

普通高等院校材料类“十三五”规划教材

功能材料的制备 与性能表征

GONGNENG CAILIAO
DE ZHIBEI
YU XINGNENG BIAOZHENG

主编 李远勋 季 甲



西南交通大学出版社

贵州省科学技术基金项目（黔科合 J 字〔2015〕2130 号）资助
普通高等院校材料类“十三五”规划教材

功能材料的制备与性能表征

主 编 李远勋 季 甲

副主编 侯银玲 张 杨

西南交通大学出版社

· 成 都 ·

图书在版编目 (C I P) 数据

功能材料的制备与性能表征 / 李远勋, 季甲主编
— 成都: 西南交通大学出版社, 2018.9
ISBN 978-7-5643-6427-4

I. ①功… II. ①李… ②季… III. ①功能材料-材料制备-教材 ②功能材料-性能-教材 IV. ①TB34

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 213364 号

功能材料的制备与性能表征

主 编 / 李远勋 季 甲

责任编辑 / 张少华
封面设计 / 墨创文化

西南交通大学出版社出版发行

(四川省成都市二环路北一段 111 号西南交通大学创新大厦 21 楼 610031)

发行部电话: 028-87600564 028-87600533

网址: <http://www.xnjdcbs.com>

印刷: 成都中永印务有限责任公司

成品尺寸 185 mm × 260 mm

印张 10.5 字数 300 千

版次 2018 年 9 月第 1 版 印次 2018 年 9 月第 1 次

书号 ISBN 978-7-5643-6427-4

定价 30.00 元

课件咨询电话: 028-87600533

图书如有印装质量问题 本社负责退换

版权所有 盗版必究 举报电话: 028-87600562

前言

新材料是当下高科技的先导、支柱和推动力，而功能材料又是新材料领域的核心。功能材料在信息技术、能源技术、生物技术等高新技术领域和国防建设中占据着重要的基础地位，是这些领域和建设发展的先决条件，也是改造和提升国家基础工业及传统产业的基础和保障，直接关系到资源、环境、社会的可持续发展。功能材料是一类具有特定的电、光、热、磁、化学、生物等优良功能或功能间能够相互转换的新型材料的统称。功能材料种类繁多，日新月异，发展迅速，时代性强，因而对功能材料的研究一定要紧跟前沿。

本书共分为两大部分，第一部分是功能材料的制备，包括 21 个实验，涵盖了功能陶瓷、功能薄膜、功能粉体等形态；主要包括了电功能（压电、导电、铁电、热电、光电、电致变色）材料，光功能（红外辐射、上转换发光、绿色荧光、激光）材料，敏感（压敏、热敏、气敏）材料，稀磁材料，能源材料，催化材料，生物材料，新型金属配合物，新型表面活性剂等功能材料的制备与合成；制备方法主要涉及水（溶剂）热法、溶胶-凝胶法、沉淀法等实验室常用且基础的功能材料合成操作。第二部分为功能材料的性能表征，包括 11 个实验，涵盖了表面光电压、方块电阻、比表面积、阻温特性、压电、铁电、磁性、电致变色、光催化、荧光、光学非线性 11 种性能的测试操作。

材料类专业要求学生既要有深厚扎实的基础理论知识，又要具备很好的实验操作、动手和研究能力，因此实验教学环节不容忽视。本书在保留部分功能材料经典实验项目注重传承的基础上大胆更新，有相当数量的制备实验采用了近十年甚至近五年的研究成果，着重扩展学生视野，增强科技导向，努力做到与时俱进。同时在材料制备方面本书摒弃了高精尖的大多数高校不具备的极端设备和仪器，增强了本书的适用性和实验的可操作性，最大程度上让学生得到锻炼，提高动手能力。本书还采用了 X 射线衍射仪、扫描电子显微镜、紫外-可见分光光度计、光电压谱仪、荧光光度计、比表面仪、RST 系列电化学工作站等多种大型精密仪器对功能材料的相关性能进行表征，培养学生的综合分析和应用能力。本书内容丰富、涉及面广、实用性强，每个实验均配有注意事项和思考题，以帮助学习者巩固重点。

本书可供全国高等院校及职业技术学院材料类及相关学科专业师生选用，使用时可根据院校自身情况选择合适的实验项目。

本书由李远勋、季甲担任主编，侯银玲、张杨担任副主编，全书由李远勋统稿。周仁迪、常飞、李雪莲、吴林冬、周志、李荡、董玮等老师对本书的编写也提供了很大帮助，贵州省科学技术基金项目（黔科合J字〔2015〕2130号）对本书的顺利出版给予了大力支持，在此一并表示衷心的感谢！此外，作者在编写过程中参考了大量相关文献，由于本书篇幅所限，无法在书中一一注明，在此向这些作者表示最真挚的感谢！

鉴于编者水平和时间所限，书中难免存在不妥之处，希望使用本书的老师、同学及其他读者及时给我们提出宝贵意见，利于进一步提高、修改和完善，也可避免再版时犯同类错误。

编 者
2018年6月

目 录

第一部分 功能材料的制备

实验一	水热法制备无铅压电 BCZT 陶瓷	3
实验二	溶胶凝胶法制备钨酸盐电致变色薄膜	8
实验三	单斜相纳米片状 BiVO_4 光催化半导体的水热法制备	12
实验四	纳米羟基磷灰石粉体的化学沉淀法制备	18
实验五	立方形貌 ITO 导电纳米粉体的溶剂热法制备	21
实验六	$\text{NaYF}_4: \text{Yb}^{3+}/\text{Er}^{3+}$ 上转换发光材料的水热法制备	25
实验七	YAG 钇铝石榴石透明陶瓷粉体的水热沉淀法制备	30
实验八	$\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ 热电材料的溶胶凝胶法制备	34
实验九	铁酸铋铁电纳米粉体的水热法制备	39
实验十	ZnO 压敏陶瓷的制备	43
实验十一	铝酸镧基红外辐射粉体的溶胶凝胶法制备	47
实验十二	不同形貌氧化亚铜的溶剂热法制备	50
实验十三	四方相钛酸钡超细粉体的水热法制备	55
实验十四	磁铅石型钡铁氧体的溶胶凝胶法制备	59
实验十五	$\text{Ca}_2\text{Si}(\text{O}_{4-x}\text{N}_x): \text{Eu}^{2+}$ 绿色荧光粉的制备	63
实验十六	稀土 Tb 配合物晶体及纳米材料的制备	68
实验十七	溶胶凝胶法制备 PTC 热敏电阻材料	73
实验十八	锂离子电池正极 LiMnPO_4/C 复合材料的制备	79
实验十九	新型表面活性剂 NaAMC_8S 的合成	83
实验二十	V 掺杂 In_2O_3 气敏材料的制备	88
实验二十一	不同粒径的 $\text{La}_{0.9}\text{MnO}_3$ 钙钛矿磁制冷材料的制备	93

第二部分 功能材料的性能表征

实验二十二	表面光伏性能测试	101
实验二十三	压电性能的测定	107
实验二十四	薄膜方块电阻的测试	110
实验二十五	电致变色性能测试	114
实验二十六	水体中光催化性能测试	120
实验二十七	铁电材料电滞回线测试	125
实验二十八	功能配合物材料的荧光探针实验	131
实验二十九	VSM 法测量磁性材料的磁性质	139
实验三十	光学非线性的测量	144
实验三十一	固体比表面积的测试	150
实验三十二	PTCR 阻温特性测试	156

第一部分

功能材料的制备

实验一 水热法制备无铅压电 BCZT 陶瓷

【实验导读】

压电陶瓷是一种能够实现机械能与电能间相互转换的功能材料，目前大量使用的是铅基压电陶瓷，主要是锆钛酸铅系（PZT）含铅的固溶体 $\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$ 。PZT 压电陶瓷内含众多随机排列的电畴，这些随机取向的电畴在高压极化后会随所加电场方向取向排列，并在电场撤销后保持正、负极分离的状态。当在极化后的压电陶瓷两端施加交变电场时，PZT 陶瓷会产生高频的机械振动，从而实现电能向机械能的转化。铅基压电陶瓷，尤其是具有准同型相界（MPB）的 PZT 陶瓷凭借自身优良的压电性能和高度的稳定性而广泛地应用于换能器、传感器、压电驱动器等领域。

尽管 PZT 系压电陶瓷的性能优异，但此类陶瓷材料中氧化铅的含量最高可达 70% 以上，众所周知，氧化铅毒性较高且高温下容易挥发，导致在陶瓷的烧结过程中会产生严重的污染并威胁人体健康，尤其是人体的肾脏和肝脏等器官，PZT 制备的器件需要被回收处理后才能再度利用，因此，研究开发性能优异的无铅压电陶瓷具有重要的现实意义。

无铅压电陶瓷主要有 BaTiO_3 、 $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ （BNT）及 $(\text{Na}, \text{K})\text{NbO}_3$ （KNN）3 种体系。 BaTiO_3 的压电常数（ $d_{33} = 190 \text{ pC/N}$ ）和居里温度（ $T_C = 120^\circ\text{C}$ ）均比较低，而 BNT 和 KNN 陶瓷含有 Bi_2O_3 、 Na_2O 、 K_2O 等易挥发成分，在制备烧结过程中温度达到 900°C 左右便开始挥发，结果使得陶瓷的致密度较低，因此无铅压电材料的研究陷入困境。直到 2009 年，科学家发现 $\text{Ba}(\text{Ti}_{0.8}\text{Zr}_{0.2})\text{O}_3 - (\text{Ba}_{0.7}\text{Ca}_{0.3})\text{TiO}_3$ 陶瓷具有较高压电常数（ $d_{33} = 620 \text{ pC/N}$ ）、高介电常数（ $\epsilon = 8\,000 \sim 16\,000$ ）、低介电损耗（ $\tan\delta \leq 0.005$ ）、耐疲劳、稳定性高等特点，呈现出与 PZT 5H 不相上下的优异的压电性能，掀起了无铅压电陶瓷的研究热潮。不断地研究和探索，人们发现了锆钛酸钡钙（ $\text{Ba}_{1-x}\text{Ca}_x\text{Zr}_y\text{Ti}_{1-y}\text{O}_3$ ）陶瓷（以下简称 BCZT），BCZT 属于钙钛矿（ ABO_3 型）结构，A 位为 Ba^{2+} 与 Ca^{2+} ，B 位为 Zr^{4+} 和 Ti^{4+} ，其铁电性是由于 Ti 离子在氧八面体中心产生电偶极矩的结果。BCZT 陶瓷由于其优异的压电、热释电以及电学性能，在换能器、红外探测器、制动器、微位移器、过滤器等领域有着广阔的应用前景。

一、实验目的

- （1）熟悉 BCZT 陶瓷的组成、结构及性能特点；
- （2）掌握无铅压电 BCZT 陶瓷的水热制备法；
- （3）了解无铅压电陶瓷的种类及应用。

二、实验原理

使用传统的固相反应法制备 BCZT 陶瓷, 陶瓷制备工艺中的煅烧温度和烧结温度都很高 (分别为 1350°C 和 1500°C), 导致 BCZT 陶瓷制备困难, 陶瓷的均匀性、工艺稳定性不佳, 影响其工业化应用。为了解决这一困难, 有必要研究活性前驱体制备工艺, 以降低陶瓷的煅烧和烧结温度。

通过水热反应法制备 $\text{Ba}_{0.85}\text{Ca}_{0.15}\text{Zr}_{0.1}\text{Ti}_{0.9}\text{O}_3$ 纳米活性粉体, 该组成位于三相临界点准同型相界 (TCP MPB) 附近, 具有优异的电学性能。再以 BCZT 活性粉体前驱体为原料, 通过低温烧结制备 BCZT 陶瓷。水热法工艺可以直接获得钙钛矿结构的 BCZT 活性粉体, 与固相反应法制备 BCZT 陶瓷相比, 不仅省略了传统的陶瓷制备工艺中的煅烧过程, 而且极大地降低了 BCZT 陶瓷的烧结温度, 简化了陶瓷工艺过程、节约了能耗, 制备的 BCZT 陶瓷具有与固相法工艺相当甚至更加优良的电学性能。

三、实验仪器与试剂

1. 仪 器

- (1) 马弗炉 ($\sim 1500^{\circ}\text{C}$);
- (2) 聚四氟乙烯高压反应釜 (100 mL);
- (3) 干燥箱 ($\sim 300^{\circ}\text{C}$);
- (4) 电子天平 (0.001 g);
- (5) 电热板或加热套;
- (6) 陶瓷压片机 ($\sim 50\text{ MPa}$);
- (7) 离心机;
- (8) 超声波清洗器。

2. 试 剂

- (1) 二水氯化钡 ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 分析纯。
- (2) 氯化钙 (CaCl_2), 分析纯, 使用前应于 $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 干燥恒重后, 置于干燥器中保存。
- (3) 八水氧氯化锆 ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$), 分析纯。
- (4) 氯化钛 (TiCl_4), 分析纯, 密封保存。
- (5) 聚乙烯醇胶粘剂 (PVA)。
- (6) 蒸馏水, 自制。

四、实验步骤

1. 称 量

按照化学式 $\text{Ba}_{0.85}\text{Ca}_{0.15}\text{Zr}_{0.1}\text{Ti}_{0.9}\text{O}_3$ 的化学计量比用电子天平分别称取 13.84 g $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、1.11 g CaCl_2 、2.15 g $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 和 11.38 g TiCl_4 。

2. 溶 解

将准确称量好的 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 CaCl_2 和 $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 加入蒸馏水中，超声振荡充分溶解，形成透明溶液 A。

3. 混 合

将称量好的 TiCl_4 逐滴（1~2 滴/s）加入到 A 液中，充分搅拌混合均匀。

4. 装 釜

将混合物转入高压水热反应釜中，加入蒸馏水，至反应釜容积的 60%，随后加入 NaOH，控制 NaOH 的浓度为 16 mol/L。

5. 水热反应

将正确密封好的水热反应釜放入量程为 300 °C 的烘箱中，从室温开始升温至 200 °C，并在 200 °C 下保温 24 h，使之充分进行水热反应，反应结束后随炉冷却至室温，开釜。

6. 洗涤、干燥

将开釜后得到的反应产物离心分离、并用超声波清洗器加入蒸馏水洗涤，重复多次离心、洗涤的操作，直至体系的 pH = 7（pH 试纸检验），之后在 80 °C 恒温中干燥研细得到 BCZT 粉体。

7. 造 粒

先将 PVA（聚乙烯醇）加入蒸馏水中置于电热板上加热溶解，之后在已干燥的 BCZT 粉体加入 3%~5% 的 PVA 水溶液，在高于 PVA 熔点时可以流动润湿 BCZT 颗粒表面并形成吸附层，起黏结作用。

8. 成 型

将造粒好的 BCZT 粉体在 80 MPa 的压强下冷压成型，保压 3~5 min，得到直径为 10 mm 的圆柱状 BCZT 陶瓷坯体。

9. 烧 结

在程序升温炉（马弗炉）中从室温以 10 °C/min 的速率升至 1320 °C，并在此温度下保温 12 h，得到 BCZT 陶瓷。

五、结果与讨论

1. 数据记录与分析

各小组同学可选择设计在不同烧结温度和保温时间下制备 BCZT 压电陶瓷，对比分析其各项性能参数并记录到表 1.1 中。

表 1.1 不同烧结温度、不同保温时间下 BCZT 性能参数

烧结温度	晶粒尺寸	致密度	保温时间	晶粒尺寸	致密度
1 260 °C			6 h		
1 320 °C			10 h		
1 380 °C			14 h		

2. X 射线衍射（XRD）表征结构（见图 1.1）

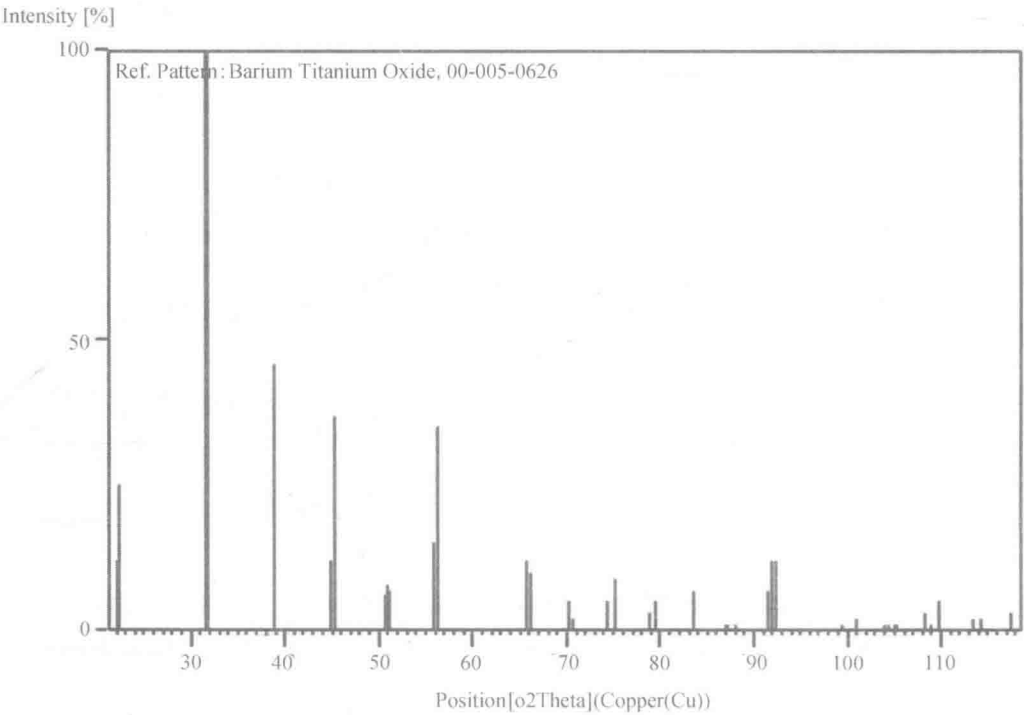


图 1.1 BaTiO₃ 的 XRD 图（软件截图）

3. 扫描电镜（SEM）表征形貌（见图 1.2）

4. 注意事项

（1）高压反应釜的使用：装液后安装拧紧螺母时，必须对角对称，多次逐步加力拧紧，用力均匀，不允许釜盖向某侧倾斜，才能达到良好的密封效果，避免安全隐患；每次操作完毕用清洗液清除釜体及密封面的残留物，并于干燥箱中烘干，防止锈蚀。

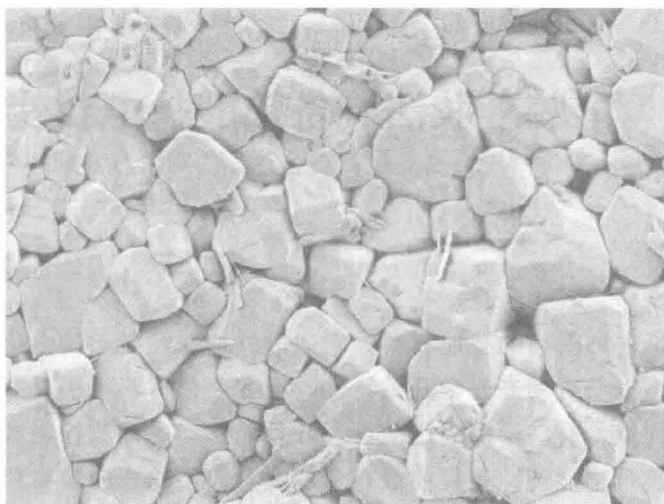


图 1.2 Ba_{0.85}Ca_{0.15}Zr_{0.1}Ti_{0.9}O₃ 的 SEM 图

(2) TiCl₄ 为高毒、具强腐蚀性、强刺激性（酸味）的液体，在空气中发烟，受热或遇水分解放出 HCl 腐蚀性烟气，所以在使用过程中必须佩戴口罩和橡胶手套，做好防护。

(3) PVA 在冷水中不溶，需加热到 90 °C 才能溶解。

(4) 成型模具的使用：使用前必须将各部件擦拭干净，放压片时必须严格垂直放入，若倾斜则会影响压片与粉末的接触，甚至使压片卡在装样腔中，无法压制成型，严重时会使模具损坏报废。

5. 思考题

- (1) 烧结温度如何影响 BCZT 压电陶瓷的相组成？
- (2) 烧结温度和保温时间如何影响 BCZT 压电陶瓷的致密度？
- (3) 查阅相关文献，试说明进一步提升 BCZT 陶瓷压电性能的途径有哪些？

六、参考文献

- [1] 卢晓羽，方必军，姜彦，等. BCZT 无铅压电陶瓷的水热法制备及其性能[J]. 硅酸盐学报，2017，45（9）：1 280~1 287.
- [2] 王晨，董磊，彭伟，等. 无铅压电陶瓷的最新研究进展[J]. 中国陶瓷，2017，53（11）：1-4.
- [3] 周志勇，陈涛，董显林. 超高居里温度钙钛矿层状结构压电陶瓷研究进展[J]. 无机材料学报，2018，33（3）：251-257.
- [4] 杨琳，邓红，陈云婧. 锆钛酸钡钙（BCZT）基无铅压电陶瓷的研究现状[J]. 陶瓷学报，2016，37（3）：230-234.
- [5] 张静，郑德一，程程，等. Y₂O₃ 掺杂对 BCZT 无铅压电陶瓷性能影响[J]. 电子元件与材料，2016，35（8）：11-13.

实验二 溶胶凝胶法制备钨酸盐电致变色薄膜

【实验导读】

电致变色材料是一种新颖的智能材料，它通过外加电场引起的电化学反应产生可逆的光透射和反射变化，以获得动态光学开关特性。电致变色材料由于具有工作电压低、能耗小和有记忆能力等优点，有广泛的应用前景，并且能够动态调节控制太阳光和红外辐射的透射与反射，降低建筑物能耗，是目前最有希望大量应用的智能窗材料。相较于光致变色材料、热致变色材料和压致变色材料等其他变色材料，电致变色材料的优势在于可根据用户需求，通过设计和调控电路来改变变色幅度，具有较高的主动性，近年来引起人们的广泛关注。

氧化钨 (WO_3) 是研究最早也是目前研究最多的无机电致变色材料，三氧化钨薄膜可以在蓝色和透明态之间相互转变。 WO_3 是一种拥有 d^0 电子结构的 n 型半导体，使其具备多方面的性能优点。 WO_3 存在多种变体结构，囊括了单斜、三斜、四方、立方、六方及非晶态，但各种结构中的主体框架均为 $[\text{WO}_6]$ 八面体首尾相连。在不同晶型不同周围环境下， $[\text{WO}_6]$ 八面体会以倾斜、旋转等方式发生晶格畸变，伴随 W 偏离 $[\text{WO}_6]$ 八面体中心。半径较小的一价阳离子容易渗入到 $[\text{WO}_6]$ 八面体围成的空隙中，形成钨青铜，该一价阳离子的脱出又会使 WO_3 变回原来的结构。 WO_3 与钨青铜的这种结构上的可逆转变还会伴随内部电子转移和 W 离子的变价，由此引发相应的变色反应，实现对透射光的可控调节。

WO_3 具有着色效率高、循环稳定性良好、能量消耗低、记忆效应好、颜色对比率高等优点。 WO_3 可以作为电致变色材料是因为在交变电压的作用下，随着锂离子和电子反复进入和脱出晶格，其电致变色性能与晶格容纳锂离子的能力、离子和电子进出 WO_3 晶格的传输速率密切相关。锂离子的传输速率与离子扩散过程和界面反应过程有关，而锂离子的界面反应过程与三氧化钨的微观形貌有很大关系，与晶态 WO_3 薄膜相比较，非晶 WO_3 薄膜具有更大的比表面积，更有利于导电离子在薄膜内的扩散和迁移，因此表现出更优异的电致变色性能。但是，由于非晶 WO_3 薄膜制备方法及疏松结构不稳定的制约，它在响应时间、使用寿命和光谱性能上仍有明显不足，使其在实际应用中受到很大的局限，因此需要对其进行改性。

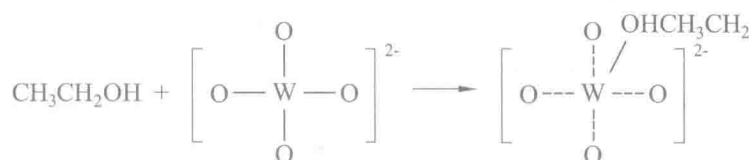
常见的 WO_3 薄膜制备方法有真空沉积、电沉积、水热合成法以及溶胶凝胶法，其中溶胶凝胶法合成过渡金属氧化物薄膜具有设备简单、成本低、适合大面积制膜的特点，而且它的反应温度低，掺杂量精确可控，溶胶中各组分化学计量比可以达到分子级的高度，不论在实验室还是在实际生产中它的研究最为广泛。本实验采用聚乙二醇 (PEG) 改性并通过溶胶凝胶法制备 WO_3 电致变色薄膜。

一、实验目的

- (1) 熟悉 WO_3 薄膜电致变色机理;
- (2) 掌握钨酸盐电致变色薄膜的溶胶凝胶制备方法;
- (3) 了解电致变色性能的测试方法。

二、实验原理

在过氧化氢的作用下, 钨粉被氧化为钨酸根离子, 钨酸根之间会发生缩合反应, 生成多聚钨酸络合物。此络合物不稳定, 易形成白色沉淀, 当在溶液中加入适量的无水乙醇时, 乙醇分子会与钨酸根进行络合:



络合后会产生一定的位阻效应, 由于乙醇的配位作用和氧化性均比 $-\text{O}^2-$ 弱, 使得在增加配位效应的同时不会让钨酸根形成长链大分子, 这样就降低了多聚钨酸络合物的生成机率, 减少白色沉淀的产生, 增强溶胶的稳定性。但此时钨酸仍然能够形成凝胶网络, 中间产物过氧聚钨酸与乙醇的反应是控制 WO_3 溶胶稳定性的关键一步, 反应时间及反应温度对其影响很大, 同样的配比在不同的反应条件下可能会得到不同结构的反应产物。

三、实验仪器与材料

1. 仪 器

- (1) 管式加热炉 ($\sim 400\text{ }^\circ\text{C}$);
- (2) 氧化铝船式陶瓷坩埚 ($60\text{ mm} \times 10\text{ mm}$);
- (3) 恒温提拉镀膜机 ($\sim 60\text{ }^\circ\text{C}$, 100 mm/min);
- (4) 酸式滴定管;
- (5) 电动搅拌器;
- (6) 恒温水浴锅;
- (7) 电子天平;
- (8) 磁力搅拌器 (搅拌磁子);
- (9) 离心机 (转速: $2\ 500\text{ r/min}$);
- (10) 铁架台;
- (11) 玻璃刀;

- (12) 保鲜膜;
- (13) 温度计 ($0 \sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$);
- (14) 循环水真空泵 (抽滤装置、布氏漏斗、超滤纸)。

2. 试 剂

- (1) 金属钨粉;
- (2) 过氧化氢 (质量浓度为 30%);
- (3) 乙酸, 分析纯;
- (4) 无水乙醇;
- (5) ITO (掺锡氧化铟) 导电玻璃, 方块电阻为 $20\text{ }\Omega/\square$;
- (6) 聚乙二醇 (PEG), 分子量为 400;
- (7) 丙酮;
- (8) 去离子水 (自制)。

四、实验步骤

1. 称量、准备

用电子天平称取 12 g 钨粉放入 250 mL 洗净的烧杯中, 并用铁架台将此 250 mL 烧杯固定于恒温水浴锅中, 连接电动搅拌器。向恒温水浴锅中不断加入冰块, 控制温度始终保持在 $0 \sim 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间, 用温度计随时测温。

2. 钨粉溶解

用 100 mL 量筒量取 40 mL 质量浓度为 30% 的过氧化氢溶液, 通过酸式滴定管缓慢滴加入步骤 1 盛有钨粉的烧杯中, 为防止反应的剧烈进行, 控制过氧化氢的滴加速度为 $1 \sim 2\text{ 滴/s}$, 反应结束后得到 A 液。

3. 反 应

向 A 液中加入 12 mL 乙酸和 44 mL 无水乙醇, 开启电动搅拌器开关, 持续搅拌 2 h, 得到前驱体溶液, 将此溶液在室温下静置陈化 3 d 后在 $2\text{ }000\text{ r/min}$ 的转速下离心 10 min 后离心得到澄清的淡黄色溶胶 B。

4. 改 性

按溶胶 B 与 PEG 400 的按体积比为 10 : 1 分别量取一定的量放入烧杯中混合, 加入搅拌磁子, 置于磁力搅拌器上搅拌 30 min, 之后用超滤纸进行抽滤, 过滤掉白色沉淀物, 将澄清的滤液在室温下静置 12 h, 制得前驱体溶胶 C, 用保鲜膜密封 (待镀膜用)。

5. 清 洁

将表面方块电阻 $20\text{ }\Omega/\square$ 的掺锡氧化铟 (ITO) 透明导电玻璃用玻璃刀切成 $50\text{ mm} \times 20\text{ mm}$