

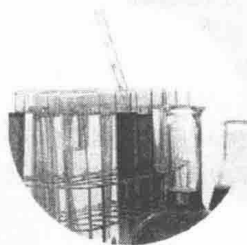


应用化学专业实验

YINGYONG HUAXUE ZHUANYE SHIYAN

主 编◎王 玲

南京大学出版社



应用化学专业实验

YINGYONG HUAXUE ZHUANYE SHIYAN

主 编◎王 玲



南京大学出版社

内容简介

本实验教程共包括 27 个实验,分为四章:第一章为金属腐蚀实验,包括失重法测量金属的腐蚀速率、简单腐蚀模型实验等;第二章为电化学测试技术实验,包括线性伏安曲线、交流阻抗等;第三章为电镀工艺实验,包括单金属电镀、化学镀、阳极氧化等;第四章为涂料与涂膜质量检测实验,以国家标准为依据,包括涂料性能检测和涂膜物理化学性能检测等。实验内容具有很强的应用性,学生可通过实验达到理论联系实际的目的,同时培养学生进行创造性学习,提高学生的实验技能及分析问题和解决问题的能力。

本书可作为高等院校材料和化学化工专业学生的实验教材,也可供从事电镀生产、科研、设计的过程技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

应用化学专业实验 / 王玲主编. —南京: 南京大学出版社, 2019. 1

ISBN 978 - 7 - 305 - 21595 - 7

I. ①应… II. ①王… III. ①应用化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①O69 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2019)第 013517 号

出版发行 南京大学出版社
社 址 南京市汉口路 22 号
出 版 人 金鑫荣

邮 编 210093

书 名 应用化学专业实验
主 编 王 玲
责任编辑 甄海龙 蔡文彬

编辑热线 025 - 83592146

照 排 南京理工大学资产经营有限公司
印 刷 丹阳市兴华印刷厂
开 本 787×960 1/16 印张 7.5 字数 140 千
版 次 2019 年 1 月第 1 版 2019 年 1 月第 1 次印刷
ISBN 978 - 7 - 305 - 21595 - 7
定 价 26.00 元

网 址: <http://www.njupco.com>
官方微博: <http://weibo.com/njupco>
官方微信号: njupress
销售咨询热线: (025)83594756

* 版权所有,侵权必究

* 凡购买南大版图书,如有印装质量问题,请与所购
图书销售部门联系调换

序 言

《应用化学专业实验》为应用化学专业及材料表面工程等相关学科的必修课实验教材。

本实验内容包括了《金属腐蚀与防护》、《电镀理论与工艺》、《涂料涂装工艺》、《电化学测试技术》、《表面工程实验》等主干课程中的实验教学内容,要求学生在实验过程中结合所学的理论知识,观察、分析实验过程中所出现的现象,培养学生理论联系实际的能力。

本实验是在完成基础化学实验,掌握了基础化学实验基本原理和基本操作的基础上,结合专业方向的特点,以提高学生综合运用所学知识和技能,解决相关专业复杂问题的能力。通过本实验课程的训练,初步培养学生从事实验研究的能力,即对实验现象有较敏锐的观察能力,运用各种实验手段正确获取实验数据的能力,分析和归纳实验数据的能力,由实验数据和实验现象实事求是的得出结论并提出自己见解的能力。让学生初步掌握一些有关化工、应用化学专业的实验研究方法和实验技术,力求在实验中接触一些新的测试技术和手段,以便能适应不断发展的科学技术。培养学生运用所学的理论,分析和解决实际问题的能力,在理论与实践结合的过程中,巩固和加深对所学理论课程的理解,并结合本地资源优势,培养学生开发和利用本地资源的实际工作能力。

编者结合多年来的教学、科研及实践经验,在保证基本理论的系统性和完整性的基础上,着重加强学生对基本理论的理解和贯通,培养学生的实验操作技能。本实验共分四个部分 27 个实验:第一章(实验一~三)金属腐蚀实验,包括失重法测量金属的腐蚀速率、简单腐蚀模型实验等;第二章(实验四~九)电化学测试技术实验,包括线性伏安曲线、交流阻抗等;第三章(实验十~十八)电镀工艺实验,包括单金属电镀、化学镀、阳极氧化等;第四章(实验十九~二十七)涂料与涂膜质量检测实验,以国家标准为基础,包括涂料性能检测与涂膜物理化学性能检测等。每个实验均明确实验目的,详细介绍实



验原理、实验设备及材料,列出实验步骤并强调相关注意事项,并且列出了与实验内容相关的思考题。大部分实验内容具有很强的应用性,学生可通过实验达到理论联系实际的目的,同时培养学生进行创造性学习,提高学生的实验技能及分析问题和解决问题的能力。

由于编者水平有限,编写时间仓促,书中不足及疏漏之处在所难免,敬请广大读者批评指正。

实验课程介绍

一、开设应用化学专业实验目的

应用化学专业实验是为应用化学专业应用电化学方向开设的综合性实验,是以电化学基础、电镀理论与工艺、金属腐蚀与防护、涂料涂装工艺课程为基础而开设的专业实验课程,是巩固和补充课堂讲授的理论知识的必要环节。学生通过完成实验,初步学会从事电化学科学研究的一般方法,具有较强的电化学仪器的基本操作技能、收集和处理信息能力、观察能力、实验能力、思维能力和解决实际问题的能力,养成实事求是的科学态度,初步具有勇于探索、不断创新的精神和合作精神,具有利用课本以外的图文资料和其他信息资源进行进一步收集和处理应用电化学测试及电镀、涂装工艺科学信息能力,使学生初步形成思维的独特性、新颖性等创造性思维品质和创新思维习惯,能运用所学到的电化学知识进行评价和解决某些实际问题。同时,使学生能受到一次较全面的、严格的、系统的科研训练,了解电化学研究的一般方法,亲身体验科学研究的艰苦性和长期性,培养出热爱科学的情感。另一方面,研究型实验可以使学生尽早接触科学研究工作,使他们的创新意识、创新精神和创新能力在实践中得到培养与提高。

应用化学专业实验的主要目的是通过实验教学,验证所学原理,巩固和加深对应用电化学原理与工艺的理解;了解和掌握电化学测试技术的基本方法,电镀工艺及检测手段,涂料与涂装质量检测等表面工程方面的技能,从而能够根据所学原理设计实验,正确选择和使用仪器,锻炼学生观察现象、正确记录数据、处理数据、分析实验结果的能力;培养学生严格认真、实事求是的科学态度和作风,锻炼学生对电化学知识灵活运用能力。

二、实验要求和成绩评定

应用化学专业实验本着全面提高和培养学生应用化学专业综合实验能力的宗旨而开设的课程,它不局限于对理论知识的验证,而是从基础知识、基本训练到设计性实验、综合实验和研究性实验,循序渐进地引导学生从掌握最基本的电化学实验技术到熟练进行综合设计,全面提高学生的独立工作能力。



要做好应用化学专业实验,应做到以下几点:

(1) 实验前认真预习,明确本次实验的目的和要求,阅读实验教材及其他参考资料中的有关内容,理解实验的基本原理,了解实验步骤和注意事项,做到心中有数。并根据实验内容,写好预习报告,设计好数据记录表格,查好相关数据,以便能够及时准确地记录好实验现象和有关数据。

(2) 严格按照操作规范进行实验。认真学习实验中涉及的各类仪器的性能、使用方法、操作技巧等相关知识。在实验中遇到困难和偶尔遇到故障时,不要慌乱,要设法弄清原因并及时排除。如实验失败,要检查原因,经指导教师同意,重做实验。

(3) 尊重事实,准确记录。做好实验记录是实验中的一个基本要求。实验记录要忠实地反映观察到的事实,如实记录实验中的重要操作、发生的现象和实验数据等。

(4) 认真填写实验报告。在报告中对实验现象进行合理分析,弄清实验现象发生的原因,加以解释并得出结论。整理实验数据,根据实验数据进行计算,完成实验报告。

(5) 实验成绩评定。应用化学专业实验的考核分为两个部分:平时单元实验的累积记分和综合考核成绩。平时单个实验累积记分要求对开出的每个实验都制定出具体的评分标准,包括实验预习、实验基本操作、实验结果、实验报告等。每次实验前,学生应写出预习报告,包括实验目的、原理、实验步骤,并列好有关记录表格,还应预习相关仪器的使用方法和操作技巧。由实验指导教师根据相应评分标准对预习报告、实验基本操作、实验结果以及课后提交实验报告等几部分进行综合即为此单个元实验的累积记分。课程结束后对实验教学情况进行全面考核,可采用笔试的方式进行。

三、实验安全规则

(1) 必须坚持安全第一、预防为主的原则。学生进实验室前都应熟悉“化学实验室安全制度”和其他有关安全的规章制度,掌握消防安全知识、化学危险品安全知识和化学实验的安全操作知识。实验指导教师有责任进行实验前的安全教育和指导,并要求学生遵守实验室的安全制度。

(2) 进行实验(尤其具有危险性的新实验)的人员都必须事先制定缜密的操作规程并严格遵守,应熟悉所用试剂及反应产物的性质,对实验中可能出现的异常情况应有足够的防备措施(如防爆、防火、防溅等);进行危险性实验(如剧毒、易燃、易爆的实验)时,房间内不应少于2人;进行危险性实验操作时必须佩戴防



护器具。

(3) 加强个人防护意识,凡有害或有刺激性易挥发气体应在通风柜内进行。腐蚀和刺激性药品,如强酸、碱、冰醋酸等,取用时尽可能带上橡皮手套和防护眼镜,倾倒时,切勿直对容器口俯视,吸取时,应使用吸耳球。禁用裸手直接拿取上述物品。不使用无标签(或标志)容器盛放的试剂、试样。

(4) 实验室内严禁吸烟。管理好实验室的化学试剂,贵金属、贵重物品、贵重试剂及剧毒试剂应有专人负责保管。严禁往下水口、垃圾桶内倾倒有机溶剂及有毒、有害废物。

(5) 氢气瓶、乙炔瓶等危险钢瓶必须放在室外指定地点(钢瓶间或阳台),放在室内的钢瓶须用铁链或其他方式进行固定,应经常检查是否漏气,严格遵守使用钢瓶的操作规程。

(6) 熟悉室内的天然气、水、电的总开关所在位置及使用方法。遇有事故或停水、停电、停气,或用完水、电、气时,使用者必须当时关好相应的开关。

(7) 不得使用运行状态不正常(待修)的仪器设备进行实验。不得超负荷使用电源和器件(配电箱、插座、插销板、电源线等),不得使用老化或裸露的电线(连接临时电线时,应使用护套线),不得擅自改接电源线,不得遮挡实验室的电闸箱、天然气阀门及给水阀门。

(8) 熟悉有关灭火器具(如灭火器、石棉布等)的存放位置及使用方法。灭火器使用后,使用者应及时报告院安全员,并不可放回原处。

(9) 最后离开实验室的人员,有责任检查水、电、气及窗户是否关好,锁好门再离开。

(10) 实验室发生安全事故时应立即报告院办公室或门卫值班室,并尽快写出事故报告。视事故性质及损失情况将对事故责任者分别予以批评、通报、罚款、行政处分直至依法追究责任。

目 录

第一章 金属腐蚀实验	1
实验一 极化曲线测量金属的腐蚀速率	1
实验二 重量法和容量法测定金属腐蚀速度	5
实验三 简单腐蚀模型试验	11
第二章 电化学测试技术	14
实验四 自动电位滴定法测定 Cl^- 、 I^- 的含量	14
实验五 镀锌溶液极化曲线的测定	17
实验六 电化学法测定饮料中葡萄糖的含量	20
实验七 交流阻抗法评定铝阳极氧化膜耐蚀性	25
实验八 扣式镍氢电池的制备与性能表征	29
实验九 电化学合成聚苯胺	31
第三章 电镀工艺	33
实验十 镀前处理与镀层结合力试验	33
实验十一 酸性光亮镀锌溶液的配制及其阴极电流效率的测定	37
实验十二 酸性化学镀镍及性能测定	42
实验十三 铝及铝合金氧化膜的制备与着色	45
实验十四 镀锌层耐蚀性的评定	50
实验十五 镀液的故障分析	55
实验十六 光亮镀镍溶液主要成分分析	59



实验十七 叶脉电镀	64
实验十八 装饰性电镀工艺综合实验	68
第四章 涂料与涂膜质量检测	72
实验十九 涂料细度的测定	72
实验二十 涂料的粘度与比重测定	75
实验二十一 涂料固体份含量测定	80
实验二十二 涂膜的一般制备	83
实验二十三 涂膜厚度的测定	87
实验二十四 涂膜附着力的测定	90
实验二十五 涂膜耐冲击性测定	96
实验二十六 涂膜光泽性的测定	100
实验二十七 涂膜硬度的测定	103

第一章 金属腐蚀实验

实验一 极化曲线测量金属的腐蚀速度

一、实验目的

1. 掌握恒电位法测定电极极化曲线的原理和实验技术。
2. 通过测定 Fe 在 NaCl 溶液中的极化曲线, 求算 Fe 的自腐蚀电位、自腐蚀电流。
3. 讨论极化曲线在金属腐蚀与防护中的应用。

二、实验原理

当金属浸于腐蚀介质时, 如果金属的势电极电势低于介质中去极化剂(如 H^+ 或氧分子)的平衡电极电势, 则金属和介质构成一个腐蚀体系, 称为共轭体系。此时, 金属发生阳极溶解, 去极化剂发生还原。以金属锌在盐酸体系中为例:



阳极反应的电流密度以 i_a 表示, 阴极反应的速度以 i_k 表示, 当体系达到稳定时, 即金属处于自腐蚀状态时, $i_a = i_k = i_{corr}$ (i_{corr} 为腐蚀电流), 体系不会有净的电流积累, 体系处于一稳定电位 φ_c 。根据法拉第定律, 体系通过的电流和电极上发生反应的物质的量存在严格的一一对应关系, 故阴阳极反应的电流密度可代表阴阳极反应的腐蚀速度。金属自腐蚀状态的腐蚀电流密度即代表了金属的腐蚀速度。因此求得金属腐蚀电流即代表了金属的腐蚀速度。金属处于自腐蚀状态时, 外测电流为零。

极化电位与极化电流或极化电流密度之间的关系曲线称为极化曲线。极化



曲线在金属腐蚀研究中有重要的意义。测量腐蚀体系的阴阳极极化曲线可以揭示腐蚀的控制因素及缓蚀剂的作用机理。

在活化极化控制下,金属腐蚀速度的一般方程式为:

$$I = i_a - i_k - i_{\text{corr}} \left[\exp\left(\frac{\varphi - \varphi_c}{\beta_a}\right) - \exp\left(\frac{\varphi_c - \varphi}{\beta_k}\right) \right]$$

其中 I 为外测电流密度, i_a 为金属阳极溶解的速度, i_k 为去极化剂还原的速度, β_a 、 β_k 分别为金属阳极溶解的自然对数塔菲尔斜率和去极化剂还原的自然对数塔菲尔斜率。若以十为底的对数,则表示为 b_a 、 b_k 。

这就是腐蚀金属电极的极化曲线方程式,令 $\Delta E = \varphi - \varphi_c$ ΔE 称为腐蚀金属电极的极化值, $\Delta E = 0$ 时, $I = 0$; $\Delta E > 0$ 时,是阳极极化, $I > 0$,体系通过阳极电流。 $\Delta E < 0$ 时, $I < 0$,体系通过的是阴极电流,此时是对腐蚀金属电极进行阴极极化。因此外测电流密度也称为极化电流密度

$$I = i_{\text{corr}} \left[\exp\left(\frac{\Delta E}{\beta_a}\right) - \exp\left(\frac{\Delta E}{\beta_k}\right) \right]$$

测定腐蚀速度的塔菲尔直线外推法

当对电极进行阳极极化,在强极化区,阴极分支电流 $i_k = 0$

$$I = i_a = i_{\text{corr}} \exp\left(\frac{\Delta E}{\beta_a}\right)$$

改写为对数形式:

$$\Delta E = \beta_a \ln \frac{I}{i_{\text{corr}}} = b_a \lg \frac{I}{i_{\text{corr}}}$$

当对电极进行阴极极化, $\Delta E < 0$,在强极化区,阳极分支电流 $i_a = 0$

$$I = -i_{\text{corr}} \exp\left(\frac{-\Delta E}{\beta_k}\right)$$

改写成对数形式:

$$-\Delta E = \beta_k \ln \frac{|I|}{i_{\text{corr}}} = b_k \lg \frac{|I|}{i_{\text{corr}}}$$

强极化区,极化值与外测电流满足塔菲尔关系式,如果将极化曲线上的塔菲尔区外推到腐蚀电位处,得到的交点坐标就是腐蚀电流。

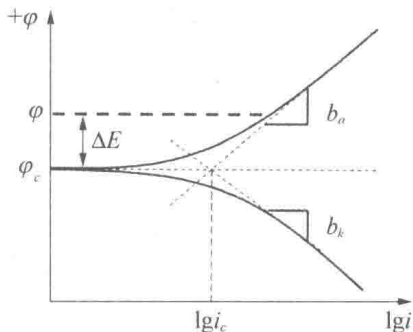


图 1-1 塔菲尔外推法求金属腐蚀电流的基本原理

三、实验仪器和试剂

1. 实验仪器与材料: CHI660D 电化学工作站 1 台; 饱和甘汞电极(参比电极) 1 支; Pt 片电极(辅助电极) 1 支; 45 号钢试样; 300 mL 烧杯。
2. 实验试剂: 氯化钠; 硫酸; 盐酸; 缓蚀剂。

四、实验步骤

1. 电极处理: 用金相砂纸将 45 号钢电极表面打磨平整光亮, 测量试样的直径, 将 45 号钢试样和铜导线连接。
2. 试样清洗: 用蒸馏水清洗、酒精擦洗去油, 电极处理得好坏对测量结果影响很大。
3. 实验腐蚀介质: 3% 硫酸、3% 氯化钠、3% 盐酸、3% 盐酸 + 0.5% 缓蚀剂。
4. 测量极化曲线:
 - (1) 将三电极分别插入电极夹的三个小孔中, 使电极进入电解质溶液中。将 CHI 工作站的绿色夹头夹 45 号钢试样电极, 红色夹头夹 Pt 片电极, 白色夹头夹参比电极。
 - (2) 打开 CHI660D 工作站软件, 自检并通过。进入“设置”—“实验技术”(选择 CV)。
 - (3) 测定开路电位。点击“控制”选中对话框中“开路电位”实验技术, 点击“▶”开始实验, 测得的开路电位即为电极的自腐蚀电势 E_{corr} 。
 - (4) 测量极化曲线。点击“设置”—“实验技术”选中对话框中“线性扫描伏安法”或“塔菲尔”实验技术, 初始电位(Init E)设为比 E_{corr} 低“ -0.5 V ”, 终态电位(Final E)设为比 E_{corr} 高“ 1.25 V ”, 扫描速率(Scan Rate)设为“ 0.001 V/s ”



灵敏度(sensitivity)设为“自动”,其他可用仪器默认值,自动画出极化曲线。

(5) 自腐蚀电流拟合,打开 CHI660D 控制软件,利用自带的软件求得自腐蚀电流密度。

5. 实验完毕,清洗电极、电解池,将仪器恢复原位,桌面擦拭干净。

五、实验数据与计算

将所有测量数据和计算结果填入表中

实验温度: ℃

实验气压: Pa

工作电极:

	3%硫酸	3%氯化钠	3%盐酸	3%盐酸+0.5%缓蚀剂
自腐蚀电势				
自腐蚀电流密度				

六、实验思考与讨论

1. 平衡电极电位、自腐蚀电位有何不同?
2. 为什么可以用自腐蚀电流 i_{corr} 来代表金属的腐蚀速度?
3. 为什么测阳极极化曲线需要用恒电位法?



实验二 重量法和容量法测定金属腐蚀速度

一、实验目的

1. 掌握重量法和容量法测定金属腐蚀速度的原理和方法。
2. 用重量法和容量法测定碳钢在稀硫酸中的腐蚀速度。
3. 了解重量法和容量法测试误差的来源。

二、实验原理

金属受到均匀腐蚀时腐蚀速度表示方法一般有两种：一种是用在单位时间内、单位面积上金属损失(或增加)的重量来表示,通常采用的单位是 $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$;另一种是用单位面积内金属腐蚀的深度来表示,通常采用的单位是毫米/年。

目前测定金属腐蚀速度的方法很多,有重量法、容量法、极化曲线法(即极化阻力法)、电阻法等。重量法是一种较经典的方法,适用于实验室和现场试验,是测定金属腐蚀速度最可靠的方法之一。重量法和其他测定金属腐蚀速度方法的基础。

重量法:根据腐蚀前后金属试件重量的变化来测定金属腐蚀速度的。重量法分为失重法和增重法两种。当金属表面上的腐蚀产物容易除净且不会因为清除腐蚀产物而损坏金属本体时常采用失重法;当腐蚀产物牢固地附着在试件表面时则采用增重法。

把金属做成一定形状和大小的试件,放在腐蚀环境中(如化工产品、大气、海水、土壤、试验介质等),经过一定的时间后,取出并测量其重量和尺寸的变化,计算其腐蚀速度。

对于失重法,可由下式计算腐蚀速度:

$$v = \frac{w_0 - w_1}{s \cdot t} \quad (1)$$

式中 v ——金属的腐蚀速度, $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$;

w_0 ——试件腐蚀前的重量, g ;

w_1 ——腐蚀并经除去腐蚀产物后试件的重量, g ;

s ——试件暴露在腐蚀环境中的表面积, m^2 ;



t ——试件腐蚀的时间, h。

对于增重法, 即当金属表面的腐蚀产物全部附着在上面, 或者腐蚀产物脱落下来可以全部被收集起来时, 可由下式计算腐蚀速度:

$$v^+ = \frac{w_2 - w_1}{s \cdot t} \quad (2)$$

式中 v^+ ——金属的腐蚀速度, $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$;

w_2 ——带有腐蚀产物的试件的重量, g;

其余符号同(1)式。

对于密度相同的金属, 可以用上述方法比较其耐蚀性能。对于密度不同的金属, 尽管单位表面积的重量变化相同, 其腐蚀深度却不一样。对此, 用腐蚀深度表示更为合适。其换算公式如下:

$$V_L = \frac{V^-}{\rho} \times \frac{24 \times 365}{1\,000} = 8.76 \times \frac{V^-}{\rho} \quad (3)$$

式中 V_L ——用腐蚀深度表示的腐蚀速度, mm/y ;

ρ ——金属的密度, g/cm^3 ;

V^- ——腐蚀的失重指标, $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ 。

容量法: 对于伴随析氢或吸氧的腐蚀过程, 通过测定一定时间内的析氢量或吸氧量来计算金属的腐蚀速度的方法即为容量法。

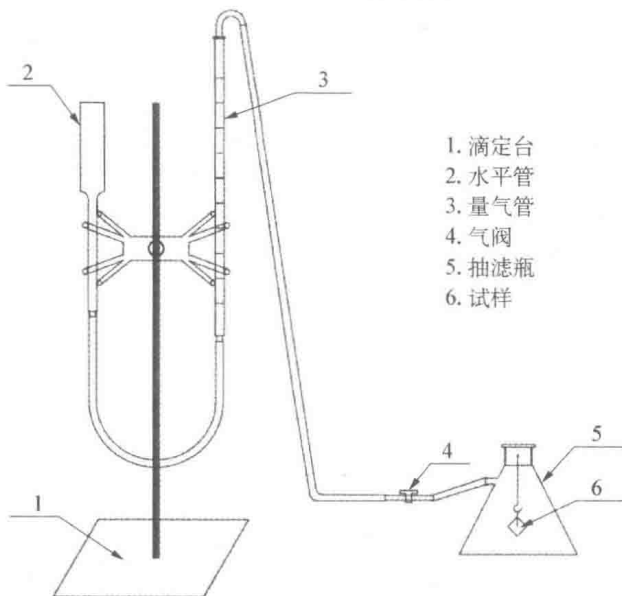


图 2-1 容量法测定金属腐蚀速度装置图



许多金属在酸性溶液中,某些电负性较强的金属在中性甚至于碱性溶液中都会发生氢去极化作用而遭到腐蚀。

其中: 阳极过程 $M \rightarrow M^{n+} + ne$

阴极过程 $nH^+ + ne \rightarrow (n/2)H_2 \uparrow$

在阳极上金属不断失去电子而溶解的同时,溶液中的氢离子与阴极上过剩的电子结合而析出氢气。金属溶解的量和析氢的量相当。即有一克当量的金属溶解,就有一克当量的氢析出。由实验测出一定时间内的析氢体积 V_{H_2} (mL),由气压计读出大气压力 P (毫米汞柱)和用温度计读出室温,并查出该室温下的饱和水蒸气的压力 P_{H_2O} (毫米汞柱)。根据理想气体状态方程式:

$$pV = nRT \quad (4)$$

可以计算出所析出氢气的摩尔数

$$n_{H_2} = \frac{(p - p_{H_2O}) \times V_{H_2}}{RT} \quad (5)$$

为了得到更准确的结果,还应考虑到氢在该实验介质中的溶解量 V_{H_2}' ,即由表上查出室温下氢在该介质中的溶解度,(可用氢在水中的溶解量近似计算,并略去氢在量气管的水中的溶解量)乘以该介质的体积(厘米³)。则金属的腐蚀速度

$$v = \frac{N \times 2n_{H_2}}{S \cdot t} = \frac{2N(p - p_{H_2O})(V_{H_2} + V_{H_2}')}{S \cdot t \cdot R \cdot T} \quad (6)$$

式中 N ——金属的氧化还原当量,g;

S ——金属的暴露面积,m²;

t ——金属腐蚀的时间;

R ——气体状态常数 $62.36 \text{ mL} \cdot \text{mm 汞柱} \times 10^3 / \text{mol} \cdot ^\circ\text{C}$ 。

容量法也可用于伴随吸氧的腐蚀过程,此时阴极反应是



测定一定容积中氧气的减少量,计算方法类似于析氢过程。

三、实验仪器和试剂

1. 实验仪器与材料:容量法测定腐蚀速度装置一套;碳钢试件;分析天平(0.000 1克);气压计;温度计;电化学去膜装置;滤纸;烧杯;电吹风(或烘箱);