

材料化学基础实验

陈全亮 罗建斌 主编



CAILIAO HUAXUE JICHU SHIYAN



化学

工业出版社

材料化学基础实验

陈全亮 罗建斌 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

《材料化学基础实验》共分4章,第1章基础合成实验,主要涉及材料化学的基本实验技术和实验仪器。第2章研究性实验,提高学生对材料的应用方面的认识。第3章设计性实验,主要针对材料化学专业学生的知识背景,结合相关教师的科研成果,对实验进行设计,紧扣材料科学发展前沿,激发学生求知兴趣。第4章为附录,包括化学实验相关参数和相关化学知识,书后还附有编写本教材的主要参考文献,供读者在使用过程中查阅和参考。

全书共34个实验,通过基础合成实验、研究性实验到设计性实验三个层次的实验,培养学生的动手及创新能力。

本书可作为化学类、材料类专业本科生的教材,也可供相关人员参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

材料化学基础实验/陈全亮,罗建斌主编. —北京:
化学工业出版社,2018.10
ISBN 978-7-122-32779-6

I. ①材… II. ①陈…②罗… III. ①材料科学-
应用化学-化学实验-教材 IV. ①TB3-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2018)第174250号

责任编辑:李 琰 宋林青
责任校对:宋 夏

装帧设计:关 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149千字 2018年11月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888 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:28.00元

版权所有 违者必究

《材料化学基础实验》编写人员

主 编 陈全亮 罗建斌

参加编写人员 (以姓氏汉语拼音为序)

陈华林 陈全亮

罗建斌 石治川

万 静 杨胜韬

易文婧 雍 媛

周庆翰

前言

材料化学是一门新兴的交叉学科，属于现代材料科学、化学和化工领域的重要分支，是发展众多高科技领域的基础和先导。在新材料的发现和合成、纳米材料制备和修饰工艺的发展以及表征方法的革新等领域，材料化学作出了独到贡献。材料化学在原子和分子水准上设计新材料方面有着广阔的应用前景和战略意义。

《材料化学基础实验》课程是在化学基础课、基础化学实验和化学综合设计实验等课程的基础上构筑的独立实验课程。课程的目的是使学生在掌握材料化学知识的基础上，了解材料化学的研究方法和实验技术，提高学生运用材料化学的知识进行实验的能力。

本书在内容选择和体系构建时，既力求保证课程内容的系统完整，又避免重复；既保证了基本操作和基本技能的训练，也重视学生综合实验技能和创新思维的培养。全书共分4章，第1章基础合成实验，主要涉及材料化学的基本实验技术和实验仪器。第2章研究性实验，提高学生对材料的应用方面的认识。第3章设计性实验部分，主要针对材料化学专业学生的知识背景，结合相关教师的科研成果，对实验进行设计，紧扣材料科学发展前沿，激发学生求知兴趣。第4章为附录，包括化学实验相关参数和相关化学知识，书后还附有编写本教材的主要参考文献，供读者在使用过程中查阅和参考。

在本书编写中，除了我们自己对教学经验的总结以外，还参考了兄弟院校的相关教材，在此谨表感谢。由于编者水平有限，难免会出现疏漏与不足之处，敬请读者批评指正。

编者

2018年4月

目 录

第 1 章 基础合成实验	1
实验 1 聚合硫酸铁的制备	1
实验 2 苯乙烯的悬浮聚合	4
实验 3 工业纯碱 (Na_2CO_3) 的制备及含量测定	7
实验 4 溶胶-凝胶法制备纳米陶瓷粉体	10
实验 5 聚乙烯醇缩甲醛外墙涂料的制备	13
实验 6 牛奶中还原糖的测定	15
实验 7 葡萄糖杂质检测	18
实验 8 常见塑料和纤维的简易鉴别	21
实验 9 利用空间位阻效应制备纳米银胶体	24
实验 10 生物分子分散碳纳米管	27
实验 11 从红辣椒中分离红色素	29
实验 12 共沉淀法制备纳米四氧化三铁超顺磁颗粒	33
实验 13 失重法测金属腐蚀速率	36
第 2 章 研究性实验	39
实验 14 均匀沉淀法制备 ZnO 纳米材料	39
实验 15 草酸合铁 (Ⅲ) 酸钾的制备及表征	41
实验 16 MMA 的本体聚合	43
实验 17 无机硅酸盐耐高温涂料的制备	45
实验 18 羟基磷灰石陶瓷的制备	47
实验 19 生物玻璃及制品的制备	49
实验 20 溶胶-凝胶法制备巨磁材料	51
实验 21 苯丙乳液聚合及外墙乳胶漆的配制	54
实验 22 溶胶-凝胶法制备纳米二氧化钛粉体和多孔薄膜	56
实验 23 水热法制备 ZnS 纳米粒子	60

第3章 设计性实验 62

实验 24	Stober 法制备 SiO_2 微球并对其粒度进行分析	62
实验 25	水热法制备荧光碳量子点	64
实验 26	重结晶法合成多钨酸钒纳米团簇	67
实验 27	模板法合成三硫化二铋量子点	69
实验 28	钢中锰含量的测定	71
实验 29	磁性 $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ 纳米粒子的制备	73
实验 30	利用石墨烯处理含铬废水	75
实验 31	溶胶-凝胶法制备掺铈 Ti_xO_y 及其光催化氧化活性研究	77
实验 32	丙烯酰胺水溶液聚合及其作为絮凝剂的应用	80
实验 33	酚醛塑料的合成	82
实验 34	环氧树脂胶黏剂的合成、配制和应用	85

第4章 附录 88

4.1	特殊溶液的配制	88
4.2	常用化合物的分子量表	90
4.3	常用酸、碱的浓度	93
4.4	弱电解质的电离常数	94
4.5	常用指示剂	96
4.6	常用缓冲溶液 pH 范围	98
4.7	常用无机化合物的溶解度	99
4.8	标准电极电势	101
4.9	常见配离子的稳定常数	108

参考文献 109

第1章 基础合成实验

实验1 聚合硫酸铁的制备

实验目的

- (1) 掌握制备聚合硫酸铁的基本操作。
- (2) 了解制备聚合硫酸铁的基本原理。
- (3) 掌握比重计、恒温槽、酸度计、黏度计、微量滴定管等仪器的使用方法。

实验原理

聚合硫酸铁简称聚铁，英文缩写为 PFS，又称羟基硫酸铁，通式为 $[\text{Fe}_2(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_{3-\frac{n}{2}}]_m$ ($n>2$, $m\leq 10$)，是一种新型、优质、高效的铁盐类无机高分子混凝剂。聚合硫酸铁是一种无机高分子净水剂，具有很强的絮凝和沉降能力，且本身无毒，与其他絮凝剂如三氯化铁、硫酸铝、氯化硫酸铁、碱式氯化铝等相比，聚合硫酸铁具有生产成本低、投加量少、适用 pH 范围广、杂质去除率高、残留物浓度低等优点，在水处理领域中有着良好的应用前景，已广泛应用于工业废水（如食品、皮革、矿山、冶金、印染、造纸、石油等废水）、城市污水以及生活饮用水的净化处理。它具有很强的中和悬浮颗粒物的能力，有很大的比表面积和很强的吸附能力，是现在最高效的净水剂之一。本实验研究聚合硫酸铁的制备方法，并学习测定聚合物密度、黏度、浊度的方法。

聚合硫酸铁（PFS）的生产方法多种多样，根据使用的氧化剂，可将制备方法大致分为空气氧化法、硝酸氧化法、氯酸盐和双氧水氧化法。但无论使用哪种氧化剂，都需要经过氧化、水解、聚合步骤制得聚合硫酸铁。利用直接氧化七水合硫酸亚铁的方法合成聚合硫酸铁，设备简单、生产周期短、无污染、反应不用催化剂、产品不含杂质、稳定性高，对工业化生产具有一定的指导作用。

以 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 为原料，在适当的条件下，用 H_2O_2 做氧化剂将 Fe^{2+} 氧化为

Fe^{3+} ，控制一定条件，使 Fe^{3+} 先水合再经水解、聚合作用生成 PFS。基本反应如下：



仪器与试剂

仪器 三颈瓶 (250mL)、温度计套管、温度计、量筒 (100mL、250mL)、酸度计、电热恒温水浴锅、滴液漏斗 (100mL)、电动搅拌器、搅拌棒、电热恒温干燥箱、蒸发皿、表面皿、微量酸式滴定管、锥形瓶 (50mL)、电炉、比重计、黏度计。

试剂 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 、二苯胺磺酸钠 (0.2%)、 H_3PO_4 (浓)、 H_2SO_4 (浓)、 H_2O_2 (15%)、 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (0.1200mol · L⁻¹)、污水。

实验内容

(1) 聚合硫酸铁的制备

① 用托盘天平称取 30g 七水合硫酸亚铁放入 250mL 三颈瓶中，加入 50mL 蒸馏水、2 滴浓 H_2SO_4 ，于 40~50℃ 下加热使之完全溶解，整个溶液呈绿色（瓶底有少量棕黄色不溶物，不影响操作）。

② 用移液管移取 1mL 上述溶液于 50mL 锥形瓶中，依次加入 14mL 蒸馏水、2 滴 0.2% 二苯胺磺酸钠、2mL 浓 H_3PO_4 ，迅速用 0.1200mol · L⁻¹ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液滴定至溶液呈紫色且 30 s 内不褪色，计算原溶液中 Fe^{2+} 浓度。

③ 用酸度计测定溶液 pH 值，求溶液中 H^+ 浓度。

④ 用 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 或浓 H_2SO_4 调整溶液中 $[\text{H}^+]/[\text{Fe}^{2+}] = 0.35 \sim 0.45$ 。

⑤ 保持三颈瓶反应温度为 70~80℃，在充分搅拌下缓慢加入 7.6mL 15% 的 H_2O_2 (15s 加一滴)，滴加完毕，要在加热与搅拌下继续反应 15min，得到深红棕色液体，即为液态聚合硫酸铁。

⑥ 自然降温到室温，将溶液倾入蒸发皿中（沉淀弃去），加热蒸发浓缩。其间要不断搅拌，当溶液变稠时，改用小火加热，直至溶液非常黏稠搅拌困难为止。将此黏稠物连同搅拌棒一起置于恒温干燥箱中，于 105℃ 下烘 30min，取出。将半干的产品转移至已知质量的表面皿中，继续于 105℃ 下烘 45min 左右，使其完全干燥，即得灰黄色固体 PFS 产品。取出已干燥的产品冷却后称重，计算产率。

(2) PFS 产品性质实验

① 絮凝作用 取黄豆粒大小的产品加入盛 100mL 左右污水的杯中振荡，观察其絮凝和沉降能力。若溶液有红棕色，说明 PFS 放多了。

② 密度的测定 将若干组同学的产品合并在一起凑足 40g，用 100mL 蒸馏水溶解，转移至 100mL 量筒中测其密度。

③ 黏度的测定 用测过密度的溶液再测产品的黏度。

(3) PFS 中 Fe^{2+} 含量的测定

取 10mL $0.1200\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液，加水 115mL 稀释，取 10mL 刚配好的 PFS 溶液用稀释后的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液以微量滴定管进行滴定，计算溶液中 Fe^{2+} 含量。

实验数据记录与产品性能评价

(1) 实验数据记录

产量	
产率%	
絮凝作用	
黏度	
密度	
Fe^{2+} 含量	

(2) 产品性能评价

根据产品性质评价产品的性能。

注意事项

(1) 在酸性溶液中 Fe^{3+} 为黄色，对终点观察有干扰。所以要加入 H_3PO_4 ，由于 H_3PO_4 与 Fe^{3+} 可生成无色配合物 $\text{Fe}_2(\text{HPO}_4)_3$ ，可以消除 Fe^{3+} 的影响，同时降低 $\varphi_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}}$ ，使化学计量点的电位突跃增大， $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 与 Fe^{2+} 反应更完全，指示剂能较好地显色。

(2) 实验结果表明，在反应过程中，游离 H_2SO_4 的浓度较高时 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 溶解度较小， FeSO_4 被氧化的速率显著下降，并且不能很好地形成 PFS；只有当酸度较低时，才有利于 FeSO_4 的氧化并形成 PFS，但酸度过低， FeSO_4 在被氧化前易发生水解反应生成浅绿色或白色的 $\text{Fe}(\text{OH})_2$ 沉淀，较合适的酸度条件为： $\frac{[\text{H}^+]}{[\text{Fe}^{2+}]} = 0.35 \sim 0.45$ 。

(3) 20°C 时每 100g 水能溶解 40gPFS，其密度大于 $1.45\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ； 25°C 时，密度约为 $1.24\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

(4) 20°C 时黏度为 $11 \sim 13\text{mPa} \cdot \text{s}$ 。

(5) 溶液中 Fe^{2+} 含量不应大于 $1\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

思考题

(1) 在滴定 Fe^{2+} 时能否多加一些二苯胺磺酸钠？

(2) 在滴定 Fe^{2+} 过程中，加入浓 H_3PO_4 后为什么要迅速滴定？

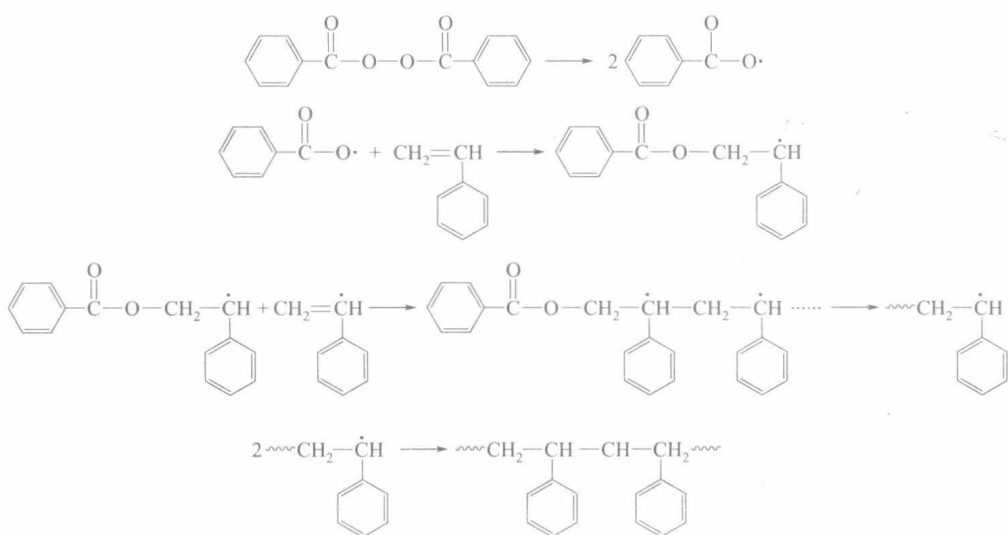
实验 2 苯乙烯的悬浮聚合

实验目的

- (1) 了解苯乙烯自由基聚合的基本原理。
- (2) 掌握悬浮聚合的实施方法，了解配方中各组分的作用。
- (3) 了解分散剂、升温速率、搅拌速率对悬浮聚合的影响。

实验原理

苯乙烯在水和分散剂作用下分散成液滴状，在油溶性引发剂过氧化二苯甲酰引发下进行自由基聚合，其反应如下：



悬浮聚合是由烯类单体制备高聚物的重要方法，由于水为分散介质，聚合热可以迅速排除，因而反应温度容易控制，生产工艺简单，制成的成品呈均匀的颗粒状，故又称珠状聚合，产品不经造粒可直接加工而成。悬浮聚合时单体以小液滴状悬浮在水中进行聚合，单体中溶有引发剂，一个小液滴相当于本体聚合中的一个单元。从单体液滴转变为聚合物固体粒子，中间经过聚合物-单体黏性粒子阶段，为了防止粒子相互黏结在一起，体系中需另加分散剂，以便在粒子表面形成保护膜。

苯乙烯是一种比较活泼的单体，容易进行聚合反应。苯乙烯在水中的溶解度很小，将其倒入水中，体系分成两层，进行搅拌时，在剪切力的作用下单体层分散成液滴，界面张力使液滴保持球形，而且界面张力越大形成的液滴越大，因此在作用方向相反的搅拌剪切力和界面张力的作用下液滴达到一定的大小和分布。而这种液滴在热

力学上是不稳定的，当搅拌停止后，液滴将凝聚变大，最后与水分层，同时聚合达到一定程度以后的液滴中溶有的聚合物也可使液滴相黏结。因此，悬浮聚合体系还需加入分散剂即聚乙烯醇（PVA）。

仪器与试剂

仪器 机械搅拌装置一套、水浴装置一套、布氏漏斗、抽滤装置一套、移液管、量筒（100mL、10mL）、烧杯若干、锥形瓶（50mL）。

试剂 过氧化二苯甲酰（BPO）、聚乙烯醇（DP=1799），苯乙烯（>99.5%）、去离子水。

实验内容

（1）如图 1 所示组装仪器

注：温度计要加温度计套管，搅拌器要加四氟密封塞。另外本实验的重点在于是否恰当地进行搅拌，所以为保证搅拌速度均匀，安装后机械搅拌棒要求可自由旋动无阻力。

（2）加料

注意加料顺序，特别要注意的是需待过氧化二苯甲酰完全溶解在苯乙烯中再加入其他物质。

配制 20mL 1.5% 的聚乙烯醇溶液并按表 1 要求添加其他药品（注：聚乙烯醇溶解时可加热至 90℃ 并用玻璃棒快速搅拌 30min）。

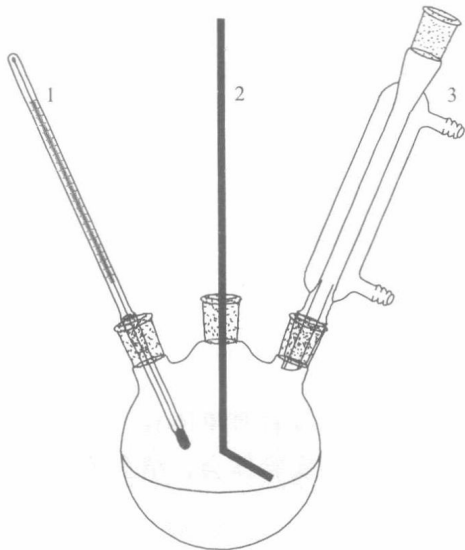


图 1 聚合反应装置图

1—温度计；2—搅拌器；3—冷凝管

表 1 实验各组分

组分	试剂	规格	用量
单体	苯乙烯	>99.5%	16mL
分散剂	聚乙烯醇(1.5%)	DP=1799	20mL
引发剂	BPO	精制	0.3g
介质	水	去离子水	130mL

（3）聚合

通水冷凝，启动搅拌器并控制在一定转速（400 转·min⁻¹ 以上），将温度升至 85~90℃（开始反应温度不要过高）开始聚合。反应 1~1.5h 之后体系中分散的颗粒变得发黏，此时注意控制搅拌速率。在反应后期将反应温度升高至上限，以加快反应，提高反应转化率。反应 2h 之后用吸管吸取少量颗粒于表面皿，观察颗粒是否变脆发硬，待颗粒变脆发硬便可结束反应。

(4) 后处理

停止加热后，一边搅拌一边用水将三口瓶冷却至室温（此时千万不可停止搅拌）。然后停止搅拌，取下三口瓶。产品用布氏漏斗过滤，用热水洗涤数次。最后在鼓风干燥箱于 50℃ 烘干，称量计算产率列于表 2。

结果分析

表 2 产率计算

理论产量/g	实际产量/g	产率/%

思考题

- (1) 结合悬浮聚合的理论，说明配方中各种组分的作用。如改为苯乙烯的本体聚合或乳液聚合，此配方需做哪些改动，为什么？
- (2) 分散剂的作用原理是什么？如何确定用量？改变用量会产生什么影响？如不用聚乙烯醇可用什么试剂代替？
- (3) 悬浮聚合对单体有何要求？聚合前单体应如何处理？
- (4) 根据实验体会，结合聚合反应机理，你认为在悬浮聚合的操作中，应特别注意哪些问题？

实验3 工业纯碱 (Na_2CO_3) 的制备及含量测定

实验目的

- (1) 掌握利用复分解反应及盐类的不同溶解度制备无机化合物的方法。
- (2) 掌握温控、灼烧、减压过滤及洗涤等操作。
- (3) 进一步理解酸碱平衡和强酸滴定弱碱的理论, 巩固滴定分析操作技能。

实验原理

纯碱是基本化工原料之一, 用途广泛。纯碱外观为白色粉末或细粒结晶, 味涩。分子量 105.99, 相对密度 d^{25}_{25} 2.532, 熔点 851°C 。易溶于水, 在 35.4°C 时其溶解度最大 (49.7g/100g 水)。

水溶液呈碱性, 有一定的腐蚀性。长期暴露在空气中能吸收水分与二氧化碳, 并结成硬块。

(1) Na_2CO_3 的制备原理

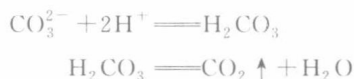
Na_2CO_3 的工业制法是将 NH_3 和 CO_2 通入 NaCl 溶液中, 生成 NaHCO_3 , 经过高温灼烧, 失去 CO_2 和 H_2O , 生成 Na_2CO_3 , 反应式为



本实验采用 NH_4HCO_3 与 NaCl 反应制备 NaHCO_3 。

(2) 产品纯度分析与总碱度的测定原理

常用酸碱滴定法测定其总碱度来检测产品的质量。以 HCl 标准溶液作为滴定剂, 滴定反应式如下



反应生成的 H_2CO_3 其过饱和的部分分解成 CO_2 逸出, 化学计量点时, 溶液的 pH 为 3.8~3.9, 以甲基橙作为指示剂, 用 HCl 标液滴定至橙色 (pH $\approx$ 4.0) 为终点。

仪器与试剂

仪器 恒温水浴锅、循环水真空泵、烧杯 (250mL)、布氏漏斗、蒸发皿、量筒 (100mL)、干燥器、台秤、分析天平、容量瓶 (250mL)、移液管 (25mL)、锥形瓶 (250mL)、酸式滴定管。

试剂 NaCl 、 NH_4HCO_3 、 HCl ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、甲基橙指示剂 ($1\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)、

无水 Na_2CO_3 (AR)。

实验内容

(1) Na_2CO_3 的制备

① NaHCO_3 中间产物的制备

取 25mL 含 25% 纯 NaCl 的溶液于小烧杯中，放在水浴锅上加热，温度控制在 $30\sim 35^\circ\text{C}$ 之间。同时称取 NH_4HCO_3 固体（加以研磨）细粉末 10g，在不断搅拌下分几次加入上述溶液中。加完 NH_4HCO_3 固体后继续充分搅拌并保持在此温度下反应 20min 左右，静置 5min 后减压过滤，得到 NaHCO_3 晶体。用少量水淋洗晶体以除去黏附的铵盐，再尽量抽干母液。

② Na_2CO_3 的制备

将上面制得的中间产物 NaHCO_3 放在蒸发皿中，置于石棉网上加热，同时必须用玻璃棒不停地翻搅，使固体均匀受热并防止结块。开始加热灼烧时可适当采用文火，5min 后改用强火，灼烧 0.5h 左右，即可制得干燥的白色细粉状 Na_2CO_3 产品。放干燥器中冷却到室温后，在台秤上称量并记录最终产品 Na_2CO_3 的质量。

③ 产品产率的计算

根据反应物之间的化学计量关系和实验中有关反应物的实际用量，确定产品产率的计算基准，然后计算出理论产量 $m_{\text{理论}}$ 及产品产率。

本实验用纯 NaCl 为原料，其纯度以 100% 计算。

(2) Na_2CO_3 (产品) 中总碱度的分析

① $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl 溶液的标定

准确称取 $0.15\sim 0.2\text{g}$ 无水 Na_2CO_3 三份（注意，称量前，将无水 Na_2CO_3 在 $270\sim 300^\circ\text{C}$ 下烘干），分别放于 250mL 锥形瓶中。加入约 30mL 水使之溶解，加入 2 滴甲基橙指示剂，用待标定的 HCl 溶液滴定至溶液由黄色恰变为橙色，即为终点。记下所消耗 HCl 溶液的体积，计算每次标定的 HCl 溶液浓度，并求其平均值及各次的相对偏差。

② 总碱度的测定

准确称取 $1.2\sim 1.5\text{g}$ 自制的 Na_2CO_3 产品于烧杯中，加入少量水使其溶解，必要时可稍加热以促进溶解。冷却后，将溶液定量转入 250mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，充分摇匀。平行移取试液 25.00mL 共三份于 250mL 锥形瓶中，加 20mL 水及 2 滴甲基橙指示剂，用 HCl 标准溶液滴定至溶液由黄色恰变为橙色，即为终点。记下所消耗 HCl 溶液的体积，计算各次测定的试样总碱度（以 $\text{Na}_2\text{O}\%$ 表示），并求其平均值及各次的相对偏差。

思考题

- (1) 本实验有哪些因素影响产品的产量？影响产品纯度的因素有哪些？
- (2) 一般酸式盐的溶解度比正盐要大，而 NaHCO_3 的溶解度为什么比

Na₂CO₃ 小?

(3) 无水 Na₂CO₃ 如保存不当, 吸收了少量水分, 对标定 HCl 溶液的浓度有什么影响? Na₂CO₃ 基准试剂使用前为什么要在 270~300℃ 下烘干? 温度过高或过低对标定有何影响?

(4) 标定 HCl 溶液常用的基准物质有哪些? 测定总碱度应选用何种基准物质? 为什么?

(5) 用 HCl 标准溶液滴定工业碱, 用甲基橙作为指示剂, 为何是测定总碱度? 为什么滴定至指示剂呈橙色即为终点?

[附注]

[1] 根据中华人民共和国国家标准 (GB 210—1992) 工业级纯碱的含量如表 1 所示。

表 1 工业级纯碱的含量

指标名称	优等品	一等品	合格品
总碱量(以 Na ₂ CO ₃ 计)≥/%	99.1	98.8	98.0
氯化物(以 NaCl 计)含量≤/%	0.70	0.90	1.20
铁(Fe)含量≤/%	0.004	0.006	0.010
水不溶物含量≤/%	0.04	0.10	0.15
烧失量≤/%	0.8	1.0	0.3

[2] NH₄HCO₃ 固体粉末不能一次性加入 NaCl 溶液中。NaHCO₃ 加热分解时应注意经常翻搅。

实验 4 溶胶-凝胶法制备纳米陶瓷粉体

实验目的

- (1) 了解使用溶胶-凝胶法制备纳米粉体的方法。
- (2) 制备纳米钛酸钡陶瓷粉体。

实验原理

1. 溶胶-凝胶法的简介

溶胶-凝胶法是指金属有机化合物或金属无机化合物经过溶液、溶胶、凝胶状态而固化,再经热处理而生成氧化物或其他化合物固体的方法。该法历史可追溯到 19 世纪中叶, Ebelman 发现正硅酸乙酯水解形成的 SiO_2 呈玻璃状, 随后 Graham 研究发现 SiO_2 凝胶中的水可以被有机溶剂置换, 此现象引起化学家注意。经过长时间探索, 逐渐形成胶体化学学科。从 20 世纪 30 年代至 20 世纪 70 年代矿物学家、陶瓷学家、玻璃学家分别通过溶胶-凝胶法制备出相图研究中均质试样, 低温下制备出透明 PLZT 陶瓷和 Pyrex 耐热玻璃, 核化学家也利用此法制备核燃料, 避免了危险粉尘的产生。这阶段把胶体化学原理应用到制备无机材料获得初步成功, 引起人们的重视, 认识到该法与传统烧结、熔融等物理方法不同, 引出“通过化学途径制备优良陶瓷”的概念, 并称该法为化学合成法或 SSG 法 (Solution sol gel)。另外, 该法在制备材料初期就进行控制, 使均匀性可达到亚微米级、纳米级甚至分子级水平, 也就是说在材料制造早期就着手控制材料的微观结构, 从而引出“超微结构工艺过程”的概念, 进而认识到利用此法可对材料性能进行剪裁。

溶胶-凝胶法不仅可用于制备微粉, 而且可用于制备薄膜、纤维、体材和复合材料。其优缺点如下所述: ①高纯度粉料 (特别是多组分粉料) 制备过程中无需机械混合, 不易引进杂质; ②化学均匀性好, 由于溶胶-凝胶过程中, 溶胶由溶液制得, 化合物在分子级水平混合, 故胶粒内及胶粒间化学成分完全一致; ③颗粒细, 胶粒尺寸小于 $0.1\mu\text{m}$; ④该法中, 不溶性颗粒均匀地分散在含不产生沉淀的组分的溶液中, 经溶胶凝化, 不溶性组分可均匀地分散在凝胶体系中, 不溶性组分颗粒越细, 体系化学均匀性越好; ⑤掺杂分布均匀, 可溶性微量掺杂组分分布均匀, 不会分离、偏析, 比醇盐水解法优越; ⑥合成温度低, 成分容易控制; ⑦粉末活性高; ⑧工艺、设备简单, 但原材料价格昂贵; ⑨烘干后的球形凝胶颗粒自身烧结温度低, 但凝胶颗粒之间烧结性差, 即体材料烧结性不好; ⑩干燥时收缩大。

钛酸钡 (BaTiO_3) 具有良好的介电性, 是电子陶瓷领域应用最广的材料之一。