然的物质基础，是人类文明的标志。从不断进步的科学技术发展史中可以看到材料的使用与发展的重要性，每发现一种新材料，都将带动科学的发展和技术的革命。世界上现有的材料约有几十万种，其种类还在以每年约 5% 的速度不断新增。21 世纪，科学技术将有更大的发展，材料的开发与制造将显得极其重要。材料、能源与信息技术成为现代文明的三大支柱，已经得到世界各国的公认。在材料科学与工程领域里奋斗的人们，将有着无限的前途。

材料化学是材料学与化学等学科相互渗透而形成的交叉边缘学科，与材料物理和材料工程一起构成了材料学的三大基石。材料化学在分子水平上研究材料的合成与制备理论、分子结构、凝聚态结构、结构与性能关系等，是材料科学发展的基础和学科的核心部分。材料化学既是材料科学的一个重要分支，又是化学学科的一个组成部分，具有明显的交叉和边缘学科的性质，并且具有明显的理论应用性质，在理论和实践上的重要性是不言而喻的。

1 材料化学实验的特点和任务

1.1 材料的现状

材料的分类主要依据是材料的物质结构和材料的功能应用。根据材料的物质结构可以分为金属材料、非金属材料 and 复合材料。非金属材料又可以分为无机非金属材料 and 有机非金属材料（也称为合成高分子材料）。因此材料化学实验课程体系，应该包括：金属材料、无机非金属材料、合成高分子材料和复合材料等，对其化学结构和凝聚态结构分析与表征，并完成合成工艺、制备方法、功能性质与应用等教学内容。结合编者近年来科研成果，本书加入了纳米材料的制备与表征实验。

1.2 材料化学实验的特点

1.2.1 实验的概念

“实验”是指为阐明某一现象而创造条件以便观察它的变化和结果的过程，或是指为验证某种科学理论假设而进行的操作活动。“实验”的定义带有验证的含义。

“试验”，是指为察看某事的结果或某物的性能而从事的活动，侧重于表达研究的意思。

“测试”的含义偏重于对材料性能的数值测量。因此在科学研究或生产中，当需要定量确定材料的某些（个）性能时，一般用“测试”来表述。

“检验”则是指用工具、仪器或其他（物理或化学的）分析方法检查材料是否符合规格的过程。工厂对产品的质量进行鉴别和评定时，一般称为产品“检验”。在商品流通过程中对商品的质量进行鉴别和评定时，一般也称为商品“检验”。

由以上分析可见，“实验”一词的含义与“试验”、“测试”、“检验”等词的含义不同。为论述方便起见，我们将“试验”、“测试”、“检验”等词的含义全部合并到“实验”之中。

1.2.2 材料化学实验的特点

材料化学实验是研究材料组成、合成方法、制备工艺和材料性能测试方法的实践教学课

程。材料化学实验包括金属材料、无机非金属材料、合成高分子材料和复合材料、纳米材料等，其研究内容十分广泛，具有以下特点：

① 与科学研究和生产实践紧密结合。科学技术的不断发展，各行各业对材料性能要求的提高，促进了各种新材料的研究、开发和生产。在材料的研究与开发中，新材料的分子设计和功能设计，最终通过实验制备完成。通过测试获得新材料的性能数据，判断其是否满足应用要求，如果不满足，则继续进行设计与测试。有时为了改进材料性能的测量方法，还要研究新的实验方法和测量手段。一旦设计制造的材料满足使用要求，则组织规模化生产，向社会提供商品。这一过程的核心是实验过程，所以材料化学实验与科学研究和生产实践紧密相连、互相促进、共同发展。

② 与物理、化学、物理化学等多学科相结合。随着人民生活水平的提高，对新材料的品种和功能的要求越来越多，对传统材料的使用也提出了新的要求。例如，石材从古到今都在使用，没有发现，也发现不了什么问题。但近年来，检测手段的提升，使人们对花岗岩、大理石的放射性有了警惕。另外，一些用回收“三废”材料研制的（新）材料是否有放射性或毒性，也使人担忧。材料在自然或人工环境长期作用下的变质问题也越来越得到人们的重视。解决合成、制备以及测试这些问题，需要物理、化学、物理化学等多门学科的理论知识和实验方法。所以，材料化学实验是综合多门学科的科学。

③ 传统实验方法与现代实验方法相结合。材料的制备方法和合成工艺有多种。按温度范围可分为高温和低温制备方法；按物质形态可分固相、液相和气相制备方法；按先后顺序可分为传统方法和现代方法。例如在无机非金属材料成分、结构、性能的测试方法中，有许多传统的测试方法，也有不少现代测试方法。因此，材料化学实验是传统实验方法与现代实验方法相结合的实验。

1.2.3 材料化学实验的任务

材料化学实验的任务，应从社会的发展和科学技术的发展对材料的需要，以及材料的研究与生产的特点来考虑。

当前，社会仍然需要大量的传统材料，这些材料的传统研究方法是以经验、技艺为基础，以配方筛选和性能测试与分析的方式来进行的。因此，通过对原料的特性、组成配方、界面性质、工艺性能与材料（及其制品）性能之间规律性的传统研究方法，可以表征传统材料的本质，形成和完善材料生产、应用的质量控制体系，也为材料的发展提供理论基础和实践根据。

随着社会和科学技术的发展，各行各业对大量新型材料的不断需要，沿用传统的方法是不大可能研制出具有独特性能的新型材料的。因为传统的宏观现象的研究只能对材料的宏观性能提供解释或表征，而不能准确地预测材料的性能，不能准确地指明新材料的开发方向。从现有的新材料的发展轨迹来看，几乎所有新型功能材料的研究都体现出化学与物理相结合、微观与宏观研究相结合、理论与技术相结合的特点。因此，要综合各门学科的知识来研究材料的改进和新材料的设计，通过各种先进技术来探索新材料的生产方法。

通过材料化学实验这个实践平台，可以培养从事材料的研究和生产的人才理论联系实际的能力、分析解决问题的能力、严谨的科学态度和实事求是的工作作风，更要培养创新应用能力。

2 实验的目的和任务

2.1 实验的目的

材料化学实验的目的是使实验者得到材料科学家和工程师素质的基本训练。随着材料产

业的发展,传统材料的改进和新材料不断增多,这就决定了材料化学实验课的特点:掌握传统材料的实验技能的同时,对陆续出现并不断完善和进步的新品种、新实验原理、新合成制备方法,要了解,要掌握。

现代材料的种类很多,其研究方法、合成方法、生产方法和质量检验方法也各有不同。由于教学时间和实验条件的限制,要全面涉足是不可能的。突出重点、兼顾其他是目前唯一的选择。但是,从思维方式和技术方法这两个角度来看,各种材料的合成、生产和质量检验也有许多相同之处,因此以点带面、触类旁通的训练是可能的。通过认真选做一些精选的、具有代表意义的实验,经过举一反三、融会贯通,可以为适应将来的工作打下坚实的理论、实践和创新能力的基礎。

2.2 实验的任务

材料化学实验的任务可以概括为完善知识结构、实验设计技术和方法;培养实验思路、操作能力和创新能力;培养理论联系实际的科学素养。

2.2.1 完善本专业的知识结构

材料化学专业的学生,主要学习材料生产制备与材料性能测试的基本知识和基本技能,掌握材料合成与性能的变化规律,为正确设计材料、生产材料和合理应用材料打好基础。

材料化学实验是材料学科知识的具体应用和深化。通过实验环节,在实验中巩固在理论课中学习的材料合成制备、性能及性能测试的理论知识,感受材料及其物质形态转化,掌握实验技能。从而完善本专业的知识结构,加深专业认识和理解。

2.2.2 培养和提高能力

材料化学实验的主要任务是通过基础知识的学习和实际操作训练,使学生初步掌握四大类材料实验的主要方法和操作要点,培养学生理论联系实际、分析问题和解决问题的能力。这些能力主要包括以下几点:

① 自学能力。能够自行阅读实验教材,按教材要求做好实验前的准备,尽量避免“跟着老师做实验,老师离开就停转”的现象。

② 动手能力。能借助教材和仪器说明书,正确使用仪器设备;能够用所学理论对实验现象进行初步分析判断;能够正确记录和处理实验数据、绘制曲线、说明实验结果、撰写合格的实验报告等。

③ 创新能力。能够利用所学的学科知识,或根据小型科研或部分实际生产环节的需求,完成简单的设计性实验。

2.2.3 培养和提高素质

实验教学不仅培养实验技能,形成感性认识,提高动手能力,更重要的是培养创新能力,培养和提高素质,主要是以下几个方面的素质:

① 探索精神 通过对实验现象的观察与分析,通过对材料物理化学性能测量数据的处理,探索其中的奥妙,总结其中的规律,提出新的见解,创立新的实验思路等。

② 团队精神 许多实验单人无法独立完成,有的要花上十几个小时甚至几天,必须多人分工合作。完成这类实验,可以提高实验小组成员的凝聚力和团队精神。褒扬团队精神,发挥集体力量,促进小组成员融洽关系,培养团队协作能力,在实验室里为将来的工作打下良好的基础。

③ 工作态度 刻苦钻研、严谨求实、一丝不苟的科学态度,才是实验过程中良好工作态度。

④ 人文素质 人文素质通常指人文科学知识和素养。知识的储备、实验的预习,会使实验者在实施过程中,表现出良好的实验素养。通过撰写较高质量的实验预习报告、实验报告、设计实验开题报告、实验课题总结报告等形式,可以更好地提高学生的人文科学知识和素养。

3 学习方法

培养创新型应用人才,注重创新能力的培养和自主训练,是当前实验教学改革的重要方向。其目的和重点是从被动学习转为主动学习。发挥主观能动性,把被动转为主动,才能搞好学习,成为具有真才实学的人。为了达到期望的主动型学习的实验教学效果,本书特别列出了实验拓展与创新的一项,供读者参考。

3.1 重视实验

创新型应用人才指具有创新精神和创新能力的人,具备专业知识、专业技能、创新能力和优良的内在素质。

为培养创新型应用人才,为适应材料产业与经济的迅猛发展及其特点,在课堂理论知识学习的基础上,重视实验,重视实验现象的分析思考,将实验中获取的支离破碎的感性认识,上升为理性认识,形成完整的动手能力。

重视实验,不仅因为它是基本技能训练,是动手能力培养的重要环节,更是完成理论-实践-理论这一循环上升的关节点,是创新型应用人才培养的必经之路。通过拓宽知识面、扩大视野,在实验室里全身心地投入实验,将实验技能与实际综合应用相联系,提高解决实际问题的能力,开启创新思维,从而在完整的实验训练之后,受益终身。

3.2 预习

为了使实验有良好的效果,实验前必须进行预习。明确实验步骤,对实验现象有预测、预想,对实验过程的记录有安排,对教材中的思考题有思考、有记录,等等。通常,预习应达到下列要求:

- ① 浏览实验教材,知道要做的实验项目的总体计划框架;
- ② 了解实验目的、实验原理、实验重点和关键之处;
- ③ 了解仪器设备的工作原理、性能、正确操作步骤;
- ④ 定量实验测量数据必须随手记录,预习实验项目时,根据实验内容设计表格是一项重要的基本功,应当着力设计好表格;
- ⑤ 教材中的思考题,是加深实验内容或对关键问题的理解。在实验前进行思考,可防止低级失误,提高实验质量;教材中的实验开拓与创新,是扩大学生视野的一些问题或者视角,供实验者进一步思考或者探索;
- ⑥ 对不理解的问题,及时查阅有关教科书,或列出清单请教师解答。

在材料的科研与生产中,材料的组成与分析、合成与制备、性能与应用测试,均由一系列的单项实验组成。材料化学实验也是如此,在做每个实验时要有整体实验的概念,要考虑每一步实验之间的联系、每步实验可能对最终实验结果产生的影响。

3.3 实验

实验室所设的实验,一般是技能训练型实验,或者是包含技能训练的自主型综合设计性实验。实验者需要根据教科书上的实验目的、原理、步骤等进行操作。因此,为达到良好的实验效果,要注意以下几点:

- ① 认真操作、细心观察，并把观察到的现象，如实详细地记录在实验报告中；
- ② 如果发现实验现象与实验理论不符合，或者测试结果出现异常，就应该认真检查原因，并细心重做实验，及时总结；
- ③ 实验中遇到疑难问题而自己难以解释时，应及时提请教师解答；
- ④ 实验过程保持安静，严格遵守实验室工作规则，防止出现意外事故；
- ⑤ 要在实验教学安排的有限时间里，保质保量地完成实验。

4 撰写实验报告

成功完成实验只是实验过程的第一步，撰写实验报告是将感性认识上升为理性认识的重要环节。实验报告是对实验的总结，对于验证型的实验，应解释实验现象，做出结论；对于测试型的实验，应根据测得的数据进行计算，求出最终结果，并分析测试结果的可信程度；对于综合型或设计型的实验，还要写出总体实验研究报告。

实验报告是教师检查学生学习情况和教学效果的一种重要方法，实验报告的优劣是教师给予实验成绩的根据之一。应认真查看教师批阅后发还的实验报告，明白对错，做好进一步总结。

编写实验报告是进行实践能力和训练的重要环节之一。因此实验操作时，仔细观察实验现象，在操作完成之后，要分析讨论出现的问题，整理归纳实验数据，对实验进行总结并做出结论，完成报告。更要把各种实验现象中得到的感性认识提高到理性认识，从而实现实验后的认识提升。在实验报告中还应完成指定的思考题，提出改进本实验的意见或措施等。

4.1 实验报告的基本格式

一个完整的实验报告应当包括的主要内容如下：

① 实验名称

② 实验目的

实验目的是对实验意图的进一步说明，即阐述该实验在科研或生产中的意义与作用。对于设计性实验，应指出该项实验的预期设计目标或预期的结果。

③ 实验原理

实验原理是实验方法的理论依据，或是实验设计的指导思想。实验原理包括两个部分：一是实验材料对实验条件环境（例如电场、磁场、温度、压力等条件）的反应，这是能够进行实验的基础。如果没有反应，实验就无法进行；二是实验仪器对该反应的接收与指示的原理，这是实验得以顺利进行的保障。仪器不能接收和指示反应的信号，实验现象就无法得到表征，实验就无法得到控制，就要更换仪器的类型或型号。

④ 实验仪器及药品

实验所需的主要仪器、设备、工具、试剂等。

⑤ 实验步骤

实验步骤表明操作顺序，一般包括药品准备、仪器准备、配料、合成反应、操作测试等几个部分，要求用文字简要地说明。视具体情况也可以用简图、表格、反应式等表示，不必千篇一律。

实验中的每一步，其实验现象包括材料的表观有无变化，测试环境有无变化，仪器运转是否正常，试样在实验过程中或调试中有无变化，实验中有无异常或特殊的现象发生等，要

做好记录。

原始数据记录是指在实验中，将所测数据按有效数据的处理方法进行取舍，以一定的格式整理并填写在预习报告里，事先设计好的表格（或教材的表格）中。

结果处理是指对原始数据进行分析，要注意影响实验测试结果的因素，找出过失误差、系统误差和随机误差，并进行相应的处理后，再按处理程序计算每个测试结果，并接着做出误差估计等结论，提出改进测试方法或测试仪器的意见或建议。

⑥ 注意事项

实验能否得以顺利完成，受到多种因素的影响。在充分预习实验的基础上，往往能够较好地把握实验成败的关键。但进入实验环节后，有的实验过程会与预想的不一致，或是受经验所限，或是因有所遗漏，或是实验条件不符合要求等。实验前仔细参阅这一部分内容有助于更好地把握实验成败关键。

⑦ 实验拓展与创新

创新型人才贵在其创新精神和创新能力，而创新精神与能力都来源于其创新思维。本教材设立此部分内容就是为了尝试建立一个创新思维的新视角，促进实验者在完成实验的同时，思考与实验相关的诸多问题。这些问题可以在实验报告之后进一步思考，更欢迎在实验报告中有所表述。

⑧ 思考题

思考题是提出实验内容中一些知识、原理和方法等类型的问题，启发帮助学生在完成实验的基础上，分析实验中出现的問題。实验报告中不能忽视回答思考题。

4.2 实验报告的改进格式

随着实验教学改革的不斷深入，实验报告的格式也发生了变化。目前各学校的做法不一，未形成统一（固定）的格式。实验报告一般要求写清楚以下主要内容：

- ① 数据测量的过程。
- ② 数据处理的过程。
- ③ 实验结果的分析讨论。
- ④ 实验过程中是否出现问题。如果出现问题，应写正确处理出现问题的经验和体会。
- ⑤ 实验的改进意见。

目 录

第 1 篇 金属材料实验

实验 1.1	金相显微镜的结构、使用与金相试样的制备	1
实验 1.2	金属材料硬度测试	6
实验 1.3	低碳钢和灰口铸铁的拉伸、压缩实验	12
实验 1.4	失重法测金属腐蚀速度	15
实验 1.5	缓蚀剂的评选	18
实验 1.6	不锈钢孔蚀击穿电位的测定	20
参考文献		22

第 2 篇 无机非金属材料化学实验

实验 2.1	水解法制备 α - Al_2O_3 超细粉末	24
实验 2.2	陶瓷的高温烧成	26
实验 2.3	粉体真密度的测定	28
实验 2.4	粉体比表面的测定——固液吸附法	30
实验 2.5	粉体粒度及其分布测定	33
实验 2.6	固体酸催化制备乙酸丁酯	39
参考文献		41

第 3 篇 纳米材料化学实验

实验 3.1	水热法合成零维二氧化钛及表征	42
实验 3.2	水热法合成一维 $\text{H}_2\text{Ti}_4\text{O}_9 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 纳米管及表征	43
实验 3.3	溶胶-凝胶法制备纳米二氧化钛及其性质研究	45
实验 3.4	Fe_2O_3 纳米材料的制备	47
实验 3.5	X 射线衍射物相定性分析	49
实验 3.6	透射电子显微镜的结构及图像观察	59
实验 3.7	扫描电子显微镜的结构及图像观察	62
参考文献		66

第 4 篇 高分子材料化学实验

第 1 章	自由基聚合及共聚反应	68
实验 4.1	甲基丙烯酸甲酯的本体聚合	68
实验 4.2	乙酸乙烯酯的溶液聚合	70
实验 4.3	水溶性丙烯酸树脂的合成	71

实验 4.4	苯丙乳液的制备 (乳液聚合)	73
实验 4.5	乙酸乙烯酯的乳液聚合——白乳胶的制备	76
实验 4.6	苯乙烯与丙烯腈共聚反应竞聚率的测定	77
实验 4.7	苯乙烯与马来酸酐的交替共聚	80
实验 4.8	中孔球形聚苯乙烯强酸性离子交换树脂的合成工艺	81
第 2 章	离子聚合	84
实验 4.9	苯乙烯的阴离子聚合	84
实验 4.10	四氢呋喃阳离子开环聚合	86
第 3 章	缩聚反应	88
实验 4.11	涤纶的合成及熔融纺丝	88
实验 4.12	聚苯硫醚的合成	89
实验 4.13	醇酸树脂缩聚反应动力学	91
实验 4.14	聚氨酯泡沫塑料的制备	93
实验 4.15	双酚 A 型环氧树脂的制备	94
实验 4.16	复合材料玻璃钢的制备	97
实验 4.17	环保型脲醛胶黏剂的合成工艺	100
实验 4.18	聚苯胺的制备和导电性测试	102
第 4 章	高分子化学改性实验	105
实验 4.19	聚乙烯醇的制备及其缩醛化反应	105
实验 4.20	聚丙烯腈的部分水解反应	107
实验 4.21	溶剂对淀粉羧甲基化反应的影响	108
实验 4.22	丙烯腈-丁二烯-苯乙烯接枝共聚物 (ABS 树脂) 的合成	110
实验 4.23	氯丁橡胶接枝聚甲基丙烯酸甲酯	112
实验 4.24	聚苯乙烯的氯甲基化及其与聚苯乙烯阴离子活性链的接枝反应	114
参考文献		117
附录 1	国际原子量表	118
附录 2	基本物理常数	119
附录 3	压痕直径与布氏硬度对照表	119
附录 4	部分钢材牌号	121
附录 5	常用有机溶剂的物理常数	124
附录 6	水在不同温度下的折射率、黏度和介电常数	125
附录 7	标准筛目数与粒度对照表	125
附录 8	某些表面活性剂的 HLB 值	126
附录 9	一些聚合物的溶剂和沉淀剂 (非溶剂)	127
附录 10	几种引发剂的链转移常数 C_1	127
附录 11	几种溶剂 (或调节剂) 的链转移常数 (60°C)	128
附录 12	在均聚反应中单体的链转移常数 C_M	128
附录 13	常用单体的精制	128
附录 14	引发剂的精制	130

第1篇

金属材料实验

实验 1.1 金相显微镜的结构、使用与金相试样的制备

1.1.1 实验目的

- (1) 掌握金相试样制备的基本操作方法
- (2) 熟悉金相显微镜的使用与维护方法
- (3) 了解金相显微镜的结构及原理
- (4) 了解浸蚀的基本原理，并熟悉其基本操作

1.1.2 实验原理

金相分析是研究工程材料内部组织结构的主要方法之一，特别是在金属材料研究领域占有非常重要的地位。金相显微镜是进行显微分析的主要工具，利用金相显微镜在专门制备的试样上观察材料的组织和缺陷的方法，称为金相显微分析。显微分析可以观察、研究材料的组织形貌、晶粒大小、非金属夹杂物、氧化物、硫化物等在组织中的数量和分布情况等问题，即可以研究材料的组织结构与其化学成分（组成）之间的关系，确定各类材料经不同加工工艺处理后的显微组织，判别材料质量的优劣等。

在现代金相显微分析中，使用的主要仪器有光学显微镜和电子显微镜两大类。由于光学的原因，金相显微镜的放大倍数为几十倍到 2000 倍，若观察工程材料的更精细结构（如嵌镶块等），则要用近代技术中放大倍数可达几十万倍的透射、扫描电子显微镜及 X 光射线技术等。以下仅简单介绍常用的光学金相显微镜。

1.1.2.1 金相显微镜的基本原理

显微镜的简单基本原理如图 1-1-1、图 1-1-2 所示。它包括两个透镜：物镜和目镜。对着被观察物体的透镜，叫做物镜；对着人眼的透镜，叫做目镜。被观察物体 AB ，放在物镜前较焦点 F_1 略远一点的地方。物镜使物体 AB 形成放大的倒立实像 A_1B_1 ，目镜再把 A_1B_1 放大成倒立的虚像 $A'_1B'_1$ ，它正在人眼明视距离处，即距人眼 250mm 处，人眼通过目镜看到的就是这个虚像 $A'_1B'_1$ 。显微镜的主要性能有：

(1) 显微镜的放大倍数 显微镜的放大倍数等于物镜和目镜单独放大倍数的乘积，即物镜放

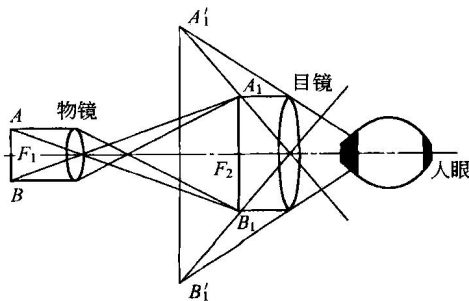


图 1-1-1 显微镜成像的光学简图

大倍数 $M_{\text{物}} = A_1 B_1 / AB$ ；目镜放大倍数 $M_{\text{目}} = A'_1 B'_1 / A_1 B_1$ ；显微镜放大倍数 $M = M_{\text{物}} \times M_{\text{目}} = A'_1 B'_1 / AB$ 。物镜和目镜的放大倍数刻在嵌圈上，例如 $10\times$ 、 $20\times$ 、 $45\times$ 分别表示放大 10 倍、20 倍、45 倍。

(2) 显微镜的鉴别率 显微镜的鉴别率是指它能清晰地分辨试样上两点间最小距离 d 的能力， d 值越小，鉴别率就越高。鉴别率是显微镜的一个最重要的性能，它决定于物镜数值孔径 A 和所用的光线波长 λ ，可用下式表示

$$d = \frac{\lambda}{2A}$$

式中 λ ——入射光线的波长；

A ——物镜的数值孔径。

λ 越小， A 越大，则 d 越小。光线的波长可通过滤色片来选择。蓝光的波长 ($\lambda = 0.44\mu\text{m}$) 比黄绿光的大 25%。当光线波长一定时，可改变物镜数值孔径来调节显微镜的鉴别率。

(3) 物镜数值孔径 数值孔径表示物镜的聚光能力，其大小为

$$A = n \cdot \sin\alpha$$

式中 n ——物镜与试样之间介质的折射率；

α ——物镜孔径角的一半 (见图 1-1-2)。

n 越大或 α 角越大， A 越大。由于 α 总是小于 90° ，当介质为空气时 ($n=1$)， A 一定小于 1；当介质为松柏油时 ($n=1.5$)， A 值最高可达 1.4。物镜上都刻有 A 值，如 0.25、0.65 等。

1.1.2.2 显微镜的构造

金相显微镜通常由光学系统、照明系统和机械系统三部分组成。有的显微镜还附有摄影装置或与电脑连接。现以图 1-1-3 所示 4XA 型台式金相显微镜为例加以说明。

(1) 光学系统

4XA 型台式金相显微镜的光学系统如图 1-1-4 所示。由灯泡发出的光经集光镜 2 与反光镜 3 聚集在孔径光阑 4 上，再经过照明辅助透镜 5、7，辅助物镜 9 聚集到物镜组 10 的后焦面上，然后通过物镜平行照射到试样 11 的表面。从试样表面反射回来的光线经物镜组 10 和辅助物镜 9，由半反射镜 8 转向，经过辅助物镜 12，棱镜 13，双筒棱镜组 14，成像在目镜 15 的前焦面上，最后以平行光线射向人眼供观察。

(2) 照明系统

参考图 1-1-3，在显微镜底座内装有一个低压 (6V, 15W) 卤钨灯泡作为光源，由底座内的变压器供电，调节次级电流可改变灯光的亮度。光源聚光系统、孔径光阑、反光镜等均安装在底座内，视场光阑及另一聚光镜安装在支架上，它们组成显微镜的照明系统，使试样表面获得均匀充分的照明。

(3) 机械系统

机械系统包括调焦装置、载物台、物镜转换器等。

① 调焦机构 采用钢球行星机构，粗调手轮 11 及微调手轮 12 共轴地安装在弯臂 10 两侧。调焦时，两手轮配合使用，可达到满意效果。

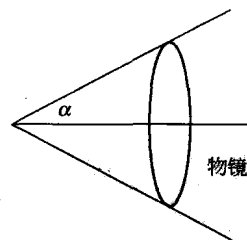


图 1-1-2 物镜的孔径角

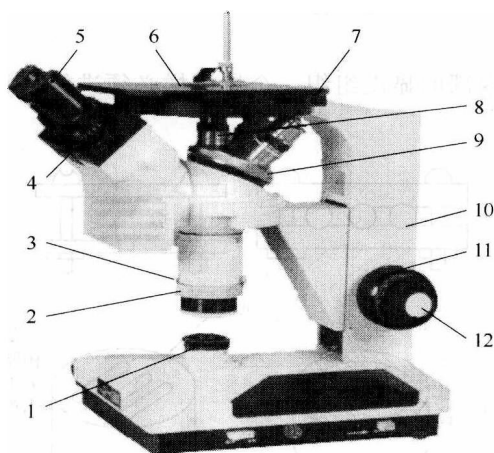


图 1-1-3 4XA 型金相显微镜外形结构图

1—孔径光阑；2—视场光阑；3—调节螺钉；4—双筒目镜管；5—目镜；6—托盘；7—载物台；8—物镜；9—物镜转换器；10—弯臂；11—粗调手轮；12—微调手轮

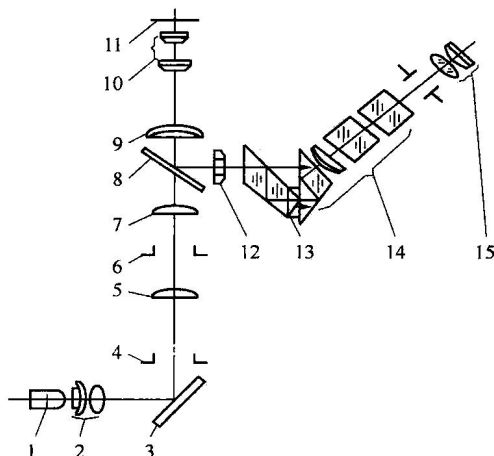


图 1-1-4 4XA 型金相显微镜的光学系统

1—灯泡；2—集光镜；3—反光镜；4—孔径光阑；5,7—辅助透镜；6—视场光阑；8—半反射镜；9,12—辅助透镜；10—物镜组；11—试样；13—棱镜；14—双筒棱镜组；15—目镜

② 载物台 用来放置金属试样。载物台 7 与托盘 6 之间有四方导架，用来引导载物台在一定范围内前后左右平稳移动，以改变试样的观察部位。

③ 孔径光阑和视场光阑 孔径光阑 1 装在照明反射镜座上面，调整孔径光阑能控制入射光束的粗细，以保证物像达到清晰的程度。视场光阑 2 在物镜支架下面，用以控制视场范围，在刻有直纹的套圈上方有两个调节螺钉 3，用来调整光阑的中心。

④ 物镜转换器 物镜转换器 9 呈半球形，上有三个螺孔，可安装不同放大倍数的物镜。旋转转换器可使各物镜进入光路，与不同的目镜配合，可获得各种放大倍数。

1.1.2.3 金相显微镜的使用方法

金相显微镜是一种精密的光学仪器，使用时要求细心谨慎。在使用显微镜工作之前首先要熟悉其构造特征以及各个主要部件的相互位置和作用，然后按照显微镜的使用规程进行操作。

金相显微镜的使用规程：

(1) 首先将显微镜的光源插头插到变压器上，通过低压 (6~8V) 变压器接通电源。转动拨盘可打开或关闭光源，还可以连续改变光源亮度。

(2) 根据放大倍数选用所需的物镜和目镜，分别安装在物镜转换器上和目镜筒内，并将转换器转至固定位置。在物镜和目镜上的标识除了种类等级符号外，一般在物镜上标注放大倍数和数值孔径 (如 SP40/0.25)，在目镜上标注放大倍数和视场直径 (如 PL10/18) 及机械筒长度 (如 160)。

(3) 移动载物台，使物镜位于载物台上中心孔的中央，然后将试样放在载物台上，使要观察的部位对准物镜，并用弹簧片压住试样。

(4) 首先转动粗调手轮将载物台下降，同时用眼睛观察，使物镜尽可能地接近试样表面 (但是不要相碰)，然后相反方向转动粗调手轮，使载物台渐渐上升以调节焦距，当视场亮度增强时，再改用微调手轮调节，直到物像变清晰。

(5) 适当调节孔径光阑和视场光阑, 以获得最佳质量的物像。

1.1.2.4 金相试样的制备方法

为了在显微镜下确切地、清楚地观察到金属内部的显微组织, 金属试样必须进行精心的制备, 试样制备过程包括取样、镶嵌、磨制、抛光、浸蚀等工序, 制备好的试样应无磨痕、无麻点、无水迹、腐蚀程度适中, 并且金属组织中的夹杂、石墨不得脱落, 否则将会严重影响显微分析的正确性。金相试样的夹持和镶嵌法如图 1-1-5 所示。

(1) 取样

取样部分及观察面的选择, 必需根据被分析材料或零件的失效特点, 加工工艺的性能以及研究目的等因素来确定。例如, 研究铸造合金时, 由于它的组织不均匀, 应从铸件表面、中心等典型区域分别切取试样, 全面进行金相观察。研究零件的失效原因时, 应在失效的部位取样, 在完整的部位取样, 以便于作比较分析。研究材料基层缺陷的非金属夹杂物时, 应在垂直轧制方向上切取横向试样; 研究夹杂物的类型、形状、材料的变形粒度, 晶粒被拉长的程度, 带状组织等, 应在平行于轧向切取纵向试样。在研究热处理后的零件时, 因为组织均匀, 可自由选取断面试样。对于表面热处理后的零件, 要注意观察表面情况, 如氧化层、脱碳层、渗碳层等。

取样时, 要注意取样方法, 应保证不使试样被观察面的金相组织发生变化。对于软材料可用锯、车等方法; 硬材料可用金相试样切割机切取或电火花线切割; 硬而脆的材料 (如白口铁) 可用锤击; 大件可用氧气切割等。

试样尺寸不要太大, 一般以高度 10~25mm, 观察面的边长或直径为 15~25mm 的方形或圆柱形较为合适。

(2) 镶样

一般试样不需要镶样, 尺寸过于细小, 如细丝、薄片、细管或形状不规则, 以及有特殊要求 (例如要求观察表层组织) 的试样, 制备时比较困难, 需要使用试样架, 利用样品镶嵌机, 把试样镶嵌在低熔点合金或塑料 (如胶木粉、聚乙烯及聚合树脂等) 中。

(3) 研磨

磨制分为粗磨、细磨、精磨。

① 粗磨 目的是磨去热处理的脱碳层或切割试样时留下的凹凸不平的部分, 以得到一个较为平整的表面。软材料 (有色金属) 可用锉刀锉平。一般钢铁材料通常在砂轮机上磨平。磨样时应利用砂轮侧面, 以保证试样磨平, 打磨过程中, 试样要不断用水冷却, 以防温度升高引起试样组织变化, 另外, 试样边缘的棱角如没有保存的必要, 可最后磨圆 (倒角), 以免在细磨及抛光时划破砂纸或抛光织物。

② 细磨 细磨在预磨机上进行, 预磨机的磨盘上装有 240~340 号水砂纸, 磨盘转速 450~550r·min⁻¹。预磨的目的是消除粗磨时在试样表面造成的粗糙的磨痕, 以缩短在金相砂纸上的操作时间。操作时打开水管阀门, 让水流保持在磨盘中心。手持试样, 凭感觉把试样放平并施加 10~20N 的压力。预磨时间一般不超过 1min。

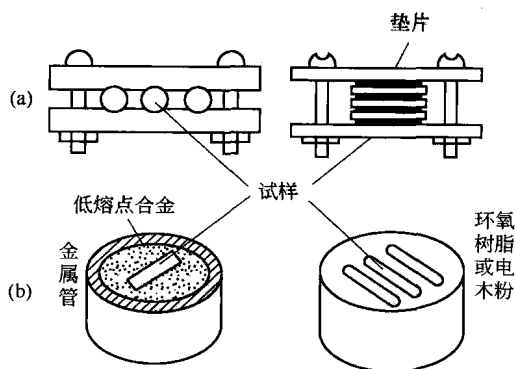


图 1-1-5 金相试样的夹持和镶嵌法

(a) 机械夹持法; (b) 镶嵌法