

# 材料制备与测试实验指导

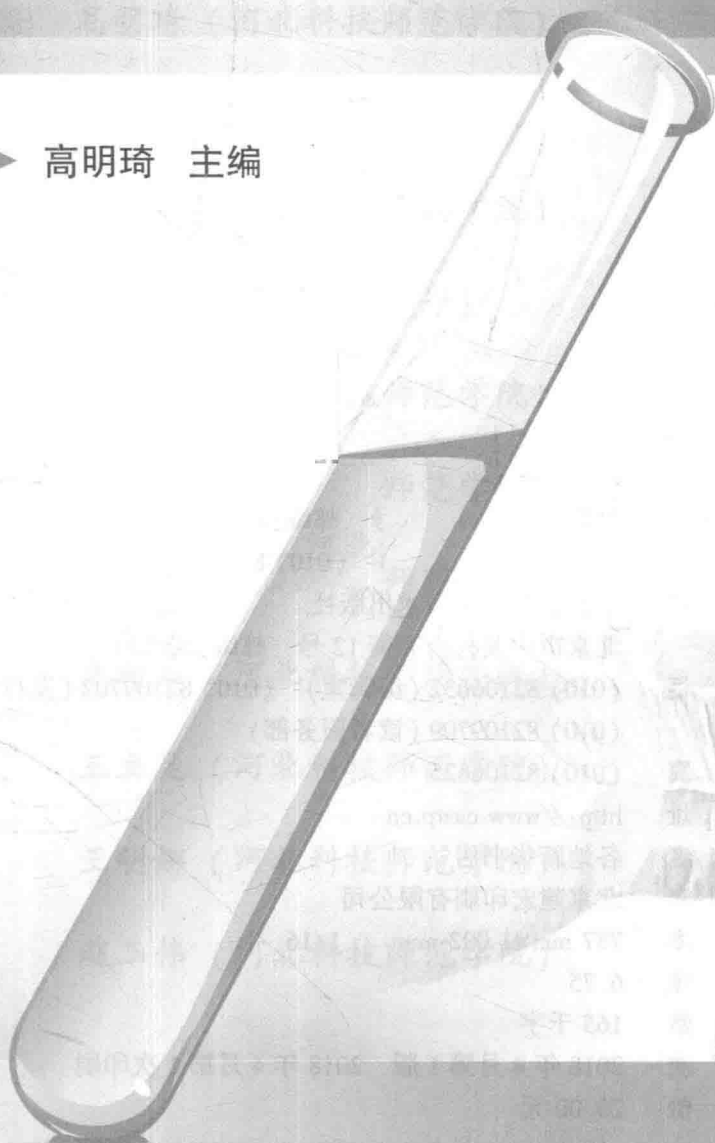
▶▶▶ 高明琦 主编



中国农业科学技术出版社

# 材料制备与测试实验指导

▶▶▶ 高明琦 主编



中国农业科学技术出版社

## 图书在版编目 (CIP) 数据

材料制备与测试实验指导 / 高明琦主编. —北京: 中国农业科学技术出版社,  
2018. 4

ISBN 978-7-5116-3594-5

I. ①材… II. ①高… III. ①材料制备-试验 IV. ①TB3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 062993 号

责任编辑 闫庆健  
文字加工 李功伟  
责任校对 贾海霞

出版者 中国农业科学技术出版社  
北京市中关村南大街 12 号 邮编: 100081  
电 话 (010) 82106632 (编辑室) (010) 82109702 (发行部)  
(010) 82109709 (读者服务部)  
传 真 (010) 82106625  
网 址 <http://www.castp.cn>  
经 销 者 各地新华书店  
印 刷 者 北京建宏印刷有限公司  
开 本 787 mm×1 092 mm 1/16  
印 张 6.75  
字 数 165 千字  
版 次 2018 年 4 月第 1 版 2018 年 4 月第 1 次印刷  
定 价 20.00 元

# 《材料制备与测试实验指导》

## 编者名单

主 编 高明琦 (河北科技师范学院)

副主编 陈 磊 (河北科技师范学院)

张启周 (河北科技师范学院)

参 编 (以姓氏首字拼音为序)

梁艳红 (河北科技师范学院)

刘晓旭 (河北科技师范学院)

刘自然 (河北科技师范学院)

卢树弟 (河北科技师范学院)

王立昆 (河北科技师范学院)

王明娜 (河北科技师范学院)

赵玉伟 (河北科技师范学院)

# 前 言

《材料制备与测试实验指导》是依托《普通化学》《材料合成与制备》《现代材料分析方法》《结构与物性》等多门课的理论内容、结合河北科技师范学院物理系实验室现有设备和条件设计开设的实验课程，包含了已开设的《普通化学实验》《合成制备实验》《材料物理专业实验》《结构与物性实验》和《专业综合训练》等实践课的内容，注重培养本专业学生的动手实践能力和创新思维。

本教材由河北科技师范学院高明琦主编，具体分工如下：高明琦承担策划和统稿工作，编写了第1章绪论、第5章研究型实验以及实验2.1、实验2.2、实验3.2、实验3.5、实验3.8、实验3.9、实验3.10、实验4.2、实验4.3和附录；张启周担任策划工作；陈磊协助高明琦承担部分统稿及校正，与高明琦共同编写了实验4.2和实验4.3；赵玉伟编写了实验2.6、实验2.7、实验2.8、实验3.3和实验4.9；王明娜编写了实验4.7和实验4.8；梁艳红编写了实验2.4、实验2.5和实验4.6；王立昆编写了实验2.3、实验3.1、实验4.1和实验4.5；刘晓旭编写了实验3.4和实验4.4；卢树弟编写了实验3.6；刘自然编写了实验3.7。

编 者

2017年12月

# 内容提要

本书总结了三年来该实验课的教学经验，构建课程体系时力求体现如下三项指导思想。

(1) 大多数材料制备方法是以多种化学方法为基础引申发展的，本门实验开设的综合化学实验是涵盖了无机、分析、有机和物化的、具有多学科性和综合性的实验课程，着重培养学生综合应用化学知识和多种化学研究方法来分析问题、解决问题的能力。

(2) 材料学是实用性很强的学科，涉及的材料种类繁多，制备方法多种多样，因此本门课程设计时，在现有条件下尽可能介绍各种材料的多种制备方法，并在其中穿插多种常见设备的原理和使用方法，丰富学生的知识面；同时适当追踪研究前沿，反映科研成果。

(3) 材料性能分析离不开各种先进仪器，本门课程开设的分析测试实验将介绍一些常见的材料性能测试仪器的原理和使用方法，以及这些性能在科研实验中的数据分析方法。

此外，体系中还添加了设计型实验的内容，主要方向是本专业教师科研方向的研究内容，既能在实验过程中体现科学研究思维 and 精神的培养，又能将学生引入较新的科学研究领域，体现应用型的教学理念，从而把理论学习—应用技术—科学前沿结合起来。

# 目 录

1 绪论 .....	(1)
1.1 教学特点 .....	(1)
1.2 实验室实验制度 .....	(1)
1.3 实验注意事项 .....	(2)
1.4 实验室操作规则 .....	(2)
1.4.1 取用试剂应注意事项 .....	(2)
1.4.2 化学试剂的配制 .....	(2)
1.4.3 仪器使用注意事项 .....	(3)
1.5 实验报告写作 .....	(3)
2 综合化学实验 .....	(4)
2.1 皂化值的测定 .....	(4)
2.1.1 实验目的 .....	(4)
2.1.2 实验原理 .....	(4)
2.1.3 实验仪器、器材与试剂 .....	(4)
2.1.4 实验步骤 .....	(5)
2.1.5 数据记录与处理 .....	(5)
2.1.6 注意事项 .....	(6)
2.1.7 思考题 .....	(6)
2.2 橄榄皂的制备 .....	(6)
2.2.1 实验目的 .....	(6)
2.2.2 实验原理 .....	(6)
2.2.3 实验器材与试剂 .....	(7)
2.2.4 实验步骤 .....	(8)
2.2.5 数据记录与处理 .....	(9)
2.2.6 注意事项 .....	(9)
2.2.7 思考题 .....	(9)
2.3 粗食盐的提纯 .....	(9)
2.3.1 实验目的 .....	(9)
2.3.2 实验原理 .....	(10)
2.3.3 实验器材与试剂 .....	(10)
2.3.4 实验步骤 .....	(10)

2.3.5	数据记录与处理	(10)
2.3.6	注意事项	(11)
2.3.7	思考题	(11)
2.4	乙酸乙酯的制备	(11)
2.4.1	实验目的	(11)
2.4.2	实验原理	(11)
2.4.3	实验器材与试剂	(11)
2.4.4	实验步骤	(12)
2.4.5	数据记录与处理	(12)
2.4.6	注意事项	(12)
2.4.7	思考题	(12)
2.5	氯化钡中钡含量的测定	(13)
2.5.1	实验目的	(13)
2.5.2	实验原理	(13)
2.5.3	实验器材与试剂	(13)
2.5.4	实验步骤	(13)
2.5.5	数据记录与处理	(14)
2.5.6	注意事项	(14)
2.5.7	思考题	(14)
2.6	EDTA 标准溶液的配制及水硬度的测定	(14)
2.6.1	实验目的	(14)
2.6.2	实验原理	(14)
2.6.3	基本操作	(15)
2.6.4	实验器材与试剂	(15)
2.6.5	实验步骤	(16)
2.6.6	数据记录与处理	(16)
2.6.7	注意事项	(17)
2.6.8	思考题	(17)
2.7	茶叶中咖啡因的提取	(18)
2.7.1	实验目的	(18)
2.7.2	实验原理	(18)
2.7.3	实验器材、原料与装置	(19)
2.7.4	实验步骤	(19)
2.7.5	注意事项	(20)
2.7.6	思考题	(20)
2.8	邻二氮菲分光光度法测定微量铁	(20)
2.8.1	实验目的	(20)
2.8.2	实验原理	(20)



2.8.3	实验仪器、器材与试剂	(21)
2.8.4	实验步骤	(21)
2.8.5	数据记录与处理	(22)
2.8.6	注意事项	(23)
2.8.7	思考题	(23)
3	材料制备实验	(24)
3.1	溶胶凝胶法制备 $\text{TiO}_2$ 薄膜材料	(24)
3.1.1	实验目的	(24)
3.1.2	实验原理	(24)
3.1.3	实验仪器、器材与试剂	(25)
3.1.4	实验步骤	(25)
3.1.5	数据记录与处理	(25)
3.1.6	注意事项	(25)
3.1.7	思考题	(25)
3.2	水热合成法制备 $\text{TiO}_2$	(26)
3.2.1	实验目的	(26)
3.2.2	实验原理	(26)
3.2.3	实验仪器、器材与试剂	(26)
3.2.4	实验步骤	(26)
3.2.5	数据记录与处理	(27)
3.2.6	注意事项	(27)
3.2.7	思考题	(27)
3.3	高温固相法合成稀土掺杂硼酸盐粉体	(27)
3.3.1	实验目的	(27)
3.3.2	实验原理	(27)
3.3.3	实验仪器、器材与试剂	(28)
3.3.4	实验步骤	(28)
3.3.5	注意事项	(28)
3.3.6	思考题	(28)
3.4	微波辐射沉淀法制备碳负载 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 纳米颗粒	(28)
3.4.1	实验目的	(28)
3.4.2	实验原理	(28)
3.4.3	实验仪器、器材与试剂	(30)
3.4.4	实验步骤	(30)
3.4.5	数据记录与处理	(30)
3.4.6	注意事项	(31)
3.4.7	思考题	(31)
3.5	超声波沉淀法制备 $\text{ZnO}$ 纳米颗粒	(31)

3.5.1	实验目的	(31)
3.5.2	实验原理	(31)
3.5.3	实验仪器、器材与试剂	(33)
3.5.4	实验步骤	(33)
3.5.5	数据记录与处理	(33)
3.5.6	注意事项	(33)
3.5.7	思考题	(33)
3.6	金纳米颗粒的制备	(34)
3.6.1	实验目的	(34)
3.6.2	实验原理	(34)
3.6.3	实验仪器、器材与试剂	(34)
3.6.4	实验方法	(34)
3.6.5	数据记录与处理	(34)
3.6.6	注意事项	(35)
3.6.7	思考题	(35)
3.7	磁控溅射法制备 Cu 薄膜	(35)
3.7.1	实验目的	(35)
3.7.2	实验原理	(35)
3.7.3	实验仪器与耗材	(38)
3.7.4	实验步骤	(38)
3.7.5	数据记录与处理	(38)
3.7.6	实验结论	(39)
3.7.7	思考题	(40)
3.8	阳极氧化法制备 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 膜	(40)
3.8.1	实验目的	(40)
3.8.2	实验原理	(40)
3.8.3	实验仪器、器材与试剂	(40)
3.8.4	实验步骤	(41)
3.8.5	数据记录与处理	(42)
3.8.6	注意事项	(43)
3.8.7	思考题	(43)
3.9	电化学合成导电聚合物 PPy	(43)
3.9.1	实验目的	(43)
3.9.2	实验原理	(43)
3.9.3	实验仪器、器材与试剂	(47)
3.9.4	实验步骤	(47)
3.9.5	数据记录与处理	(47)
3.9.6	注意事项	(48)

3.9.7 思考题 .....	(48)
3.10 本体聚合聚甲基丙烯酸甲酯 (PMMA) .....	(48)
3.10.1 实验目的 .....	(48)
3.10.2 实验原理 .....	(48)
3.10.3 实验仪器、器材与试剂 .....	(49)
3.10.4 实验步骤 .....	(49)
3.10.5 数据记录与处理 .....	(50)
3.10.6 注意事项 .....	(50)
3.10.7 思考题 .....	(50)
4 材料性能分析与测试 .....	(51)
4.1 紫外可见光谱测试 ITO 薄膜带隙 .....	(51)
4.1.1 实验目的 .....	(51)
4.1.2 实验原理 .....	(51)
4.1.3 实验仪器、器材与耗材 .....	(51)
4.1.4 实验步骤 .....	(52)
4.1.5 数据记录与处理 .....	(52)
4.1.6 注意事项 .....	(52)
4.1.7 思考题 .....	(53)
4.2 霍尔效应仪的使用 .....	(53)
4.2.1 实验目的 .....	(53)
4.2.2 实验原理 .....	(53)
4.2.3 实验仪器、器材与耗材 .....	(55)
4.2.4 实验步骤 .....	(55)
4.2.5 数据记录与处理 .....	(55)
4.2.6 注意事项 .....	(55)
4.2.7 思考题 .....	(55)
4.3 膜厚仪测定薄膜厚度 .....	(55)
4.3.1 实验目的 .....	(55)
4.3.2 实验原理 .....	(56)
4.3.3 实验仪器与样品 .....	(57)
4.3.4 实验步骤 .....	(57)
4.3.5 数据记录与处理 .....	(57)
4.3.6 注意事项 .....	(57)
4.3.7 思考题 .....	(57)
4.4 循环伏安法判断铁氰化钾的电极反应过程 .....	(57)
4.4.1 实验目的 .....	(57)
4.4.2 实验原理 .....	(58)
4.4.3 实验仪器、器材与试剂 .....	(59)

4.4.4	实验步骤 .....	(59)
4.4.5	数据记录与处理 .....	(59)
4.4.6	注意事项 .....	(60)
4.4.7	思考题 .....	(61)
4.5	冷却法金属比热容的测定实验 .....	(61)
4.5.1	实验目的 .....	(61)
4.5.2	实验原理 .....	(61)
4.5.3	实验仪器、器材与样品 .....	(62)
4.5.4	实验步骤 .....	(62)
4.5.5	数据记录与处理 .....	(63)
4.5.6	注意事项 .....	(63)
4.5.7	思考题 .....	(63)
4.6	居里点的测定 .....	(64)
4.6.1	实验目的 .....	(64)
4.6.2	实验原理 .....	(64)
4.6.3	实验仪器与样品 .....	(64)
4.6.4	实验步骤 .....	(64)
4.6.5	数据记录与处理 .....	(65)
4.6.6	注意事项 .....	(65)
4.6.7	思考题 .....	(65)
4.7	纯弯曲梁的正应力实验 .....	(66)
4.7.1	实验目的 .....	(66)
4.7.2	实验原理 .....	(66)
4.7.3	实验仪器与器材 .....	(67)
4.7.4	实验步骤 .....	(68)
4.7.5	数据记录与处理 .....	(68)
4.7.6	注意事项 .....	(68)
4.7.7	思考题 .....	(68)
4.8	碳钢的剪切弹性模量 $G$ 的测定 .....	(69)
4.8.1	实验目的 .....	(69)
4.8.2	实验原理 .....	(69)
4.8.3	实验仪器与器材 .....	(70)
4.8.4	实验步骤 .....	(70)
4.8.5	数据记录与处理 .....	(70)
4.8.6	注意事项 .....	(72)
4.8.7	思考题 .....	(72)
4.9	荧光分光光度计实验 .....	(72)
4.9.1	实验目的 .....	(72)

4.9.2	实验原理	(72)
4.9.3	实验仪器与耗材	(74)
4.9.4	实验步骤	(74)
4.9.5	注意事项	(74)
5	研究型实验	(75)
5.1	TiO <sub>2</sub> 光催化性能测试	(75)
5.1.1	实验目的	(75)
5.1.2	实验原理	(75)
5.1.3	实验仪器、器材与试剂	(76)
5.1.4	实验步骤	(77)
5.1.5	数据记录与处理	(77)
5.1.6	思考题	(78)
5.2	染料敏化太阳能电池的制备和组装	(78)
5.2.1	实验目的	(78)
5.2.2	实验原理	(78)
5.2.3	实验仪器、耗材与试剂	(81)
5.2.4	实验步骤	(81)
5.2.5	数据记录与处理	(82)
5.2.6	思考题	(82)
5.3	太阳能 IV 测试系统测试电池伏安特性	(83)
5.3.1	实验目的	(83)
5.3.2	实验原理	(83)
5.3.3	实验仪器、器材与样品	(86)
5.3.4	实验步骤	(86)
5.3.5	数据记录与处理	(86)
5.3.6	思考题	(86)
	参考文献	(88)
	附录	(89)

# 1 绪 论

《材料制备与测试实验指导》是针对材料物理专业人才培养目标的要求而设置的一门新实验课程，是材料物理专业设置的专业实验系列课程之一。本系新开设的材料物理专业实验，以各种化学实验为主线，且打破了原来无机、分析、有机和物化的体系壁垒，又加入了一些特色材料的典型的合成方法。而且对材料的分析与制备方面联系得更加紧密，更加注意培养学生的综合能力、科学素养、应用技能和创新意识。

## 1.1 教学特点

(1) 本教材是为材料物理专业二年级和三年级学生开设的一门独立的专业实验课程，以加强基本技能与应用技能的训练，培养学生综合能力、应用意识和创新精神为目的，选择内容，安排实验。

(2) 本校的材料物理专业为新创专业，学科培养计划中培养学生关于材料学、物理学和化学的综合知识，其实验没有现成教材，依赖专业组的各位专职教师群策群力加以完善。

(3) 本门实验的最大特色之处在于：将实验内容①与学生的理论知识相结合；②与实验室现有设备和条件相融洽；③以本专业组各位老师的专业知识为基本而引申。从而使实验内容既能满足学生们对基础知识的需求与掌握，又能培养学生对科学研究的态度与技能，锻炼学生对现代仪器的操作应用，深化对新兴科学进展的兴趣与了解，从而把理论学习——应用技术——科学前沿结合起来。

## 1.2 实验室实验制度

学生应遵守实验室的各项制度，集中思想认真操作。

(1) 进入实验室要自觉遵守纪律，保持安静，不大声喧哗、嬉笑，不乱动仪器和其他设施，在指定实验台进行实验，爱护仪器，节约用品。不能带食物进入实验室。

(2) 实验开始前，要认真预习实验内容并按照实验要求检查实验用品是否齐全，如有缺损及时报告实验教师；实验过程中，按照规定的实验内容进行实验，遵守操作规程。

(3) 保持实验室的清洁、整齐，不随地吐痰，实验室中的废纸、火柴、废液等必须放在指定容器中。

(4) 爱护实验室的一切公物，注意节约用水用物，若损坏了仪器、药品，必须及时报告教师，说明原因，并按照实验室规定酌情赔偿。

(5) 实验过程中仔细观察各种现象，并如实详细地记录在实验报告上。

(6) 实验完毕后按教师要求清洗仪器，做好各项清洁工作，将仪器、药品摆放整齐，经老师检查验收后，得到批准方可离开实验室。值日生必须在所有实验结束后打扫实验室卫生、整理公共实验台、检查电闸是否断开、水龙头是否关闭、最后关好门窗。实验室内的一切物品不得带离实验室。

### 1.3 实验注意事项

进入实验室里，不得穿裙子、短裤、凉鞋、拖鞋；戴隐形眼镜的同学要换用普通眼镜；穿好白大褂后再进入实验区域；女同学把头发、装饰品扎好；与实验无关的物品应放在书包里面。

- ※ 禁止在实验室里面大声说话、游戏、打闹；
- ※ 禁止在实验室喝水、吃东西；
- ※ 禁止在实验室中睡觉、玩手机；
- ※ 在实验期间未经允许不得离开实验室。

### 1.4 实验室操作规则

#### 1.4.1 取用试剂应注意事项

(1) 取用试剂时应注意保持清洁。瓶塞不得任意放置，取用后应立即盖好，以防试剂被其他物质沾污或变质。

(2) 固体试剂应用洁净干燥的小勺取用。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净，以免腐蚀。

(3) 原装液体试剂取用时，应采用“倒出”的方法，尽量不用吸管直接吸取，若有特殊必要时，吸管或移液管应洁净防止带入污物或水（影响溶液的浓度）。用吸管吸取试剂溶液时，绝不能用未经洗净的同一吸管插入不同的试剂瓶中吸取试剂。

(4) 试剂自瓶中倒出后若使用不完时，不得再倒回原瓶。因此，实验时要按需取用，以免造成浪费。

(5) 所有盛装试剂的瓶上都应贴有明显的标签，写明试剂的名称、规格及配制日期。千万不能在试剂瓶中装入不是标签上所写的试剂。没有标签标明名称和规格的试剂，在未查明前不能随便使用。书写标签最好用绘图墨汁，以免日久褪色。

(6) 在分析工作中，试剂的浓度及用量应按要求适当使用，过浓或过多，不仅造成浪费，而且还可能产生副反应，甚至得不到正确的结果。

(7) 公用试剂用完后应立即放回原处，以免影响他人使用。

#### 1.4.2 化学试剂的配制

根据对所配溶液的准确性要求不同，可分为：

(1) 基准溶液：用来标定标准溶液浓度的，具有准确的浓度，应由万分之一克准确度的分析天平准确称取基准试剂，然后用容量瓶和二次蒸馏水准确配制。

(2) 标准溶液：用于分析实验的工作溶液，可用基准试剂配制或用基准溶液进行标定，一般可保存几周几个月不等。标准溶液用于测定试样中的主体成分或常量成分，有两种配制方法。

①直接法。准确称取一定量的基准物质直接配制。该方法比较简单，但成本高，而且很多种标准溶液没有适当的标准物质进行直接配制（例如 HCl、NaOH 溶液等）。

②间接法。先用分析纯试剂配成接近所需浓度的溶液，再用适当的基准物质进行标定。

(3) 一般溶液：一般溶液多为实验试剂，如酸碱指示剂、pH 缓冲溶液指示剂等，在配制时精度要求不高，一般可用台秤称量、量筒量取、蒸馏水配制，但要注意配制过程中不要被其他药品污染。

配制好的溶液盛装在试剂瓶或滴瓶中，摇匀后贴上标签，注意标明溶液名称、浓度和配制时间。

### 1.4.3 仪器使用注意事项

- (1) 使用仪器前，做好预习并认真听教师讲解仪器原理、使用方法和注意事项。
- (2) 实验时，实验仪器及器材摆放整齐、布局合理，便于操作和记录。
- (3) 仪器设备不准随意拆改或解体使用，有问题及时与指导教师联系。

## 1.5 实验报告写作

实验报告是实验的总结，是把感性认识上升到理性认识的重要环节。这一环节是培养学生分析、归纳、总结、写作能力的重要步骤。实验报告要求字迹端正、整齐清洁、语句通顺、格式统一。

实验报告包含封面、预习报告及实验报告三部分，其格式见附录 1 至附录 3。实验之前认真预习并完成预习报告；实验报告一般应包括以下内容：

- (1) 实验名称，课程名称、实验日期，实验者姓名及班级、学号、组别、同组人。
- (2) 实验目的。
- (3) 实验仪器。
- (4) 实验原理。要求简明扼要，尽量用化学语言表达。
- (5) 实验步骤。通过简图、表格、化学反应方程式、符号等简洁明了地表示。
- (6) 实验现象与数据记录：表达要正确，数据记录要完整。绝对不允许主观臆造，抄袭他人的作业。根据实验现象进行数据整理、归纳、计算。
- (7) 实验结论。对实验进行小结，包括对实验现象与结果的分析讨论。也可对实验的整体设计提出自己的意见和建议，实验中的一切现象（包括异常现象）都应进行讨论，定量实验应分析实验误差产生的原因。对实验方法、教学方法和实验内容等提出意见或建议。
- (8) 思考题的解答。



## 2 综合化学实验

### 2.1 皂化值的测定

#### 2.1.1 实验目的

1. 掌握皂化值的概念、其测定的原理和方法。
2. 掌握回流的原理和组装方法。
3. 熟练滴定的操作方法。

#### 2.1.2 实验原理

油脂的碱水解称皂化作用。皂化 1 g 油脂所需碱（比如 KOH）的毫克数，称为皂化值，也称皂化价，单位为  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ 。

油脂的主要成分是脂肪酸甘油酯和游离脂肪酸等，皂化值的大小与油脂中所含甘油酯的化学成分有关。油脂的皂化值是评价油脂组成的重要指标，有以下规律。

1. 油脂的皂化值与油脂的脂肪酸的平均相对分子质量成反比。油脂的皂化值越大，说明组成油脂的脂肪酸的平均相对分子质量越小，碳链越短。另外，游离脂肪酸含量增大，皂化值增加。
2. 每一种油脂都有其相应的皂化值，如果实测值与标准值不符，说明掺有杂质。对大多数食用油脂来说，脂肪酸的平均相对分子质量为 200 左右。乳脂中含有较多的低级脂肪酸，所以，乳脂的皂化值较大。

油脂的皂化值是指导肥皂生产的重要数据，可根据皂化值计算皂化所需碱量、油脂内的脂肪酸含量和油脂皂化后生成的理论甘油量三个重要数据。

测定皂化值是利用酸碱中和的原理。将油脂在加热条件下与一定量过量的 KOH 乙醇溶液反应，剩余的 KOH 以酸标准溶液进行反滴定；同时进行空白实验滴定同样量的 KOH 溶液，从而得到皂化油脂所用的 KOH 的量，由此可计算出皂化值，其反应式如下：



#### 2.1.3 实验仪器、器材与试剂

仪器：电热套、电子天平。