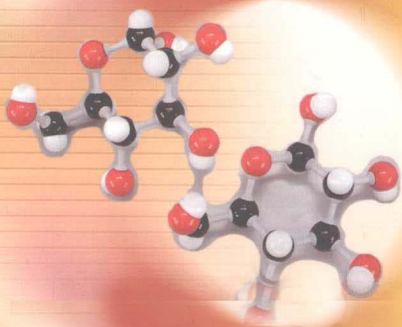


高等学校实验实训规划教材

材料化学实验教程

汪丽梅 窦立岩 主 编

关国英 副主编



冶金工业出版社
Metallurgical Industry Press

内 容 提 要

本书紧密结合“材料化学”课程的教学内容,并集编者的教学体会和国内外相关文献资料编写而成。全书分为基础合成实验、应用性实验、研究性实验三部分,内容涉及无机材料和高分子材料的合成方法、近代测试方法。编者不仅考虑了实验的普适性,还特别注重实验的研究性和学科发展的前瞻性。

本书适用于理工科化学专业、材料化学专业实验课程教材以及研究生实验参考书。

图书在版编目(CIP)数据

材料化学实验教程/汪丽梅, 窦立岩主编. —北京:
冶金工业出版社, 2010. 12
高等学校实验实训规划教材
ISBN 978-7-5024-5401-2

I. ①材… II. ①汪… ②窦… 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(2010)第 206297 号

出 版 人 曹胜利

地 址 北京北河沿大街嵩祝院北巷 39 号, 邮编 100009

电 话 (010)64027926 电子信箱 yjchs@cnmip.com.cn

责任编辑 王之光 谢冠伦 美术编辑 张媛媛 版式设计 葛新霞

责任校对 卿文春 责任印制 张祺鑫

ISBN 978-7-5024-5401-2

北京百善印刷厂印刷; 冶金工业出版社发行; 各地新华书店经销

2010 年 12 月第 1 版, 2010 年 12 月第 1 次印刷

148mm×210mm; 6 印张; 174 千字; 180 页

16.00 元

冶金工业出版社发行部 电话:(010)64044283 传真:(010)64027893

冶金书店 地址:北京东四西大街 46 号(100010) 电话:(010)65289081(兼传真)

(本书如有印装质量问题, 本社发行部负责退换)

前 言

材料化学伴随着材料科学的发展而诞生和成长，它是材料科学的重要组成部分，又是化学学科的一个分支。目前很多高等学校开设了材料化学专业。而材料化学的科学技术与实验科学密切相关，新材料的合成需要反复实验来摸索条件，材料的各项性能指标需要依靠实验测试来获得。因此，材料化学实验课程教学为材料化学学科的发展起到至关重要的作用。

材料化学实验是继无机非金属材料和高分子化学与物理课程之后而开设的独立实验课程，是理论教学的深化和补充，具有较强的实践性，是一门重要的技术基础课。

本书内容包括三部分：基础合成实验、应用性实验、研究性实验。基础合成实验部分包括 21 个实验，以材料制备和测定方法以及基本化学理论模型为主线选择实验内容；主要对学生进行基础化学实验操作训练，以及练习各种谱学仪器使用和谱图分析能力培养。应用性实验部分包括 21 个实验，涉及各种现代先进功能材料如功能陶瓷、功能高分子、能源材料等，选择某些代表性的实验内容，同时还兼顾对学生实验技术和方法的训练；旨在培养学生实验兴趣，扩展知识领域。研究性实验包括 10 个实验，与前两部

分不同的是训练范围较宽、实验时间较长，实验编写步骤简洁，此外还有文献查阅、纳米材料的制备等；目的是加强学生实验的自主性和能动性，培养学生独立实验和分析问题能力。

本书取材于科研实例，体现了以突出应用和实验方法为重点的特点，具有较强的实用性和新颖性，不仅便于学生自学，而且有利于学生整体科研素质的培养和提高。

本书由吉林建筑工程学院材料科学与工程学院汪丽梅、窦立岩任主编，关国英任副主编。本书在编写过程中，参考了大量国内外相关书刊，并得到了冶金工业出版社的支持和帮助，在此深表感谢！

由于编者学识所限，尤其是将实验技术与学科前沿结合尚属初试，难免有不妥之处，敬请读者批评指正。

编 者

2010年8月

目 录

第一部分 基础合成实验	1
实验 1 固相法制备 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 纳米粒子	1
实验 2 化学共沉淀法制备锰锌铁氧体磁性材料	3
实验 3 $\text{ZnS}:\text{Mn}$ 无机荧光粉的合成	6
实验 4 钛酸钡粉体的水热合成	9
实验 5 溶胶-凝胶法制备纳米二氧化钛	13
实验 6 沉淀法制纳米级碳酸钙	16
实验 7 草酸根合铁(Ⅲ)酸钾的制备及表征	18
实验 8 沸石分子筛的水热合成及其性能测定	24
实验 9 室温离子液体的合成	28
实验 10 非晶态合金 NiP 的制备	31
实验 11 MMA 本体聚合制有机玻璃板	34
实验 12 乙酸乙烯酯乳液聚合	37
实验 13 聚乙烯醇缩甲醛胶水的制备	40
实验 14 环氧树脂的制备	43
实验 15 丙烯腈沉淀聚合	46
实验 16 苯乙烯的光敏化聚合反应	49
实验 17 形状记忆聚氨酯的合成	51
实验 18 丙烯酰胺反相微乳液聚合	55
实验 19 甲基丙烯酸丁酯的原子转移自由基聚合	59
实验 20 微波辐射催化合成乙酰水杨酸	62
实验 21 乙酰二茂铁的合成与分离	65
第二部分 应用性实验	70
实验 22 碳素钢中锰含量的测定	70

实验 23	金属常温磷化及磷化膜性能测试·····	72
实验 24	硫酸铝铵相变储能材料的研究·····	77
实验 25	无机硅酸盐耐高温涂料的制备·····	79
实验 26	固体释氧剂过氧化钙的制备及含量测定·····	83
实验 27	电沉积法制备 CdS 纳米半导体薄膜 ·····	86
实验 28	自组装单层膜诱导合成 BiFeO ₃ 薄膜 ·····	90
实验 29	镁铝水滑石的合成及产物中铝含量的测定·····	93
实验 30	固相法合成铝酸铈 SrAl ₂ O ₄ : Eu, Dy 长余辉发光材料·····	97
实验 31	固溶体 Bi ₂ Mo _{0.6} W _{0.4} O ₆ 的水热合成及光催化性能 ···	100
实验 32	可膨胀石墨的制备及表征 ·····	103
实验 33	蒙脱土聚甲基丙烯酸甲酯复合材料的制备 ·····	106
实验 34	聚丙烯酸类高吸水树脂的制备和性能测试 ·····	109
实验 35	聚苯胺的制备和导电性测试 ·····	113
实验 36	复合材料的模压成型 ·····	116
实验 37	淀粉的交联改性研究 ·····	119
实验 38	壳聚糖/丙烯酰胺接枝共聚絮凝剂的制备·····	122
实验 39	膨胀计法测定甲基丙烯酸甲酯本体聚合反应速率 ···	125
实验 40	聚合物熔体流动速率的测定 ·····	129
实验 41	高抗冲聚苯乙烯的制备 ·····	133
实验 42	高分子载体催化剂的制备及应用 ·····	135
第三部分	研究性实验 ·····	139
实验 43	模板法制备 Ce _x Fe _{1-x} O ₂ 固溶体及其乙醇水蒸气 催化制氢的研究 ·····	139
实验 44	Bi 系超导材料的制备 ·····	142
实验 45	可充镁电池正极材料 MgTi ₂ O ₅ 的制备 ·····	146
实验 46	硬脂酸-二氧化硅复合相变储能材料的研究 ·····	149
实验 47	室温离子液体中制备银纳米微粒 ·····	151
实验 48	PIT 聚酯结晶性能的研究 ·····	153
实验 49	MCM-41 有序中孔分子筛的研究 ·····	157

实验 50	环境矿物/高分子复合高吸水树脂的研究	159
实验 51	丙烯酸酯乳液压敏胶的制备及性能测定	163
实验 52	海藻酸钠溶液的流变性研究	166
附 录		170
附录 1	常用溶剂的沸点、溶解性和毒性	170
附录 2	重要聚合物的英文缩写	176
附录 3	常用的热浴与冷浴	178
附录 4	国际单位制 (SI) 基本单位及专门名称	179
附录 5	一些常见聚合物的密度	180

第一部分 基础合成实验

实验1 固相法制备 α - Fe_2O_3 纳米粒子

一、实验目的

- (1) 掌握固相反应合成 α - Fe_2O_3 纳米粒子的方法。
- (2) 了解三氧化二铁的性质和用途。

二、实验原理

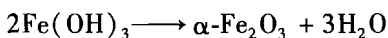
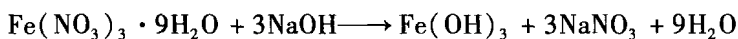
结晶三氧化二铁有 α 和 γ 两种不同的晶型。 α 型是顺磁性的，而 γ 型是铁磁性的。在自然界存在的赤铁矿是 α 型。将硝酸铁或者草酸铁加热，可以制得 α - Fe_2O_3 ，将四氧化三铁氧化可制得 γ - Fe_2O_3 。 γ - Fe_2O_3 在 673K 以上转变为 α - Fe_2O_3 。三氧化二铁可以用作红色颜料、涂料、媒染剂、磨光粉和某些反应的催化剂。

纳米三氧化二铁是一种电阻较大的半导体，它的表面可以吸附氧气，并使氧气分子活化，在 300℃ 以上可作为催化剂催化氧化可燃性气体。表面吸附的氧气分子的电负性强，它夺取纳米颗粒表层的电子，使纳米三氧化二铁晶粒内部的空穴数目增加，即材料的导电性增强。当可燃性气体通过其表面时，表面上活化的氧气分子参与反应，使表面吸附的氧气分子数目急剧减少，同时导致材料的导电性降低，降低的值与通过气体的浓度有近似线形的关系。利用这种关系人们制造了气敏测试仪，这种仪器已用于环境监测，交通安全的酒精、汽油等可燃性气体的实际测试中。

固相化学反应法合成纳米氧化物是近年来发展起来的一种新方法。固相反应法将金属盐或金属氧化物按一定比例充分混合，研磨后进行煅烧，通过发生固相反应直接制备纳米级微粒。

用 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 和 NaOH 固-固相化学反应直接制备 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 纳米粒子的方法, 不仅使合成工艺大为简化而降低合成成本, 并减少由中间步骤及高温反应引起的诸如粒子团聚, 所需晶化时间长等问题, 这为 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 纳米粒子的合成提出一种价廉而简易的新方法。

反应的机理可能为:



三、仪器与试剂

1. 仪器

玛瑙研钵 (直径 10cm), 马弗炉, 透射电镜, X 射线衍射分析仪, Mössbauer 穆斯堡尔谱仪 (等加速电磁驱动型)。

2. 试剂^①

硝酸铁 [$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$], 氢氧化钠 (NaOH), 乙醇 (工业级)。

四、实验步骤

1. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 纳米粒子的合成

将 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 和 NaOH 按 1:3 摩尔比称量置于玛瑙研钵中混合充分研磨 30min, 固相产物用二次蒸馏水和乙醇交替洗涤三次, 抽滤后自然干燥, 得粗产品。然后将粗产品置于马弗炉中于 100~500℃ 温度灼烧 2h, 即得样品。

2. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 纳米粒子的表征

(1) 用 XRD 和 Mössbauer 谱仪检测粒子的相组成。XRD 测定所

① 试剂未加说明的均为分析纯。

用靶为 CuK_α , $\lambda = 1.54\text{nm}$ 。Mössbauer 谱: 放射源为 $^{57}\text{Co}(\text{Rh})$ 用 $25\mu\text{m}$ 厚 $\alpha\text{-Fe}$ 箔进行速度标定。

(2) 用 TEM 观察粒子的形貌。

五、实验结果与处理

(1) 将实验数据记录于下表。

产 率	
粒子大小	
形 貌	

(2) XRD 和 Mössbauer 谱仪分析结果: _____。

六、思考题

(1) 根据结晶学原理, 分析形成纳米级 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 晶粒的原因。

(2) 灼烧起什么作用?

七、参考文献

- [1] 邱春喜, 等. 固相法制备 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 纳米粒子 [J]. 无机材料学报, 2001, 16 (5): 957.
- [2] 赵克辉, 等. 纳米 Fe_2O_3 的制备与气敏性质的研究 [J]. 化工进展, 2002, 21 (8): 579.

实验2 化学共沉淀法制备锰锌铁氧体磁性材料

一、实验目的

(1) 了解化学共沉淀法的基本原理及特点。

(2) 掌握使用共沉淀法合成锰锌铁氧体磁性材料。

(3) 学习使用 X 射线衍射仪、红外光谱分析及扫描电镜等手段对产物进行表征。

二、实验原理

在科技高速发展的今天，干电池的应用非常广泛，大量的锌锰干电池废弃物造成了严重的环境污染。从锌锰电池的材料组成看，其中含有大量的锰、锌和铁，这正是制备高附加值锰锌铁氧体的主要原料。锰锌铁氧体又称磁性陶瓷，是一种具有尖晶石结构的软磁性材料。因其具有高磁导率和低功率损耗等优良的磁性能，被广泛应用于电子、航空等工业及医药领域主要用来制造高频变压器、感应器、记录磁头和噪声滤波器等。以硫酸溶解废旧锌锰干电池所得溶液为原料，采用草酸盐共沉淀法制备具有尖晶石结构的锰锌铁氧体，为废旧干电池资源化提供了新的途径。

共沉淀法是指在包含一种或多种离子的可溶性盐溶液中，加入沉淀剂（如 OH^- 、 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 、 CO_3^{2-} 等）或在一定温度下使溶液发生水解，形成的不溶性氢氧化物、水合氧化物或盐类从溶液中析出，然后将溶剂和溶液中原有的阴离子洗去，经热分解或脱水得到所需的氧化物粉末的方法。此法具有颗粒细小、均匀、纯度高、化学活性好等优点，因此国内外很重视共沉淀法的研究与开发。

本实验以硫酸溶解废旧锌锰干电池所得溶液为原料，采用草酸盐共沉淀法对具有尖晶石结构的锰锌铁氧体的制备过程进行了探索，并对所得产物的形貌及磁性能进行了表征与分析。

三、仪器与试剂

1. 仪器

托盘天平，烧杯，量筒，玻璃棒，温度计，布氏漏斗，精密酸度计，原子吸收分光光度计，红外光谱仪，X 射线衍射仪，马弗炉，振动样品磁强计，透射电镜，扫描电镜。

2. 试剂

1 号电池，硫酸，过氧化氢，氨水（化学纯），硫酸锌，硫酸锰，硫酸亚铁，草酸铵。

四、实验步骤

1. 锰锌铁氧体的制备

将1节1号中华电池整体浸在300mL, 3mol/L 硫酸中, 加入50mL 过氧化氢, 待完全溶解后, 过滤除去废旧电池中的塑料垫片、炭棒等不溶杂质。将滤液回流煮沸1h 以除去滤液中残余的过氧化氢, 用氨水调滤液的pH 值为2~4, 用原子吸收分光光度计测滤液中铁、锰、锌的浓度。

然后向滤液中补加所需的硫酸盐以调节滤液成分, 使滤液中金属离子的总浓度为 $c(M^{2+}) = 0.5\text{mol/L}$, 并使 $n(\text{Fe}_2\text{O}_3) : n(\text{MnO}) : n(\text{ZnO}) = 1 : 0.6 : 0.4$ 。加热混合硫酸盐至温度恒定为 55°C 后, 搅拌状态下向其中加入等体积的 $0.65\text{mol/L}(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 沉淀剂。调节pH 值为3.5~4.0, 反应2h 后停止搅拌, 陈化5h, 用布氏漏斗抽滤, 用去离子水洗涤沉淀至无 SO_4^{2-} , 沉淀物在 110°C 干燥1.5h 后, 在马弗炉中于 1100°C 煅烧4h, 产物自然冷却后研磨成细粉, 即为锰锌铁氧体产品。

2. 锰锌铁氧体的表征

- (1) 用XRD、IR 等手段检测产物的组成及晶型。
- (2) 用TEM 和SEM 等手段对产物形貌进行表征。
- (3) 用振动样品磁强计测定产物的磁性能。

五、实验结果与处理

- (1) 将实验结果记录于下表。

产物颜色		外形	
产量		产率	

- (2) 磁强计所测磁学性能结果。

饱和磁化强度: _____; 矫顽力: _____。

- (3) 使用XRD 和IR 测试所得样品的分析结果: _____。

六、思考题

- (1) 合成过程中为什么选用草酸铵为沉淀剂?
- (2) 为什么要严格控制 pH 值的范围?

七、参考文献

- [1] 席国喜, 等. 废旧电池共沉淀法制备锰锌铁氧体 [J]. 化学世界, 2006, 7: 385.
- [2] 余维清, 丘泰. 共沉淀法制备锰锌铁氧体微粉的研究 [J]. 电子元件与材料, 2009, 28(3): 53.

实验 3 ZnS: Mn 无机荧光粉的合成

一、实验目的

- (1) 掌握 ZnS: Mn 无机荧光粉的化学合成方法。
- (2) 了解无机荧光粉的性质和用途。

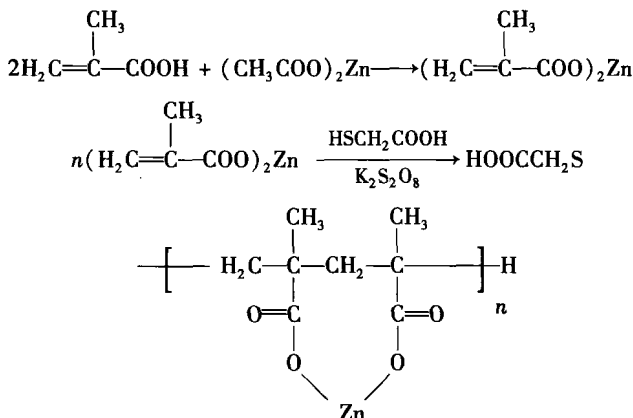
二、实验原理

发光是物体内部以某种方式吸收能量, 然后转化为光辐射的过程。发光技术近年来得到了广泛的应用。就以固体发光为例, 它可用于各种形式的光源、显示和显像技术、光电子器件、辐射场的探测及辐射剂量的记录等。

在过去十多年里, 半导体纳米材料以其独有的特性, 如大的比表面积、量子限域和其他效应, 受到材料科学家的广泛关注。ZnS 是性能优良的 II ~ VI 族半导体材料, 禁带宽度为 3.66 eV, 在可见光范围内具有高的折射和透射系数, 被广泛用于薄膜电光器件、红外线窗口、感应器以及激光器等。因为具有红外透明、荧光、磷光等特性, 当硫化锌纳米粒子半径小于激子玻尔半径时, 表现出量子限域效应, 产生吸收光谱蓝移和高效荧光特性, 可用于制备新一代高性能的光电传感器和平面显示器。

ZnS 作为一种性能独特的发光材料基质, 通过改变其中的掺杂

本实验介绍一种低成本、易于操作的 $\text{ZnS}:\text{Mn}$ 荧光粉的化学合成方法。其合成原理如下列反应式所示:



(1) 通过调节单体甲基丙烯酸与链转移剂巯基乙酸的摩尔比合成不同链长的聚甲基丙烯酸锌:

(2) 聚甲基丙烯酸锌与 Na_2S 反应生成 $\text{ZnS}:\text{Mn}$ 纳米粒子。在纳米粒子的形成过程中, 聚甲基丙烯酸包敷了生成的 $\text{ZnS}:\text{Mn}$ 纳米微粒, 从而保证了纳米粒子的热、机械、化学稳定性和高分散性, 其荧光效率也有明显提高。

1. 仪器

F4500 荧光光谱仪, X 射线衍射仪, 透射电镜, 球形冷凝管, 三口瓶, 水浴锅, 烧杯, 注射器 (0.5mL、10mL、50mL 各 1 支)。

单体甲基丙烯酸用常规方法除去阻聚剂。 $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$, HSCH_2COOH 等。

四、实验步骤

1. ZnS: Mn 无机荧光粉的合成

将 100mL 水、0.03mol 的乙酸锌和 5.5mL 的甲基丙烯酸加到带有冷凝管的 250mL 三口烧瓶中，氮气保护下升温搅拌，当温度升至 60℃ 时，分别向反应瓶中加入 0.06g 过硫酸钾和 0.03mL 的巯基乙酸（甲基丙烯酸与巯基乙酸的摩尔比约为 200:1），在 80℃ 条件下反应 1.5h。待温度冷却至 50℃，向反应物中加入 20mL 0.06mol/L 的 MnSO_4 水溶液，然后在 30min 内滴加 40mL 0.8mol/L 的 Na_2S 水溶液，滴加完毕后，使反应混合物在 80℃ 继续反应 30min。反应结束后取一滴反应液加去离子水稀释用于透射电镜测试。室温下将反应混合物进行离心分离，用甲醇洗涤产物，真空干燥，即可得到白色的聚甲基丙烯酸包敷的 ZnS: Mn 荧光粉产物。

2. 样品表征

ZnS: Mn 样品的发射光谱由 F4500 荧光光谱仪在室温下测定，激发波长为 332nm。X 射线粉末衍射在 Rigaku RU200B X 射线衍射仪上进行。粒子的形貌和聚集状态在 JEOL2010 透射电镜上进行，加速电压为 200kV。

五、实验结果与处理

(1) 所得样品实际产量: _____ g; 理论产量: _____ g; 产率: _____ %。

(2) 荧光光谱分析结果。

峰值波长: _____ nm; 荧光强度: _____。

(3) 使用 XRD 和 TEM 测试所得样品的分析结果: _____。

六、思考题

(1) 如何解释添加少量 Mn^{2+} 会增强发光效率这一实验现象?

(2) 甲基丙烯酸的作用是什么，它的用量如何确定?

七、参考文献

- [1] 王之建, 等. ZnS: Mn 纳米荧光粉的制备 [J]. 发光学报, 2002, 23(4): 364.
- [2] 慕春红, 等. ZnS: Cu 纳米微粒的光致发光特性 [J]. 无机化学学报, 2007, 23(5): 844.

实验 4 钛酸钡粉体的水热合成

一、实验目的

- (1) 熟悉水热法的实验操作方法与注意事项。
- (2) 掌握钛酸钡的性质、应用和水热合成方法。

二、实验原理

钛酸钡 (BaTiO_3), 又称偏钛酸钡, 属于钙钛矿 (ABO_3) 结构。钛酸钡具有良好铁电、压电性能、高的介电常数、耐压及绝缘性能, 广泛应用于小体积、容量大的微型电容器、电子计算机记忆元件、压电陶瓷等, 它是电子工业和特种陶瓷领域应用最为广泛的材料之一, 也是附加值较高的无机精细化工产品。现常用的合成方法是液相法 (湿化学法), 包括溶胶-凝胶法、水热法、化学沉淀法等, 本实验主要采用水热法合成钛酸钡粉体。

水热合成是无机合成的一个重要分支。水热合成研究从模拟自然界矿石生成到沸石分子筛和其他晶体的合成, 已经经历了 100 多年的历史。它是指在高压釜中, 通过对反应体系加热加压 (或自生蒸气压), 创造一个相对高温、高压的反应环境, 进行无机合成与材料处理的一种有效方法。水热法已成为目前多数无机功能材料、特种组成与结构的无机化合物以及特种凝聚态材料, 如超微粒、溶胶与凝胶、非晶态、无机膜等合成的越来越重要的途径。

水热合成有以下特点:

- (1) 能够使低熔点化合物、高蒸气压且不能在熔体中生成的物质、高温分解相在水热与溶剂热低温条件下晶化生成。
- (2) 水热合成的低温、等压、溶液条件, 有利于生成极少缺陷、

取向好、完美的晶体且合成产物结晶度高，易于控制晶体的粒度。

(3) 由于易于调节水热条件下的环境气氛，因而有利于中间价态与特殊价态化合物的生成，并能均匀地进行掺杂。

(4) 由于在水热条件下中间态、介稳态以及特殊物相易于生成，因此能合成开发一系列特种介稳结构、特种凝聚态的新合成产物。

本实验采用水热合成法，将原料钡盐和钛盐按比例配制前驱体，并在前驱体中加入适量的强碱作为矿化剂来调节反应溶液的酸碱度，将配制好的前驱体装入水热反应釜中，控制合适的反应温度、压力以及反应时间，进行水热反应，从而合成所需的多晶钛酸钡 (BT) 粉体。水热法合成的 BT 粉体具有晶粒发育完整，粒度分布均匀等优点。因此，水热法在许多 BT 粉体生产企业大力发展的一种方法，也是目前高端钛酸钡粉体生产的主要方法之一。

三、仪器与试剂

1. 仪器

反应釜 (250mL)，烧杯，定量滤纸，锥形瓶，电子天平，恒温磁力搅拌器，精密酸度计，旋片式真空泵，恒温干燥箱，X 射线衍射仪，X 射线荧光光谱仪，透射电镜，激光粒度分析仪，比表面积测量仪。

2. 试剂

金属铝 (纯度 99.9%)，四氯化钛 TiCl_4 ，氢氧化钡 $[\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}]$ ，氨水 ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)，盐酸，乙二胺四乙酸二钠，甲基橙，硫酸铵，硝酸银，硫酸，碳酸氢钠，硫酸铁铵，硫氰酸钾。

四、实验步骤

1. 水热合成钛酸钡粉体

准确量取 50mL 1.0mol/L 的 TiCl_4 水溶液置于 250mL 烧杯中，将适量氨水缓慢加入到 TiCl_4 中反应 (要求反应后 $\text{pH} > 8$)，反应过程中不断搅拌，反应完成后得到白色氢氧化钛前驱体。将氢氧化钛抽滤洗涤后放入反应釜中，并以化学计量比 $[x(\text{Ba}) : x(\text{Ti}) = 1 : 1]$ 为