

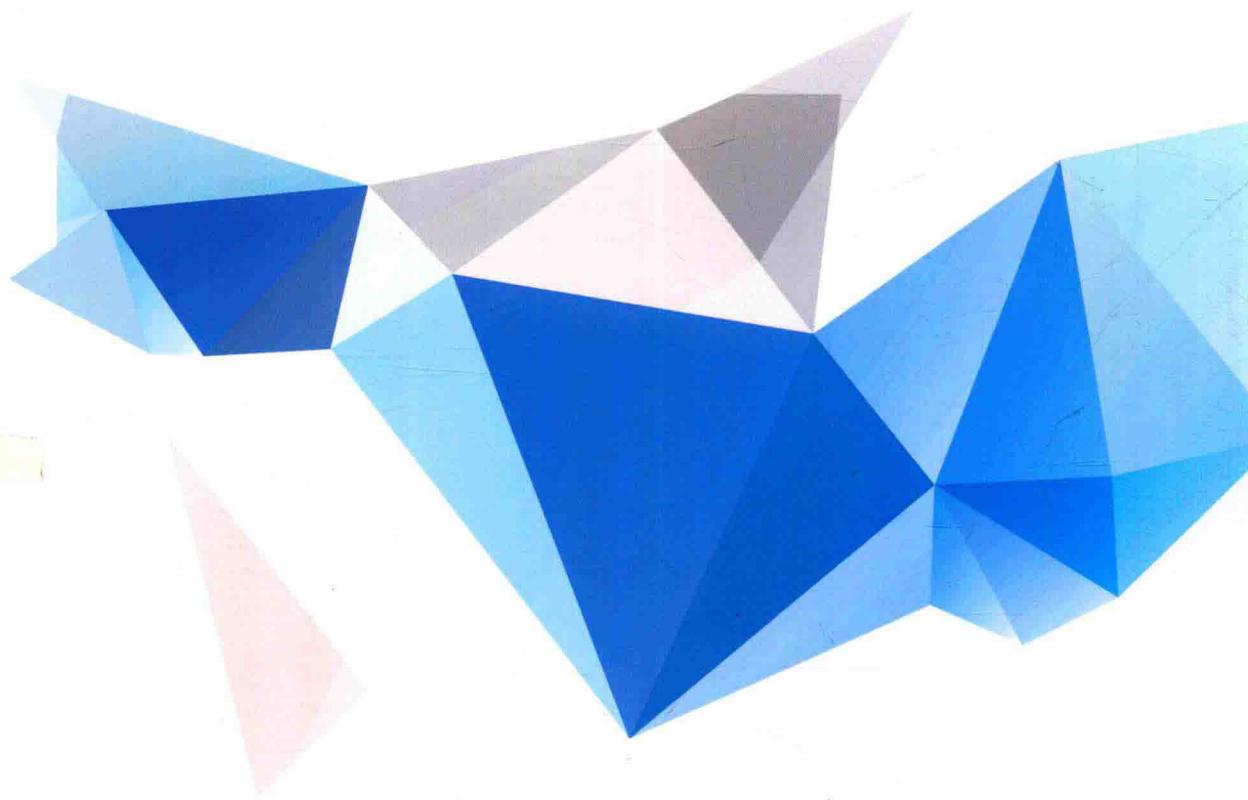


全国高等农林院校“十三五”规划教材

# 材料专业实验教程

CAILIAO ZHUANYE SHIYAN JIAOCHENG

董先明 喻 鹏 胡 冰◎主编



 中国农业出版社

全国高等农林院校“十三五”规划教材

# 材料专业实验教程

董先明 喻鹏 胡冰 主编



中国农业出版社

**图书在版编目 (CIP) 数据**

材料专业实验教程 / 董先明, 喻鹏, 胡冰主编. —  
北京: 中国农业出版社, 2017. 8

全国高等农林院校“十三五”规划教材

ISBN 978 - 7 - 109 - 23221 - 1

I. ①材… II. ①董… ②喻… ③胡… III. ①材料科学-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 184604 号

**中国农业出版社出版**

(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)

(邮政编码 100125)

策划编辑 曾丹霞

文字编辑 蔡 菲

中国农业出版社印刷厂印刷 新华书店北京发行所发行

2017 年 8 月第 1 版 2017 年 8 月北京第 1 次印刷

开本: 787mm×1092mm 1/16 印张: 14.75

字数: 353 千字

定价: 35.00 元

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

## 内 容 简 介

本教材是依据农林类普通高等学校材料专业的实验实践教学大纲编写的，目的是培养材料类专业学生的材料科学基础知识、基本技能、实践能力、创新能力等。全书共分为材料近代测试技术实验、材料科学基础实验、无机材料实验、高分子材料实验、设计性实验、研究性实验、综合性实验等7章，共计78个实验，内容涉及纳米材料、无机功能材料、有机高分子材料、生物质材料、新能源材料等诸多领域。在内容编排上，采用“基础-专业-综合”分层次的材料专业实验实践教学课程体系，并结合材料学科和农林院校特点，编写了适合农林院校材料专业如材料化学、材料科学与工程（含高分子材料）、生物质材料等的实验实践教学内容。

## 编 者 名 单

主 编 董先明 喻 鵬 胡 冰

副主编 禹筱元 罗 颖 周武艺 郭清兵

编 者 (按姓氏笔画排序)

马自军 刘 辉 李文艺 张淑婷

罗 颖 周武艺 胡 冰 禹筱元

钟美娥 高琼芝 郭清兵 屠 鵬

董先明 喻 鵬

# 前　　言

《材料专业实验教程》是依据农林类普通高等学校材料专业的实验实践教学大纲编写的，内容涉及无机功能材料、有机高分子材料、纳米材料、生物质材料、新能源材料等诸多领域。本教材通过跟踪材料领域国际上的最新进展，结合材料专业教师的科研成果，编排了适合材料专业的基本实验项目；同时注重实验的综合设计性、研究创新性及学科发展的前瞻性，编排了一些反映近代材料科学技术发展的实验项目；注重农林院校的特色，编排了一些与生物质材料、农用功能材料等相结合的实验项目。

本教材由华南农业大学董先明进行整体策划、编写大纲和前言，并编写第六章，华南农业大学周武艺编写第一章，湖南农业大学喻鹏编写第二章，华南农业大学禹筱元编写第三章，华南农业大学罗颖编写第四章，甘肃农业大学胡冰编写第五章，仲恺农业工程学院郭清兵编写第七章。华南农业大学张淑婷参与了第三章和第六章的编写，高琼芝参与了第四章和第五章的编写；湖南农业大学刘辉参与了第二章、第三章和第七章的编写，钟美娥参与了第二章的编写；甘肃农业大学马自军和屠鹏参与了第二章的编写；湖南科技学院李文艺参与了第一章的编写。

在本教材的编写过程中，得到了华南农业大学材料与能源学院材料化学系和材料专业实验教学团队、湖南农业大学理学院化学系、甘肃农业大学理学院材料化学系全体老师的大力支持与帮助，他们提出了许多宝贵意见；并得到了广东省“材料化学专业综合改革试点”建设项目、湖南省“化学类校企合作人才培养示范基地”建设项目、华南农业大学“材料实验教学示范中心”校级质量工程项目和湖南农业大学“材料化学专业综合改革试点”建设项目资助，在此一并表示衷心感谢。

本教材是编者长期实验实践教学工作的经验总结，并结合国内外专业参考文献和教材，力求做到既符合农林院校材料专业学生能力和素质培养的要求，又不失材料专业实验内容的系统性，是一本实用性较强的教学用书。

本教材适合农林院校材料专业如材料化学、材料科学与工程(含高分子材料)、生物质材料,以及与材料相关专业如木材科学与工程、应用化学等专业师生使用,也可供化学和材料领域研究工作者参考。

由于编者水平有限,教材中难免存在疏漏和不当之处,敬请同行和读者批评指正。

编 者

2017年1月

# 目 录

## 前言

<b>第一章 材料近代测试技术实验</b>	1
实验 1 纳米二氧化钛的晶体结构及解析	1
实验 2 纳米二氧化硅的红外吸收光谱测定	3
实验 3 材料的液-固界面接触角和表面张力测定	4
实验 4 氢氧化铁胶粒的 $\zeta$ 电位测定	8
实验 5 聚合物的差热-热重分析测试	10
实验 6 聚合物的差示扫描量热法测试	12
实验 7 凝胶渗透色谱法测试聚合物分子量分布	15
实验 8 材料断裂面的扫描电子显微镜表征	18
实验 9 偏光显微镜观察聚丙烯球晶生长	21
<b>第二章 材料科学基础实验</b>	23
实验 10 金相显微镜的构造及使用	23
实验 11 金相试样制备及显微观察	27
实验 12 材料力学性能测定	32
第一节 拉伸试验	32
第二节 压缩试验	34
第三节 冲击试验	36
实验 13 材料电学性能测试	38
实验 14 材料密度测定	40
实验 15 材料硬度测定	42
实验 16 粉体材料粒度及分布测定	45
实验 17 材料热膨胀系数测定	50
实验 18 玻璃透光率的测定	54
实验 19 膨胀计法测定聚合物的玻璃化转变温度	57
实验 20 材料导热系数的测量	59
实验 21 掺杂对液体表面张力系数的影响	62
实验 22 温度的电测法	65
<b>第三章 无机材料实验</b>	69
实验 23 水泥熟料中游离氧化钙的测定	69

实验 24	溶胶-凝胶法制备纳米钛酸钡陶瓷粉体	72
实验 25	水热法制备纳米二氧化钛	74
实验 26	水热法制备氧化铁纳米棒	76
实验 27	水热法制备 A 型分子筛	78
实验 28	共沉淀-微波法制备蓝色荧光粉 $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{F}_2:\text{Eu}$	79
实验 29	氧化法制备聚合硫酸铁及工业废水的处理	81
实验 30	沉淀法制备铅铬黄颜料	83
实验 31	二茂铁及其衍生物的合成和色谱分离	84
实验 32	酒石酸钙单晶的制备和测定	87
实验 33	高温固相法制备锂离子电池 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 负极材料及其电导率的测定	89
<b>第四章 高分子材料实验</b>		<b>92</b>
实验 34	有机玻璃的制备(本体聚合)	92
实验 35	白乳胶的制备(醋酸乙烯酯的乳液聚合)	93
实验 36	对苯二甲酰氯与己二胺的界面缩聚	95
实验 37	苯乙烯-顺丁烯二酸酐共聚物的合成	97
实验 38	苯乙烯的珠状聚合(悬浮聚合)	99
实验 39	膨胀计法测定苯乙烯本体聚合反应速率	100
实验 40	聚醚型聚氨酯泡沫塑料的制备	104
实验 41	聚合物电解质的制备及电性能测试	106
实验 42	聚乙烯醇缩甲醛的制备	108
实验 43	聚合物材料的应力-应变曲线测定	110
实验 44	聚合物材料的温度-形变曲线测定	113
实验 45	聚合物的流变性实验	117
实验 46	黏度法测定聚合物的相对分子质量	118
实验 47	聚合物熔体流动速率的测定	122
实验 48	聚合物密度测定及结晶度计算	127
实验 49	转矩流变仪测试聚氯乙烯热稳定性	129
<b>第五章 设计性实验</b>		<b>133</b>
实验 50	纳米氧化锌粉体材料的制备与性能测定	133
实验 51	废弃镍氢电池负极材料的综合回收	135
实验 52	高强轻质隔热砖的成型工艺及性能	139
实验 53	采用废弃聚苯乙烯泡沫塑料研制涂改液	142
实验 54	双酚 A 型环氧树脂胶黏剂的制备及性能测定	145
实验 55	防腐涂料设计及其防腐性能检测	150
实验 56	吹塑薄膜的配方设计及加工实验	152
实验 57	热固性塑料模压成型与性能测试	154
实验 58	天然橡胶配方设计及加工实验	157

## 目 录

实验 59 高分子材料的 3D 打印成型 .....	162
<b>第六章 研究性实验.....</b>	<b>165</b>
实验 60 水热法制备炭包碲化银纳米线 .....	165
实验 61 硫化镉-二氧化钛复合光催化剂制备及性能测试 .....	167
实验 62 纳米二氧化钛的水热合成及光催化活性测试 .....	169
实验 63 钆激活的钒酸钇荧光粉的高温固相合成与性能测试 .....	171
实验 64 以生物质材料为原料制备炭材料及其电性能研究 .....	173
实验 65 木材胶黏剂的制备及性能测试 .....	175
实验 66 水溶性丙烯酸树脂的合成及性能测试 .....	180
实验 67 环氧氯丙烷交联淀粉的制备 .....	183
实验 68 无机粉体增强热塑性塑料注射成型工艺与性能研究 .....	185
实验 69 木质素脲醛基载药微胶囊的制备及性能研究 .....	192
<b>第七章 综合性实验.....</b>	<b>195</b>
实验 70 锂离子电池 $\text{LiNi}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_2$ 正极材料的制备及性能研究 .....	195
实验 71 无机材料 $\gamma$ -氧化铝的制备与表征 .....	200
实验 72 发光二极管灯珠封装实验 .....	203
实验 73 丙烯酰胺的溶液聚合与聚丙烯酰胺的表征、改性、应用 .....	207
实验 74 复凝聚法制备明胶-阿拉伯胶含油微胶囊 .....	210
实验 75 原位聚合法制备相变储能微胶囊 .....	213
实验 76 竹塑复合材料的制备工艺与性能研究 .....	216
实验 77 阻燃型木塑复合材料的制备工艺与性能研究 .....	219
实验 78 速生草基层次孔生物炭材料制备、结构表征与性能研究 .....	222

# 第一章 材料近代测试技术实验

材料近代测试技术实验是平行于材料近代测试技术理论课而开设的，以实验操作为主的技能课程，是材料类专业学生的必修课。通过本章的实验课教学，学生进一步巩固和运用所学的材料科学方面的基本理论，掌握材料分析测试中的基本知识和基本技能，培养和提高自身的实践动手能力、创新能力和实际应用能力。本章主要包含了 X 射线衍射、红外光谱分析、材料表面润湿性、胶体  $\zeta$  电位分析、差热-热重分析、凝胶色谱分析、材料断裂面的扫描电镜表征、偏光显微镜分析等实验。本章内容可为材料专业学生开设材料近代测试技术实验、材料测试(分析)方法实验、材料结构表征实验、仪器分析实验、现代仪器分析技术实验等课程提供参考。

## 实验 1 纳米二氧化钛的晶体结构及解析

### 一、实验目的

- (1)了解 X 射线衍射仪的结构和工作原理；
- (2)了解 X 射线衍射仪的操作步骤；
- (3)掌握 X 射线衍射仪分析样品的基本制样方法；
- (4)掌握物相定性分析的过程和步骤；
- (5)了解 X 射线的安全防护规定和措施。

### 二、实验原理

#### 1. 布拉格定律

1912 年英国物理学家布拉格父子(W. H. Bragg, W. L. Bragg)提出了作为晶体衍射基础的著名公式——布拉格定律：

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (1-1)$$

式中： $\lambda$  为 X 射线的波长； $n$  为任何正整数，代表发生衍射的射线级次； $d$  为晶面间距； $\theta$  为入射线与晶面的夹角。布拉格定律简洁直观地表达了衍射所必须满足的条件。只有  $d$ 、 $\theta$ 、 $\lambda$  同时满足布拉格方程时，晶体才能产生衍射。

#### 2. 应用

单色 X 射线照射到粉末晶体或多晶体样品上，所得的衍射图称为粉末图。应用粉末图解决有关晶体结构问题的方法称为粉末法。根据衍射图来鉴定晶体物相的方法称为物相分析法。可用于定性分析和定量分析。

(1)物相定性分析。每一种结晶物质都有其特定的原子种类、原子排列方式和点阵参数，都有各自独特的化学组成和晶体结构。因此，当 X 射线被晶体衍射时，就如同人的指纹一样，每一种结晶物质都有自己独特的衍射花样。衍射线的位置仅与原子排列周期性有关，而

强度则取决于原子的种类、数量、相对位置等。衍射线的位置和强度完整地反映了晶体结构的两个特征，成为了辨别物相的依据。

多相物质的衍射花样互不干扰，相互独立，只是机械地叠加。根据某种物质的多晶体衍射线的条数、位置及强度，X射线衍射仪按给定的衍射条件自动采集衍射数据，启动检索程序后计算机进行寻峰处理，检索匹配项，并给出检索结果。

(2) 物相定量分析。已知波长 $\lambda$ ，测出 $\theta$ 后，利用布拉格公式即可确定点阵平面间距、晶胞大小和类型；根据衍射线的强度，还可进一步确定晶胞内原子的排布。这便是X射线结构分析中的粉末法的理论基础。

如果利用结构已知的晶体，则在测定出衍射线的方向 $\theta$ 后，便可计算X射线的波长，从而判定产生特征X射线的元素。这便是X射线谱术，可用于分析金属和合金的成分。

### 三、实验仪器与材料

(1) 仪器。粉末多晶X射线衍射仪，玛瑙研钵。

(2) 材料。纳米二氧化钛粉末，平板玻璃( $30\text{ cm}^2$ )数块，样品板。

### 四、实验步骤

(1) 打开空调，待室温到 $18^\circ\text{C}$ 左右再开机。打开墙壁开关盒的总开关，再将水冷设备打到“运行”状态，然后打开X射线衍射仪主机及计算机，开始预热，预热时间大约为0.5 h。

(2) 将制备好的样品板插入主机样品台上，关闭主机门。叠扫。

(3) 设置扫描方式、扫描速度、起始角、终止角等。设置完毕后，执行，确定。

(4) 测试结束后，计算机上方出现黄色存盘窗口，单击其进入数据存盘，计算机下方出现“测角仪正在快速转动”字样，等消失后方可换样或结束。再将工作条件逐步降到起始值，停止。

(5) 关闭主机，20 min后方可关闭冷水。关闭计算机，在设备上盖上护套。关闭空调，最后关闭开关柜中相应的电闸。

### 注意事项

(1) X射线是人的肉眼不可见的，能杀死生物细胞，被照射时人体没有任何感觉，实验中要特别注意防护。

(2) 仪器使用完毕，必须用吸尘器将测角仪内吸干净，如有样品落在台上，一定要将防护罩取下，将样品台打扫干净，避免脱落下来的样品腐蚀样品台。做超细微粒的实验时，除样品台需打扫干净外，测角仪表面也要用吸尘器清扫。

(3) 如果手上沾有样品，应将手洗净再操作。

### 五、实验结果与分析

记录实验所得结果(表1-1)。

表 1-1 纳米二氧化钛 X 射线衍射测试结果

编号	衍射角 $2\theta/(\text{°})$	衍射峰相对强度 $I/I_0$	半高宽
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			

## 六、思考题

- (1) 对每个衍射峰的  $2\theta$  值, 按其相对强度  $I/I_0$  的大小列表。
- (2) 根据表 1-1 列出的实验结果, 查索引和粉末衍射文件卡片 (JCPDS) 对照, 进行物相分析并确定未知样。

## 实验 2 纳米二氧化硅的红外吸收光谱测定

### 一、实验目的

- (1) 熟悉固体样品压片技术;
- (2) 掌握红外光谱测试方法与仪器使用规程;
- (3) 练习红外光谱解析方法。

### 二、实验原理

#### 1. 红外光谱法对试样的要求

红外光谱的试样可以是液体、固体或气体, 一般应满足如下要求:

(1) 试样应该是单一组分的纯物质, 纯度应大于 98% 或符合商业规格, 才便于与纯物质的标准光谱进行对照。多组分试样应在测定前尽量用分馏、萃取、重结晶或色谱法进行分离提纯, 否则各组分光谱相互重叠, 难于判断。

(2) 试样中不应含有游离水。水本身有红外吸收, 会严重干扰样品谱, 而且会侵蚀吸收池的盐窗。

(3) 试样的浓度和测试厚度应选择适当, 以使光谱图中的大多数吸收峰的透射比处于 10%~80% 范围内。

#### 2. 制样的方法: 固体试样压片法

将 1~2 mg 试样与 200 mg 纯溴化钾研细均匀, 置于模具中, 在油压机上压成透明薄片, 即可用于测定。试样和溴化钾都应经干燥处理, 研磨到粒度小于  $2 \mu\text{m}$ , 以免散射光影响。

### 三、实验仪器与材料

- (1) 仪器。AVATAR 360 FT-IR 型红外光谱仪(美国 Nicolet 公司), 压片机, 玛瑙研钵。
- (2) 材料。光谱纯溴化钾, 纳米二氧化硅粉末。

### 四、实验步骤

- (1) 开机。开启计算机, 运行 OMNIC 操作软件。检查计算机与主机的通信。
- (2) 固体样品测试。取干燥样品 1~2 mg 与 200 mg 光谱纯溴化钾放入玛瑙研钵中, 混匀研细, 取适量放入压片模具中, 将模具置于压片机中, 在 30 MPa 下压 30 s。减压、退模, 即得一透明片子。将其放在样品框中测试, 红外光谱扫描后得到图谱。

### 五、实验结果与分析

进行纳米二氧化硅粉末解谱练习, 根据理论课教材找出各峰归属。

### 六、思考题

- (1) 红外光谱样品如何制作? 要注意哪些事项?
- (2) 红外光谱图解析原则是什么?

## 实验 3 材料的液-固界面接触角和表面张力测定

### 一、实验目的

- (1) 了解液体在固体表面的润湿过程以及接触角的含义与应用;
- (2) 掌握用 JC2000C1 静滴接触角/界面张力测量仪测定接触角和表面张力的方法。

### 二、实验原理

润湿是自然界和生产过程中常见的现象。通常将固-气界面被固-液界面所取代的过程称为润湿。将液体滴在固体表面上, 由于性质不同, 有的会铺展开来, 有的则黏附在表面上成为平凸透镜状, 这种现象称为润湿作用。前者称为铺展润湿, 后者称为黏附润湿。如水滴在干净玻璃板上可以产生铺展润湿。如果液体不黏附而保持椭球状, 则称为不润湿。如汞滴到玻璃板上或水滴到防水布上的情况。此外, 如果是能被液体润湿的固体完全浸入液体之中, 则称为浸湿。上述各种类型的润湿如图 1-1 所示。

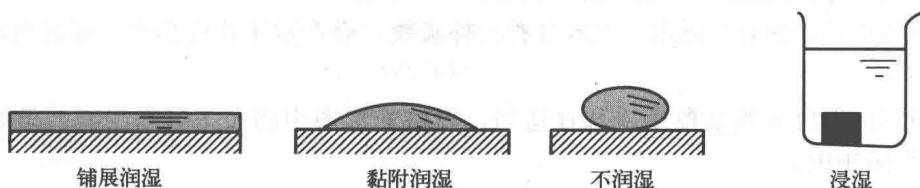


图 1-1 各种类型的润湿

当液体与固体接触后，体系的自由能降低。因此，液体在固体上润湿程度的大小可用这一过程自由能降低的多少来衡量。在恒温恒压下，当一液滴放置在固体平面上时，液滴能自动地在固体表面铺展开来，或以与固体表面成一定接触角的液滴存在，如图 1-2 所示。

假定不同的界面间力可用作用在界面方向的界面张力来表示，则当液滴在固体平面上处于平衡位置时，这些界面张力在水平方向上的分力之和应等于零，这个平衡关系就是著名的 Young 方程，即

$$\gamma_{SG} - \gamma_{SL} = \gamma_{LG} \cos \theta \quad (1-2)$$

式中： $\gamma_{SG}$ 、 $\gamma_{LG}$ 、 $\gamma_{SL}$  分别为固-气、液-气和固-液界面张力； $\theta$  是在固、气、液三相交界处，自固体界面经液体内部到气-液界面的夹角，称为接触角，在  $0^\circ \sim 180^\circ$ 。接触角是反映物质与液体润湿性关系的重要尺度。

在恒温恒压下，黏附润湿、铺展润湿过程发生的热力学条件分别是：

$$\text{黏附润湿} \quad W_a = \gamma_{SG} - \gamma_{SL} + \gamma_{LG} \geq 0 \quad (1-3)$$

$$\text{铺展润湿} \quad S = \gamma_{SG} - \gamma_{SL} - \gamma_{LG} \geq 0 \quad (1-4)$$

式中： $W_a$ 、 $S$  分别为黏附润湿、铺展润湿过程的黏附功、铺展系数。

若将式(1-2)代入式(1-3)、式(1-4)，则得到下面结果：

$$W_a = \gamma_{SG} + \gamma_{LG} - \gamma_{SL} = \gamma_{LG} (1 + \cos \theta) \quad (1-5)$$

$$S = \gamma_{SG} - \gamma_{SL} - \gamma_{LG} = \gamma_{LG} (\cos \theta - 1) \quad (1-6)$$

以上方程说明，只要测定了液体的表面张力和接触角，便可以计算出黏附功、铺展系数，进而可以据此来判断各种润湿现象。还可以看到，接触角的数据也能作为判别润湿情况的依据。通常把  $\theta=90^\circ$  作为润湿与否的界限。当  $\theta > 90^\circ$  时，称为不润湿；当  $\theta < 90^\circ$  时，称为润湿， $\theta$  越小润湿性能越好；当  $\theta$  等于  $0^\circ$  时，液体在固体表面上铺展，固体被完全润湿。

接触角是表征液体在固体表面润湿性的重要参数之一，由它可了解液体在一定固体表面的润湿程度。接触角测定在矿物浮选、注水采油、洗涤、印染、焊接等方面有广泛的应用。

决定和影响润湿作用和接触角的因素很多。如固体和液体的性质及杂质、添加物的影响，固体表面的粗糙程度、不均匀性的影响，表面污染等。原则上说，极性固体易为极性液体所润湿，而非极性固体易为非极性液体所润湿。例如玻璃是一种极性固体，故易为水所润湿。对于一定的固体表面，在液相中加入表面活性物质常可改善润湿性质，并且随着液体和固体表面接触时间的延长，接触角有逐渐变小趋于定值的趋势，这是表面活性物质在各界面上吸附的结果。

接触角的测定方法很多，根据直接测定的物理量分为四大类：角度测量法、长度测量法、力测量法、透射测量法。其中，液滴角度测量法是最常用的，也是最直截了当的一类方法。它是在平整的固体表面上滴一滴小液滴，直接测量接触角的大小。为此，可用低倍显微镜中装有的量角器测量，也可将液滴图像投影到屏幕上或拍摄图像后再用量角器测量，这类

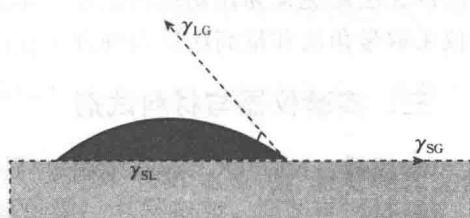


图 1-2 接触角

方法都无法避免人为作切线的误差。本实验所用的仪器 JC2000C1 静滴接触角/界面张力测量仪采取量角法和量高法这两种方法进行接触角的测定。

### 三、实验仪器与材料试剂

(1) 仪器。JC2000C1 静滴接触角/界面张力测量仪，微量注射器，容量瓶，镊子。

(2) 材料与试剂。玻璃载片，涤纶薄片，聚乙烯片，金属片(不锈钢、铜等)；无水乙醇，甲醇，异丙醇，正丁醇，十二烷基苯磺酸钠(或十二烷基硫酸钠)。十二烷基苯磺酸钠溶液的质量分数：0.01%，0.02%，0.03%，0.04%，0.05%，0.10%，0.15%，0.20%，0.25%。

### 四、实验步骤

#### 1. 接触角的测定方法

(1) 开机。将仪器插上电源，打开计算机，双击桌面上的 JC2000C1 应用程序进入主界面。单击界面右上角的活动图像按钮，这时可以看到摄像头拍摄的载物台上的图像。

(2) 调焦。将进样器或微量注射器固定在载物台上方，调整摄像头焦距到 0.7 倍(测小液滴接触角时通常调到 2~2.5 倍)，然后旋转摄像头底座后面的旋钮调节摄像头到载物台的距离，使得图像最清晰。

(3) 加入样品。可以通过旋转载物台右边的采样旋钮抽取液体，也可以用微量注射器压出液体。测接触角一般用 0.6~1.0  $\mu\text{L}$  的样品量最佳。这时可以从活动图像中看到进样器下端出现一个清晰的小液滴。

(4) 接样。旋转载物台底座的旋钮使得载物台慢慢上升，触碰悬挂在进样器下端的液滴后下降，使液滴留在固体平面上。

(5) 冻结图像。单击界面右上角的冻结图像按钮将画面固定，再单击 File 菜单中的 Save as 将图像保存在文件夹中。接样后要在 20 s(最好 10 s)内冻结图像。

(6) 量角法。单击量角法按钮，进入量角法主界面，按开始键，打开之前保存的图像。这时图像上出现一个由两直线交叉 45° 组成的测量尺。利用键盘上的 Z、X、Q、A 键即左、右、上、下键调节测量尺的位置：首先使测量尺与液滴边缘相切，然后下移测量尺使交叉点到液滴顶端。再利用键盘上<和>键即左旋和右旋键旋转测量尺，使其与液滴左端相交，即得到接触角的数值。另外，也可以使测量尺与液滴右端相交，此时应用 180° 减去所见的数值方为正确的接触角数据，最后求两者的平均值。

(7) 量高法。单击量高法按钮，进入量高法主界面，按开始键，打开之前保存的图像。然后用鼠标左键顺次单击液滴的顶端和液滴的左、右两端与固体表面的交点。如果单击错误，可以单击鼠标右键，取消选定。

#### 2. 表面张力的测定方法

(1) 开机。将仪器插上电源，打开计算机，双击桌面上的 JC2000C1 应用程序进入主界面。单击界面右上角的活动图像按钮，这时可以看到摄像头拍摄的载物台上的图像。

(2) 调焦。将进样器或微量注射器固定在载物台上方，调整摄像头焦距到 0.7 倍，然后旋转摄像头底座后面的旋钮调节摄像头到载物台的距离，使得图像最清晰。

(3) 加入样品。可以通过旋转载物台右边的采样旋钮抽取液体，也可以用微量注射器压

出液体。测表面张力时样品量为液滴最大时的量。这时可以从活动图像中看到进样器下端出现一个清晰的大液泡。

(4)冻结图像。当液滴欲滴未滴时单击界面的冻结图像按钮,再单击File菜单中的Save as将图像保存在文件夹中。

(5)悬滴法。单击悬滴法按钮,进入悬滴法程序主界面,按开始按钮,打开图像文件。然后顺次在液泡左右两侧和底部用鼠标左键各取一点,随后在液泡顶部会出现一条横线与液泡两侧相交,然后再用鼠标左键在两个相交点处各取一点,这时会跳出一个对话框,输入密度差和放大因子后,即可测出表面张力值。

注:密度差为液体样品和空气的密度之差;放大因子为图中针头最右端与最左端的横坐标之差再除以针头的直径所得的值。

### 3. 实验内容

(1)考察水在不同固体(玻璃、涤纶、金属)表面上的接触角。

(2)等温下醇类同系物(甲醇、乙醇、异丙醇、正丁醇)在涤纶片和玻璃片上的接触角和表面张力的测定。

(3)等温下不同浓度表面活性剂溶液在涤纶片和玻璃片上的接触角和表面张力的测定(十二烷基苯磺酸钠溶液质量分数:0.01%,0.02%,0.03%,0.04%,0.05%,0.10%,0.15%,0.20%,0.25%)。

## 五、实验结果与分析

### 1. 实验结果

记录实验所得结果(表1-2至表1-4)。

表1-2 水在不同固体表面的接触角

固体表面	$\theta$ (量角法)/(°)			$\theta$ (量高法)/(°)
	左	右	平均	
玻璃				
涤纶				
金属				

表1-3 等温下醇类同系物在涤纶片和玻璃片上的接触角和表面张力

醇类同系物	$\theta$ (°)		$\cos \theta$		$\gamma/(mN \cdot m^{-1})$	
	涤纶	玻璃	涤纶	玻璃	涤纶	玻璃
甲醇						
乙醇						
异丙醇						
正丁醇						