实验一　金相显微镜的原理、构造及使用

一、实验目的

1、了解金相显微镜的基本原理和构造。

2、掌握金相显微镜的使用方法。

二、金相显微镜的原理及构造

显微分析方法是材料科学领域的一个很重要的研究方法，它可以观察及研究金属等材料中用宏观分析方法无法观察到的组织细节及缺陷。金相显微镜就是进行显微分析的主要工具。

(一) 显微镜的成象原理

显微镜的基本放大原理如图 1-1 所示。其放大作用主要由焦距很短的物镜和焦距较长的目镜来完成。为了减少象差，显微镜的目镜和物镜都是由透镜组构成复杂的光学系统，其中物镜的构造尤为复杂。为了便于说明，图中的物镜和目镜都简化为单透镜。物体 AB 位于物镜的前焦点外但很靠近焦点的位置上，经过物镜形成一个倒立放大的实象 A′B′，这个象位于目镜的物方焦距内但很靠近焦点的位置上，作为目镜的物体。目镜将物镜放大的实象再放大成虚象 A"B",位于观察者的明视距离(距人眼 250mm)处，供眼睛观察，在视网膜上成最终的实象 A‴B‴。

以上利用几何光学原理对显微镜的成象过程进行了分析。但是实际上金相显微镜所观察的显微组织，往往几何尺寸很小，小至可与光波的波长相比较，根据光的电磁波理论，此时不能再近似地把光线看成是直线传播，而要考虑衍射的影响。另一方面，显微镜中的光线总是部分相干的。因此，显微镜的成象过程是一个比较复杂的衍射相干过程。事实上，由于衍射等因素的影响，显微镜的分辨能力和放大能力都受到一定限制。目前金相显微镜可观察的最小尺寸一般是 0.2μm 左右，有效放大率最大为 1500~1600 倍。

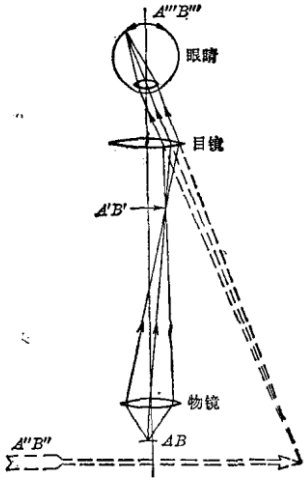


图 1-1　显微镜的成象原理图

(二) 显微镜的放大率

显微镜的放大率 M 等于物镜的线放大率 m_1 与目镜的角放大率 m_2 的乘积，即：

$$M = m_1 m_2 \qquad (1\text{-}1)$$

根据几何光学得到物镜的放大率为：

$$m_1 = -\frac{L}{f_1} \tag{1-2}$$

式中：L 为显微镜的光学镜筒长度，即从物镜的后焦点到所成实象的距离；f_1 为物镜的焦距，负号表示所成的象是倒立的。同理，目镜的放大率为：

$$m_2 = \frac{D}{f_2} \tag{1-3}$$

式中；D 为人眼睛的明视距离；f_2 为目镜的焦距。
将式(1－2)、(1-3)代入式(1-1)可得：

$$M = -\frac{LD}{f_1 f_2} \tag{1-4}$$

由(1-4)式可知，显微镜的放大率与光学镜筒长度成正比，与物镜、目镜的焦距成反比。

通常物镜、目镜的放大率都刻在镜体上，显微镜的总放大率可以由式(1-1)算出。由于物镜的放大率是在一定的光学镜筒长度下得出的，因而同一物镜在不同的光学镜筒长度下其放大率是不同的。有的显微镜由于设计镜筒较短，在计算总放大率时，需要乘以一个系数。

光学镜筒长度在实际应用中很不方便，通常均使用机械镜筒长度，即物镜的支承面与目镜支承面之间的距离。显微镜的机械镜筒长度分为有限和任意两种。有限机械镜筒长度各国标准不同，一般在 160~190mm 之间，我国规定为 160mm。物镜外壳上通常标有 160/0 或 160/一等，斜线前数字表示机械镜筒长度，斜线后的“0”或“一”表示金相显微镜不用盖玻璃片；对于透射显微镜，此处的数字表示盖玻璃片的厚度。任意机械镜筒长度用∞/0 或∞/－表示，这种物镜可以在任何镜筒长度下使用，而不会影响成象质量。

(三) 透镜的象差

单片普通透镜所成的象，由于物理条件的限制，往往模糊不清或发生畸变，在实际成象中出现的所有缺陷和偏差都称为象差。象差一般分为两大类：一类是单色光成象时的象差，简称为单色象差，包括球面象差、彗形象差、象散和象域弯曲；另一类是多色光成象时的象差，称为色象差，这是由于介质对不同波长的光的折射率不同而引起的。对显微成象影响最大的有三种象差，即球面象差、色象差和象域弯曲。下面分别介绍这三种象差。

(1) 球面象差

来自光轴某点的单色光通过透镜时，由于通过光轴附近的光线的折射角小，透镜边缘的光线的折射角大，因而会形成前后分布的许多聚焦点，成一弥散的光斑。这种现象称为球面象差，如图 1-2 所示。

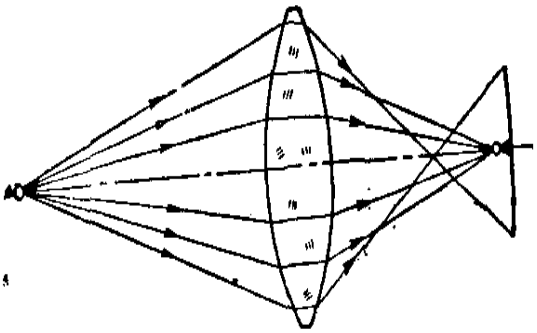


图 1-2　球面象差示意图

为了降低球面象差，可采用组合透镜作为物镜进行校正。此外还可以在使用显微镜时适当调节孔径光栏，控制入射光束的粗细，让一束细光通过透镜中心部位，从而可把球面象差降低到最低限度。但这样做由于孔径角减小，会使分辨率降低。

(2) 色象差

当用白光照射时，会形成一系列不同颜色的象。这是由于组成白光的各色光波长不同，折射率不同，因而成象的位置也不同，这就是色象差。

色象差分为轴向色差和垂轴色差。轴向色差是指各色光的成象位置沿轴向分布不同。紫光折射率最大，红光折射率最小，因此紫光成象离透镜较近，红光成象离透镜较远．如图 1-3 所示。由于存在轴向色差，因而使用白光照射会出现彩色的象。

垂轴色差是由于透镜对各色光的放大率不同，因而成象大小也不同，亦称为放大率色差，如图 1-4 所示。垂轴色差的存在，使白光成象边缘出现彩色。

消除色象差比较困难，一般采用由不同的透镜组合制成的物镜进行校正。

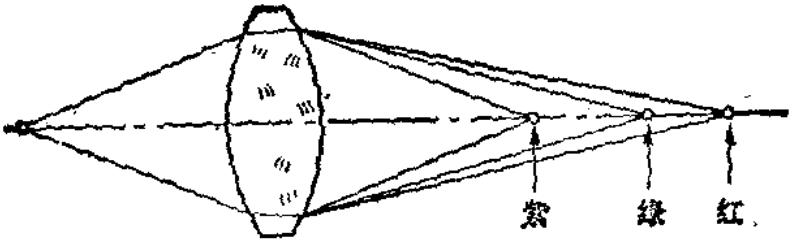


图 1-3　轴向色差示意图

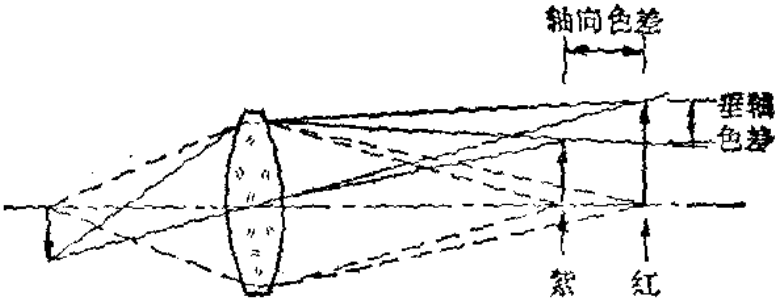


图 1-4　垂轴色差与轴向色差示意图

(3) 象域弯曲

垂直于光轴的直立的物体经过透镜后会形成一弯曲的象面，这称为象域弯曲，如图 1-5 所示。象域弯曲是几种象差综合作用的结果，会造成难以在垂直放着的平胶片上得到全部清晰的成象。

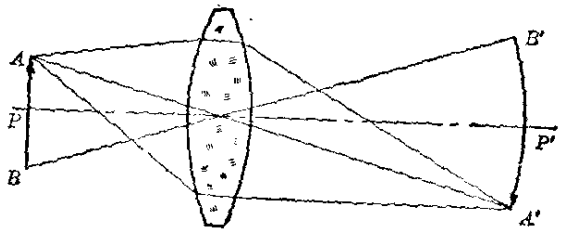


图 1-5　象域弯曲示意图

象域弯曲可以用特制的物镜校正。平面消色差物镜或平面复消色差物镜都可以用来校正象域弯曲，使成象平坦清晰。

(四) 显微镜的物镜

显微镜的成象质量在很大程度上取决于物镜的质量，因此物镜是显微镜最重要的部件。近年来由于采用了计算机技术，物镜的设计和制造都有了很大改进。

(1) 数值孔径(N.A.)

物镜的数值孔径表示物镜收集光线的能力。物镜对试样上各点的反射光收集得越多，成象质量就越好。数值孔径常以 N.A.来表示，并用下列公式进行计算：

$$N.A.=n\sin\Phi \qquad (1\text{-}5)$$

式中：n 为物镜与试样之间介质的折射率；Φ 为物镜孔径角的一半(图 1-6)。由式(1—5)可知，Φ 角越大，物镜前透镜收集光线的能力就越大。Φ 角的大小取决于前透镜的尺寸和物镜的工作距离(即显微镜成象清楚时，从试样表面到前透镜之间的距离)。对于干系物镜(即物镜与试样之间的介质为空气)，由于 n=1，因而物镜的数值孔径不能大于 1，一般只能到 0.9 左右。对于油浸物镜，由于物镜与试样之间放了折射率较大的介质，因而进入物镜的光线增加，如图 1-7 所示，可以看出，孔径角为 2Φ 的油浸物镜收集光线的能力相当于孔径角为 $2\Phi_1$ 的干系物镜。当介质为 n＝1.515 的松柏油时，数值孔径值最大可达 1.4 左右。油浸物镜在物镜镜体上刻有 Hi、Oil 或 Ö1，同时有环绕镜体的黑圈标志。物镜的数值孔径一般都标在物镜的镜体上。

(2) 分辨率

显微镜的分辨率用它能清晰地分辨试样上两点间的最小距离 d 表示。分辨率决定了显微镜分辨试样上细节的程度。前面已经提到，显微镜的物镜是使物体放大成一实象，目镜的作用是使这个实象再次放大，这就是说，目镜只能放大物镜已分辨的细节，物镜未能分辨的细节，决不会通过目镜放大而变得可分辨。因此显微镜的分辨率主要取决于物镜的分辨率。物镜分辨率的表达式如下：

$$d=\frac{\lambda}{2N.A.} \qquad (1\text{-}6)$$

式中：λ 为入射光的波长；N.A.为物镜的数值孔径。由式(1-6)可知，对于一定波长的入射光，物镜的分辨率完全取决于物镜的数值孔径；数值孔径越大，分辨率就越高。

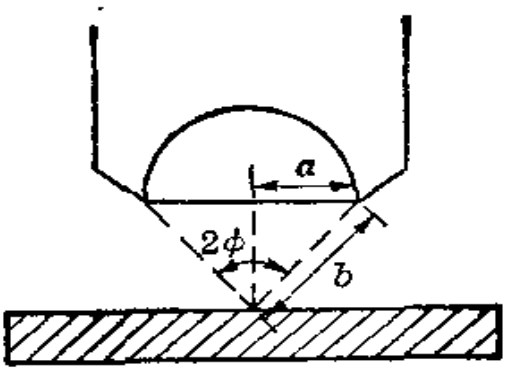


图 1-6　干系物镜的孔径角和数值孔径

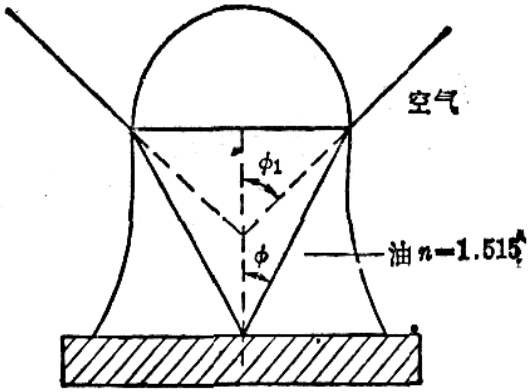


图 1-7　油浸物镜的孔径角和数值孔径

$$N.A.=\sin\Phi_1=\frac{a}{b} \qquad\qquad N.A.=\sin\Phi_1=n\cdot\sin\Phi$$

为了充分利用物镜的分辨率，使操作者看清已被物镜分辨出的组织细节，显微镜必须有适当的放大率。人眼睛能看清的组织细节对眼睛的视角应大于眼睛的极限分辨角。当照明条件良好时，这一极限分辨角约为 1′。为了使眼睛能够不太费力地分辨，视角应不小于

2′～4′。如果取 2′为分辨角的下限，4′为分辨角的上限，则人眼在明视距离处能分辨的线距离 d′为：

$$250\times2\times\frac{1}{60}\times\frac{\pi}{180}\leqslant d'\leqslant250\times4\times\frac{1}{60}\times\frac{\pi}{180} \tag{1-7}$$

即人眼在明视距离处的分辨距离应不小于 0.15～0.30mm。由于显微镜的放大率 M 为 d′与 d 之比，所以，

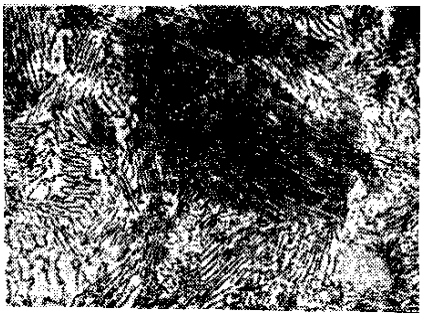
$$d'=d\times M=\lambda M/2N.A. \tag{1-8}$$

将式(1-8)代入式(1-7)并设所用光线的波长为 0.55μm(黄绿光)，则可以得 M 的近似表达式如下：

$$500N.A.<M<1000N.A. \tag{1-9}$$

放大率的这个范围称为有效放大率。放大率小于式(1-9)的下限时，人眼不能看清物镜已分辨的组织细节；放大率大于式(1-9)的上限时，人眼并不能看到更多的细节，物体的象反而不如放大率较低时清晰，这种放大称为“虚放大”或“无效放大”。

(a) N.A.＝0.25 600×;



(b) N.A.＝0.95 600×

图 1-8 物镜的数值孔径对同一组织分辨情况的对比

图 1-8 示出在放大率及照明光线波长相同的条件下，采用不同数值孔径的物镜观察珠光体组织的分辨情况对比。采用数值孔径为 0.25 的物镜，600 倍已超过其有效放大率的上限，所看到的组织模糊不清，如图(a)；采用数值孔径为 0.95 的物镜，成象质量较好，如图(b)。

(3) 焦深(垂直分辨率)

焦深是物镜对高低不平的物体能够清晰成象的能力。当显微镜准确聚焦于某一物面时，如果位于其前面及后面的物面仍然能被观察者看清楚，则该最远两平面之间的距离就是焦深。物镜的焦深主要取决于物镜的数值孔径。在照相时，物镜的焦深(d_L)与数值孔径(N.A.)之间的关系如下：

$$d_L=\lambda[n^2-(N.A.)^2]^{\frac{1}{2}}/(N.A.)^2] \tag{1-10}$$

从式(1-10)可以看出，物镜的数值孔径越大，其焦深越小。在物镜的数值孔径特别大的情况下，显微镜可以有很好的分辨率，但焦深很小。因此要根据需要选择数值孔径合适的物镜。当显微镜用于高倍观察时，由于焦深小，只有在金相试样表面高低差别很小时，才能清晰成象，因而高倍观察所用的试样应浅腐蚀。

用眼睛观察时，焦深比照相时大，若用 d_L' 和 d_L 分别表示用眼睛观察和照相时的焦深，则有如下关系式：

$$d_L'=d_L+(250/M^2) \tag{1-11}$$

式中，M 为放大率。表 1-1 给出了不同物镜的焦深。

表 1-1　不同物镜的标准焦深

物　镜	目　镜	焦　深　(mm)	
		照　相	目　视
10×，0.25 N.A.	10×	0.0080	0.0335
43×，0.65 N.A.	10×	0.0010	0.0023
97×，1.80 N.A.	10×	0.0002	0.0005

(4) 工作距离与视场范围

物镜的工作距离是指显微镜准确聚焦后，试样表面与物镜的前端之间的距离。物镜的放大率越高，工作距离越短。表 1-2 给出了不同物镜的大致工作距离，供参考。从表中可以看出，高放大率的物镜的工作距离相当短，因此，观察调焦时需要格外细心。

表 1-2　不同物镜的工作距离

物　镜	类　型	工作距离　(mm)
10×，0.25N.A.	消色差物镜	7.7
21×，0.50N.A.	消色差物镜	1.6
20×，0.65N.A.	复消色差物镜	0.5
65×，0.85N.A.	消色差物镜	0.3
47×，0.95N.A.	复消色差物镜	0.18
97×，1.25N.A.	消色差物镜	0.11
90×，1.40N.A.	复消色差物镜	0.06

视场范围是指显微镜中所观察到的试样表面区域的大小。视场范围与物镜的放大率成反比。普通物镜初次放大实象的直径一般为 18mm，放大率为 l0×、40×、100×的物镜，其视场的直径分别为 1.8mm、0.45mm、0.18mm。平视场物镜初次放大实象直径可达 28mm，视场范围便大大增加。

(5) 物镜的基本类型

根据对各种象差的校正程度的不同，一般将物镜分为消色差物镜、复消色差物镜和平视场物镜三大类。

1) 消色差物镜

消色差物镜对球差的校正限于黄绿光范围内，对色差只校正红、绿光。因此消色差物镜仍有残余的色差，象域弯曲仍然存在。使用消色差物镜时采用黄绿光照明或加黄绿色滤色片可以减少象差。

消色差物镜结构比较简单，成本低，视场中部象差基本上得到校正，在显微镜中最为常用。

2) 复消色差物镜

复消色差物镜是质量很高的物镜，对色差可校正红、绿、紫三个波区(实际等于整个可见光范围)；球差校正可达绿紫光范围，但对象域弯曲没有根本的改善。这种物镜对光源没有任何限制，一般数值孔径较大，成象质量较高，适于高倍观察。

3) 平视场物镜

以上两种物镜都是根据对球差和色差的校正程度来分类的。而平视场物镜是以视场平面校正的广度为标准的。平视场物镜可使象域弯曲得到很好的校正。平视场物镜又可分为平场消色差物镜和平场复消色差物镜，对球差和色差的校正分别与消色差物镜和复消色差物镜相同。这种物镜的特点是显著地扩大了象域的平整范围，使整个视场都比较清晰，适于观察，更有利于照相。图 1-9 示出消色差物镜(a)和平场消色差物镜(b)的剖面图。从图中可以看出，后者镜片比前者多得多，因此生产成本要高得多。

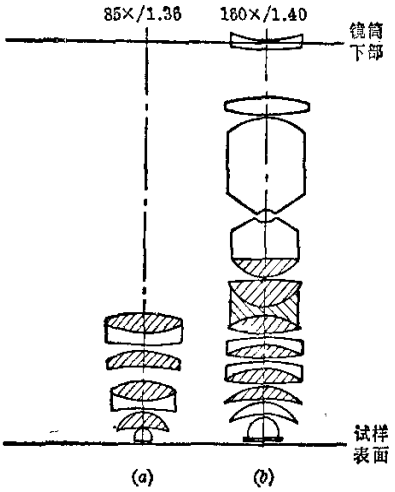


图 1-9　消色差物镜和平场消色差物镜的剖面图

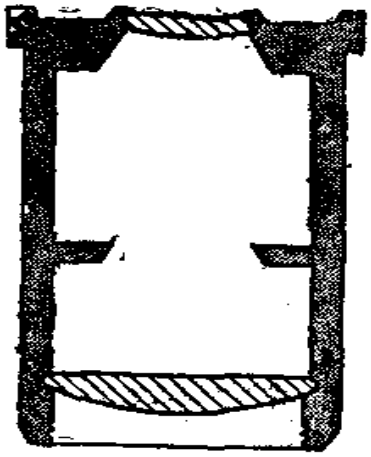


图 1-10　惠更斯目镜的剖面图

(五)目镜

目镜的作用是将物镜放大的实象再放大，观察时在明视距离处成一放大的虚象，照相时底片上得到一实象。有的目镜还可以校正物镜未能完全校正的象差。

(1) 惠更斯(Hnygoens)目镜

图 1-10 示出惠更斯目镜剖面图。惠更斯目镜是由两片未经过色差校正的凸透镜组成：靠近眼睛的一片称为目透镜，起放大作用；另一片称为场透镜，它的作用使映象亮度均匀。在两块透镜之间的目透镜焦平面放一光栏，把显微刻度尺放在此光栏上，就能从目镜中观察到迭加在物象上的刻度。

惠更斯目镜既可用于观察，又可用于照相。当物镜所成的象在目透镜焦点之内时成放大虚象，可进行显微观察；当物镜所成的象在目透镜焦点之外时成放大的实象，可进行显微摄影。惠更斯目镜因焦点在两片透镜之间，故不能单独作为放大镜使用。这种不能单独作放大镜用的目镜叫做负型目镜。惠更斯目镜没有校正象差，只适合与低、中倍消色差物镜配合使用，它的放大倍数一般不超过 15 倍。惠更斯目镜结构简单，价格便宜，最为常用。

(2) 雷斯登(Ramsden)目镜

雷斯登目镜的焦点位于场透镜之外，可以看作单一的凸透镜，并能单独作为放大镜使用。这种可以单独当作放大镜使用的目镜称为正型目镜。雷斯登目镜对象域弯曲和畸变有较好的校正。在同样放大倍数下，视场比负型目镜小。

(3) 补偿目镜

补偿目镜是一种特制的可校正垂轴象差的目镜，分负型和正型两种，配合 N.A.＞0.65 的消色差物镜、所有的复消色差物镜及平场消色差物镜使用，可以消除后者校正不足的垂轴色差，使得边沿也能得到清楚的映象，可用于高倍观察。补偿目镜端面标有 K 字和放大倍数。

(4) 广视场目镜

广视场目镜又称为平场目镜或广角目镜。它配合平视场物镜使用，可以扩大初次放大实象的有用面积。图 1-11 示出一种广视场目镜的剖面图。

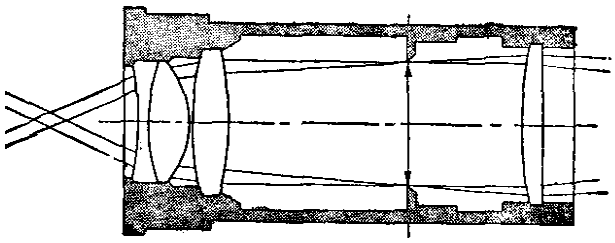


图 1-11　一种广视场目镜的剖面图

(六) 金相显微镜的照明系统

(1) 光源

金相显微镜的光源通常采用钨丝白炽灯、卤素灯、碳弧灯及氙灯等。

1) 钨丝白炽灯

一般中小型显微镜上都配有低压钨丝灯，工作电压一般为 6～8V，用一小调压器调节，功率为 15～l00W。这种灯适合于金相组织的观察。

2) 卤素灯(卤钨灯)

目前金相显微镜中供观察用的低压白炽钨丝灯已逐渐为卤素灯所取代。这是因为普通灯泡中的钨丝白炽发光时，表面钨会蒸发扩散而聚集在灯泡上，使灯泡发黑，降低照明亮度，同时灯丝也会逐渐变细以至断掉。如果在灯泡中加入少量的碘，通过所谓“碘钨循环”，就可以有效地避免上述缺陷。它的原理是：碘分子(I_2)在高温灯丝附近分解为碘原于(I)，碘原子与灯泡壁上的钨在 250～1200℃的范围内可化合生成易挥发的碘化钨(WI_2)，碘化钨一扩散到高温(＞1400℃)的钨丝上又会发生分解，沉淀到灯丝上。显然，如此循环可以避免灯泡发黑，延长灯泡的使用寿命。卤钨灯的灯泡必须用耐高温的石英玻璃制造。

3) 碳弧灯

碳弧灯是利用两支暴露在空气中而相互靠近的碳棒，通电后产生强烈的电弧发出亮度很高的光。一般采用交流电源供电，但由此将产生电弧闪烁跳动，光源不稳定，特别不利于照相，这是它的主要缺点。

4) 氙灯

氙灯是在石英玻璃管内装上钨电极并充上高压氙气，利用放电发光。其特点是光强高、输出稳定、寿命较长。此外，氙灯光具有类似日光性质的连续光谱，可以用于彩色照相。氙灯是金相显微观察的最新光源之一。

氙灯容易爆炸，因此使用氙灯要特别注意安全，安装或更换氙灯时要戴防护眼镜或面罩以及防护手套，使用时间至多不得超过规定时间的 125％。使用新氙灯，应在起动前用酒精把石英表面的油污擦干净。氙灯关闭后要待冷却后(一般约 10min 以后)才能再次启动。尽量减少启动次数可以显著延长氙灯的使用寿命。

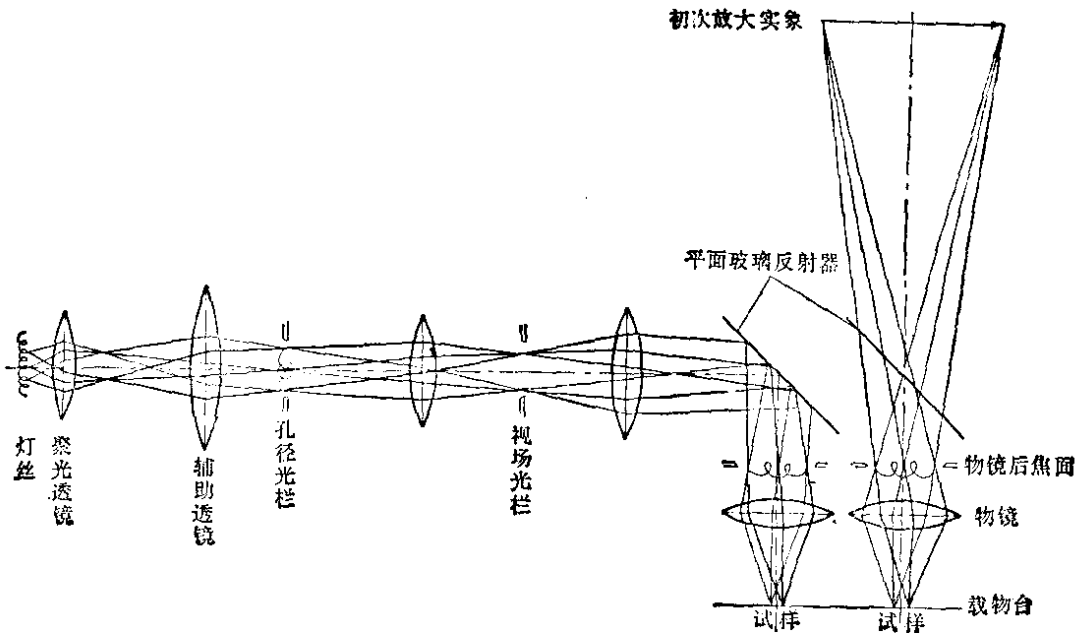


图 1-12　科勒照明原理图

(2) 照明方法

显微镜的照明方法有临界照明和科勒照明两种。

临界照明-----光源的象通过聚光透镜首先聚焦在视场光栏上，然后与视场光栏的象一起聚焦在试样表面。采用临界照明可以得到最高的亮度，但要求光源具有非常均匀的辐射表面，否则在视场中将会看到光源的放大影象，这对于观察显微组织细节和显微照相都是很不利的。

科勒照明------光源的象通过聚光透镜首先聚焦在孔径光栏上，然后与孔径光栏的象一起聚焦在物镜的后焦面，如图 1-12 所示。采用科勒照明可以使物镜的后焦面得到充分的照明，因而可以最充分地发挥物镜的分辨率；它还可以使视场得到非常均匀的照明，对光源均匀性的要求也不象在临界照明时那样严格。

目前，新型显微镜都已采用科勒照明，但是仍有一些老式显微镜采用临界照明。

(3) 照明方式与垂直照明器

金相显微镜的照明方式分为明场照明和暗场照明。

1) 明场照明

明场照明是金相显微镜主要的照明方式。在明场照明中光源光线通过垂直照明器(图 1-13、1-14)转 90°角进入物镜，垂直地(或接近垂直地)射向样品表面。由样品反射回来的光线再经过物镜到目镜。如果试样是一个抛光的镜面，反射光几乎全部进入物镜成象，在目镜中可看到明亮的一片。如果试样抛光后再经过腐蚀，试样表面高低不平，则反射光将发生漫射，很少进入物镜成象，在目镜中看到的是暗黑色的象。

在明场观察时，通常采用两种垂直照明器。其作用都是使来自光源的光线转 90°，不过它们的光路不同，效果也不一样。一种是用平面玻璃做的垂直照明器，如图 1-13 所示。平面玻璃表面与光源光线成 45°角，将光线反射进入物镜，由于投射在样品上的光线是垂直入射，因而成象平坦、清晰。此外，平面玻璃反射可使光线充满物镜的后透镜，有利于充分发挥物镜的鉴别能力，适用于中倍和高倍观察。但是，平面玻璃反射光线损失大，即使采用最好的平面玻璃，最后到达目镜的光线也只有四分之一，损失了四分之三，故成象的亮度小，衬度也差。另一种是用棱镜作垂直照明器，如图 1-14 所示。光线经棱镜全反射后略斜射于

样品表面，可造成一定的立体感，有利于观察表面浮凸。此外，这种垂直照明能使光线全部反射到物镜后透镜上，光线损失极少，成象亮度大，有较好的衬度。其缺点是光源光线经棱镜全反射后经物镜后透镜的一半照射在样品表面上，而反射回来的光线经过透镜的另一半进入目镜，也就是说物镜实际使用的孔径角减小了一半，即数值孔径减小，从而大大降低了物镜的分辨率，因此只适用于低倍观察，一般不超过 100 倍。现代新型的显微镜已经不再用这种全反射棱镜作垂直照明器。

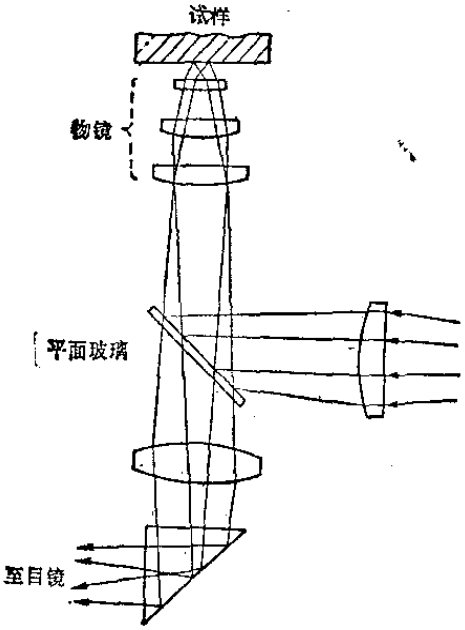


图 1-13　用平面玻璃作垂直照明器的光路图

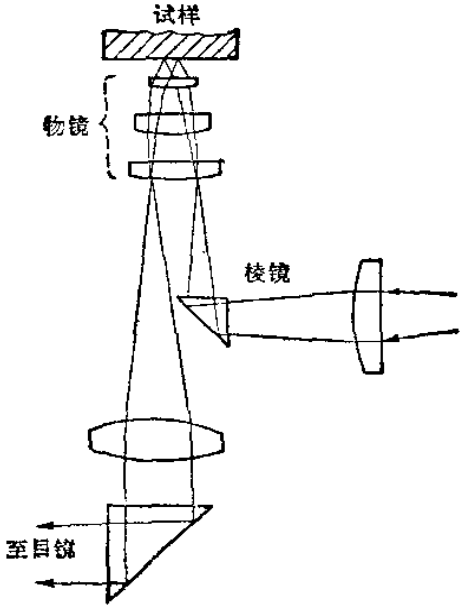


图 1-14　用棱镜作垂直照明器的光路图

2) 暗场照明

在鉴别非金属夹杂物等特殊用途中，往往要采用暗场照明。暗场照明与明场照明不同(如图 1-15 所示)，其光源光线经聚光透镜后形成一束平行光线，通过暗场环形光栏时，平行光线的中心部分被挡住，形成一束管状光束；然后经过平面玻璃反射，再经过暗场曲面反射镜的反射，管状光束以很大的倾角投射在样品上。这里要注意，管状光束是从物镜四周通过的，物镜未通过光线从而未起聚光作用。如果样品表面平滑均匀，则投射光线以很大的倾角反射出去。光线不进入物镜，在目镜中看到的是一片暗黑色。如果样品表面存在高低不平之处，则反射光线就有部分进入物镜而形成明亮的象。这与明场照明下观察的结果正好相反。

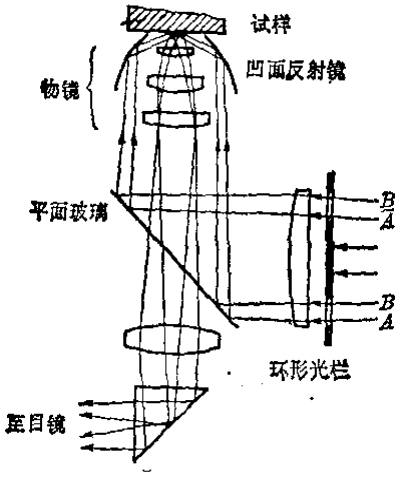


图 1-15　暗场照明的光路图

(4) 光栏

金相显微镜照明系统中有两个光栏，即孔径光栏和视场光栏。

1) 孔径光栏

孔径光栏用来控制入射光束的粗细，其位置靠近光源。一般显微镜的孔径光栏是可以连续调节的，当孔径光栏缩小时，进入物镜的光束变细，光线不通过物镜透镜组的边缘．球面象差大大降低。但是光束变细，使物镜的孔径角缩小，会使实际使用的数值孔径下降，分辨率降低。当孔径光栏扩大时，入射光束变粗，物镜的孔径角增大，可以使光线充满物镜的后

透镜，这时数值孔径可以达到额定值(即物镜体上标刻的 N.A.值)，分辨率亦随之提高，但是由于球面象差的增加以及镜筒内部反射与炫光的增加，成象质量将降低。因此孔径光栏对成象质量影响很大，使用时必须做适当的调节，不能过大或过小，其合适程度应以光束充满物镜后透镜为准，并根据成象的清晰程度来判断。更换物镜后，孔径光栏必须作适当调节，但是不应用它来调节视场的亮度。

2) 视场光栏

一般显微镜除孔径光栏外还有一个视场光栏。相对光源来说，其位置在孔径光栏之后。调节视场光栏可以改变显微镜视场的大小，而并不影响物镜的分辨率。适当调节视场光栏还可以减少镜筒内的反射及炫光，提高成象的衬度和质量。但是要注意，视场光栏缩得太小，会使观察范围太窄，一般应调节到与目镜视场大小相同。

0

(5) 滤色片

滤色片是显微镜的辅助部件，合理选用可以提高成象质量。滤色片有以下几个主要作用：

1) 配合消色差物镜使用黄绿色滤色片，可以使象差得到最大限度的校正。

2) 对复消色差物镜，可采用蓝色滤色片，由于蓝光波长较黄绿光短，因而可以提高物镜的分辨率。

3) 减弱光源的强度。新型显微镜除了备有常用的黄绿色滤色片外，还有一个或几个灰色中性密度的滤色片，可用来减弱入射光线的强度而并不改变入射光的其它特性。可根据需要制成具有不同光线透过率的滤色片，其透过率可以从 80％到 0.001％不等。

(七) 金相显微镜介绍

(1) XJ-16 型金相显微镜

金相显微镜种类较多，以下就国内普遍使用的国产 XJ-16 型显微镜作一简单介绍。

图 1-16 示出 XJ-16 型金相显微镜的外形图。这种显微镜为倒立式，样品台位于显微镜的上方，可以在水平方向上作二维运动，以改变所观察样品的部位，调焦使用同轴结构的粗调手轮和微调手轮．外轮用于粗调，中心手轮用于微调。

显微镜的物镜为消色差物镜，放大率有：l0×、45×、100×(油浸系)三种。三个物镜能够同时放在可以转动的物镜座上，当物镜转至光轴上时，有定位器定位。目镜有 10×、15×、6.7×(照相目镜)三个，全是惠更斯目镜。

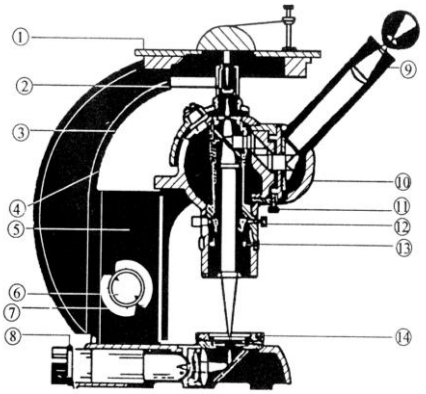


图 1-16　XJ-16 金相显微镜结构示意图

1— 载物台；2—物镜；3—半反射镜；4—物镜转换器；5—传动箱；6—微调手轮；7—粗调手轮；8—灯座；9—目镜； 10—目镜管；11—止紧螺钉；12—对中螺钉；13—视场光栏；14—孔径光栏

显微镜光源为 6～8V 的钨丝灯，采用科勒照明方法，只有明场照明，孔径光栏和视场光栏连续可调。图 1-17 为 XJ-16 型金相显微镜的光路图。这种显微镜还附带照相设备，可照 120 底片的金相照片。

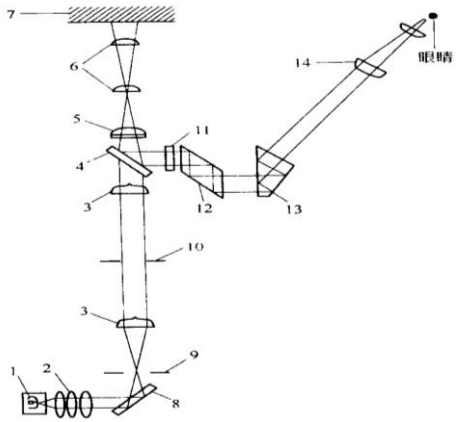


图 1-17　XJ-16 型金相显微镜的光路图

1— 灯泡；2—聚光透镜组；3—聚光镜；4—半反射镜；5—辅助透镜；6—物镜组；7—试样；8—反光镜；9—孔径光阑；10—视场光阑；11—辅助透镜；12、13—棱镜；14—目镜

(2) 现代金相显微镜的发展

早期的显微镜，每次更换物镜时都要改变载物台的上下位置，观察时需要重新调焦，不便于操作，还容易损伤物镜和样品表面。现代显微镜由于设计具有同焦面性，在更换物镜及目镜后，不需要用粗调手轮重新调焦，只要调节微调就可以清晰聚焦。这种显微镜是把物镜同时装在一个可旋转的物镜座上，更换物镜时，不需要移动载物台，只要旋转物镜座即可，这就要求在设计中物镜和目镜的光学机械尺寸应满足同焦面性的要求，即：(a)所有物镜的共轭距离(即从试样表面到物镜初次放大实象之间的距离)相等；(b)所有物镜初次放大实象到目镜镜筒口的距离不变；(c)所有目镜的焦面与物镜初次放大实象重合。

现代大型显微镜一般都安装有投影屏，可以供若干人同时观察，特别有利于教学使用。例如西德 Leitz 厂生产的 MM6 型显微镜就带有一直径为 340mm 的投影屏。这类显微镜照相用的光源一般为氙灯，并带有自动曝光装置。

新型显微镜，即使是小型显微镜，也普遍使用了平视场物镜、广视场目镜。有明场和暗场照明，光源采用卤钨灯，配有偏光、相衬、干涉等附件，并可装配自动曝光的照相附件。有的显微镜体可直接放在大型工件上作非破坏性检验等。

(八)显微镜使用注意事项

(1) 初次使用显微镜，首先应了解显微镜的基本原理及各部件的作用，详细了解其操作规程。

(2) 显微镜的物镜和目镜是显微镜的主要光学部件，装卸时应格外小心，不得用手摸透镜。对于透镜上的灰尘、油脂、污垢，不能用手或手帕去擦，以免在镜头上留下划痕及脏物，而应用软毛刷或镜头纸轻轻擦拭。难于除去的沾污可用药棉签沾二甲苯擦拭。注意不能用酒精和乙醚等溶液，因为镜头上的粘接胶会被这些溶液溶解掉。油浸系物镜使用后，也要及时用二甲苯清洗。

(3) 作显微观察用的样品要干净，不得残留有酒精和腐蚀剂，以免腐蚀物镜。

(4) 调焦时，应先粗调，后微调。为了避免试样与物镜碰撞，应先使物镜靠近试样(但不能接触)，然后一面从目镜中观察，一面用双手调焦，使物镜慢慢离开试样，直到看清楚为止。

(5) 显微镜对潮湿、高温、灰尘、腐蚀气体、震动等因素十分敏感，因此放置显微镜的房间应该清洁、干燥、通风，并远离震源。

三、实验内容

1、观察显微镜的构造，了解各部件的作用，并绘下显微镜的光路示意图。

2、装好显微镜的物镜、目镜，调好光栏，进行观察。

四、实验报告要求

1、写出实验目的及所用实验设备。

2、绘出显微镜的光路示意图并简述主要部件作用。

实验二　金相显微试样的制备

一、实验目的

1、了解金相显微试样的制备原理，熟悉金相显微试样的制备过程。
2、初步掌握金相显微试样的制备方法。
3、进一步熟悉金相显微镜的构造及使用方法。

二、实验原理

显微分析是研究金属内部组织的最重要的方法。在金相学一百多年的发展历史中，绝大部分研究工作是借助于光学显微镜完成的。近年来，电子显微镜的重要性日益增加，但是光学显微金相技术在科研和生产中仍占据重要的位置。

用光学显微镜观察和研究金属等材料内部组织，一般要分三个阶段来进行：1) 制备所截取试样的表面；2) 采用适当的腐蚀操作显示表面的组织；3) 用显微镜观察和研究试样表面的组织。这三个阶段是一个有机的整体，无论哪一个阶段操作不当，都会影响最终效果，因此不应忽视任何一个阶段。

试样制备工作包括许多技巧，需要有长期的实践经验才能较好地掌握；同时它也比较费时和单调，往往使人感到厌烦。金相显微镜的使用之所以比生物显微镜晚二百年，其原因就是由于长期没有解决试样制备问题。

试样表面比较粗糙时，由于对入射光产生漫射，无法用显微镜观察其内部组织。因此，我们要对试样表面进行加工，通常是用磨光和抛光的方法，以得到一个光亮的镜面。这个表面还必须能完全代表取样前所具有的状态，也就是说，不能在制样过程中使表层发生任何组织变化。获得具备这种条件的试样表面，才算是完成了制备阶段。仅具有光滑的平面的试样，在显微镜下只能看到白亮的一片，而看不到其组织细节，这是由于大多数金属组织中不同的相对于光具有相近的反射能力的缘故。为此必须用一定的试剂对试样表面进行腐蚀，使试样表面有选择性地溶解掉某些部分(如晶界)，从而呈现微小的凹凸不平，这些凹凸不平都在光学系统的景深范围内，这时用显微镜就可以看清楚试样组织的形貌、大小和分布，这就是组织显示阶段。完成了以上两个阶段后，就可以进入显微分析的第三阶段，即显微组织的观察和分析。本实验介绍试样的制备和组织的显示，包括取样、镶样、磨光、机械抛光(或电解抛光、化学抛光)、腐蚀等几个主要工序。

(一)　取样

选择合适的、有代表性的试样是进行金相显微分析极其重要的一步，包括选择取样部位、检验面及确定截取方法、试样尺寸等。

(1) 取样部位及检验面的选择

取样部位及检验面的选择取决于被分析材料或零件的特点、加工工艺过程及热处理过程，应选择有代表性的部位。生产中常规检验所用试样的取样部位、形状、尺寸都有明确的规定(详见有关标准)。零件失效分析的试样，应该根据失效的原因，分别在材料失效部位和完好部位取样，以便于对比分析。

(2) 试样的截取方法

取样时，应该保证不使被观察的截面由于截取而产生组织变化，因此对不同的材料要采用不同的截取方法：对于软材料，可以用锯、车、刨等加工方法；对于硬材料，可以用砂轮切片机切割或电火花切割等方法；对于硬而脆的材料，如白口铸铁，可以用锤击方法；在大工件上取样，可用氧气切割等方法。在用砂轮切割或电火花切割时，应采取冷却措施，以减少由于受热而引起的试样组织变化。试样上由于截取而引起的变形层或烧损层必须在后续工

序中去掉。

(3) 试样尺寸

金相试样的大小以便于握持、易于磨制为准。通常显微试样为直径 16~25mm、高 16~20mm 的圆柱体或边长为 16～25mm 的立方体。

对于形状特殊或尺寸细小不易握持的试样，要进行镶嵌或机械夹持。

试样取下后一般先用砂轮磨平，对于很软的材料(如铝、铜等有色金属)可用锉刀锉平。磨砂轮时应利用砂轮的侧面，并使试样沿砂轮径向缓慢往复移动，施加压力要均匀。这样既可以保证使试样磨平，还可以防止砂轮侧面磨出凹槽，使试样无法磨平。在磨制过程中，试样要不断用水冷却，以防止试样因受热升温而产生组织变化。此外，在一般情况下，试样的周界要用砂轮或锉刀磨成圆角，以免在磨光及抛光时将砂纸和抛光织物划破。但是对于需要观察表层组织(如渗碳层、脱碳层)的试样，则不能将边缘磨圆，这种试样最好进行镶嵌。

(二) 镶样

一般情况下，如果试样大小合适，则不需要镶样。但试样尺寸过小或形状极不规则者，如带、丝、片、管，制备试样十分困难，就必须把试样镶嵌起来。

目前一般多采用塑料镶嵌。镶嵌材料有热固性塑料(如胶木粉)、热塑性塑料(如聚氯乙烯)、冷凝性塑料(环氧树脂加固化剂)等。这些材料都各有其特点。胶木粉不透明，有各种颜色，而且比较硬，试样不易倒角，但抗强酸强碱的耐腐蚀性能比较差。聚氯乙烯为半透明或透明的，抗酸碱的耐腐蚀性能好，但较软。用这两种材料镶样均需用专门的镶样机，对加热温度和压力都有一定要求，并会引起淬火马氏体回火、软金属发生塑性变形。用环氧树脂镶样，浇注后可在室温下固化，因而不会引起试样组织发生变化，但这种材料比较软。

此外还可以采用机械镶嵌法．即用夹具夹持试样。

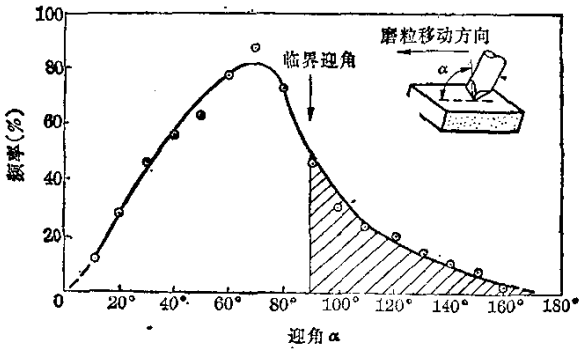


图 2-1　200 号 SiC 砂纸磨粒迎角的分布

(三) 磨光

磨光通常是在砂纸上进行的。砂纸上的每颗磨粒可以看成是一个具有一定迎角(即倾角+90°)的单点刨刀，迎角大于临界值的磨粒才能切除金属，小于临界值的只能压出磨痕。前一种磨粒只占一小部分(约 20％)，如图 2-1 中的阴影部分所示。后一种磨粒使金属表层产生的流变要大得多，试样表层的组织变化(又称变形层)主要是由这种磨粒造成的。表 2-1 给出黄铜用不同方法加工后表面磨痕及变形层深度。变形层与基体材料的唯一不同之处就是经受了一定的塑性变形，最靠近表层部分相当于冷轧量大于 90％的塑性变形。

因此，金相试样的磨光除了要使表面光滑平整外，更重要的是应尽可能减少表层损伤。每一道磨光工序必须除去前一道工序造成的变形层(至少应使前一道工序产生的变形层减少到本道工序产生的变形层深度)，而不是仅仅把前一道工序的磨痕除去；同时，该道工序本身应做到尽可能减少损伤，以便于进行下一道工序。最后一道磨光工序产生的变形层深度应非常浅，保证能在下一道抛光工序中除去。图2-2为试样经过切割加工及四道磨光工序后，表面变形层厚度变化示意图。图中A、B、C均为变形层，越往里，变形量越小，D为未受损伤的组织。

表 2-1　H70 黄铜用不同方法加工后的表面磨痕及变形层深度

加　工　方　法	深　　度　　(μm)		
	磨　痕	明显变形区*	总变形层*
手　　锯	100	55	750
粗　　锉	70	50	450
碳化硅砂纸 220 号	2.0	7.5	77
碳化硅砂纸 400 号	1.5	6.5	43
碳化硅砂纸 600 号	0.8	5.0	22

*深度从表面磨痕的根部算起。

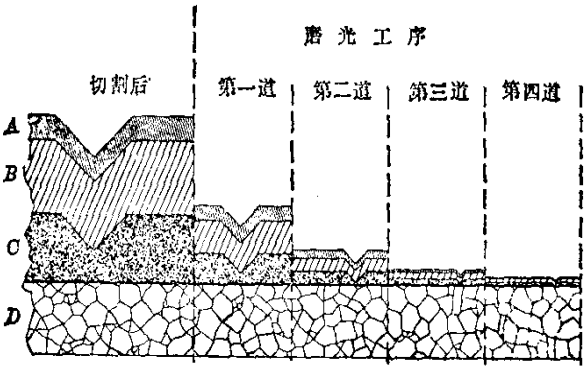


图2-2　试样经切割及磨光后，变形层厚度变化示意图
（A+B+C）表示切割试样表面的总变形层
A—严重变形层；B—变形大的层；C—变形微小层；D—无变形的原始组织

(1) 磨光用砂纸

常用金相试样磨光用砂纸有两类，一类是干砂纸，是在干的条件下磨光，这类砂纸是刚玉砂纸，多半是混合刚玉磨料制成的砂纸，一般呈灰综色。这种砂纸的粘结剂通常是溶解于水的，所以这类砂纸必须干用，或者在无水的润滑剂条件下使用。

这类砂纸国内现在的编号有两种，它们的编号和粒度尺寸如表2-2。

另一类砂纸是水砂纸，是在水冲刷的条件下使用最好。这类砂纸是用碳化硅磨料，塑料或非水溶性粘结剂制成的。国内这类砂纸的编号与磨料尺寸如表2-3。

表2-2　干砂纸编号和粒度尺寸

编　　号		磨料尺寸（μ m）	备注
按粒度标号	特定标号		
280	-	50～40	一般钢铁材料用W40、W28、W20、 W14四个粒度号磨光即可。或者用特定标号为0、01、02、03号的砂纸磨光也可。
W40	0	40～28	
W28	01	28～20	
W20	02	20～14	
W14	03	14～10	
W10	04	10～7	
W7	05	7～5	
W5	06	5～3.5	
W3.5	-	3.5～2.5	

表2-3　水砂纸的编号、粒度号和粒度尺寸

编号	粒度号	粒度尺寸，（μ m）	备注
320	220	—	一般钢铁材料用240、320、400和600四个粒度号的砂纸磨光即可
360	240	63～50	
380	280	50～40	
400	320	40～28	
500	360	—	
600	400	28～20	
700	500	—	
800	600	20～14	
900	700	—	
1000	800	—	

(2) 磨光操作

磨光一般有两种，一种是手工磨光，一种用机械设备磨光。

a、手工磨光

手工磨光是金相实验普遍应用的简单方法，其操作应按图2-3的方式进行。将砂纸平铺在玻璃或金属板上，一手将砂纸按住，一手将试样磨面轻压在砂纸上，并向前推行，进行磨光。直到试样磨面上仅留有一个方向的均匀磨痕为止。在试样上所加的压力应力求均衡，磨面与砂纸必须完全接触，这样才能使整个磨面均匀地进行磨削。在磨光的回程中最好将试样提起拉回，不与砂纸接触。

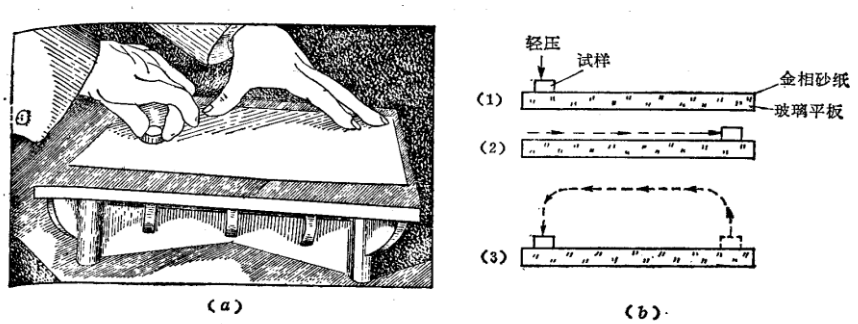


图2-3　手工磨光操作

（a）操作姿势；（b）正确磨光过程

磨光开始选用什么粒度的砂纸，这主要取决于试样表面的粗糙程度，以及金属材料的软硬。一般钢铁材料用表2-2所列干砂纸磨光时，可从W40号开始，W40号磨好以后，必须将磨面及操作者的双手冲洗干净，然后换上较细一号W28砂纸继续磨光操作。第三次换用W20号砂纸，一般到W14号砂纸为止，这时所留下的磨痕很容易在抛光时消除。磨光操作每更换细一号砂纸时，为了便于观察前一道砂纸所留下的较粗磨痕的消除情况，磨面磨削的方向应该与前一号砂纸磨痕方向成90°，如果改换砂纸后，仍然沿着前一级砂纸磨光的方向，或者漫无方向的磨光，就很难保证在使用更细一号砂纸时，能完全磨去前一号砂纸遗留下来的磨痕。

b、机械磨光

如果把碳化硅砂纸放在边缘略有突起的转盘上，放一些水，则随着转盘转动，砂纸下面的水被甩出，砂纸被吸附在转盘上，即可进行机械磨光。图2-4示出转盘式金相预磨机，使用时用水作润滑剂和冷却剂。而配有微型计算机的自动磨光机，可以对磨光过程进行程序控制，整个磨光过程可以在数分钟内完成。

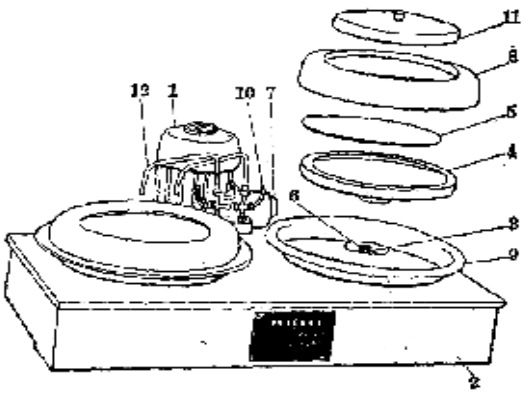


图2-4　转盘式金相预磨机
1－电动机；2－底座；3－轴；4－磨盘；5－水砂纸；
6－螺钉；7－开关；8－罩；9－盘；10－调节旋钮；11－盖；12－水管

磨光时施加的压力越大，磨光速率也越大，但对变形层的深度却影响不大，所以在磨光时可以适当加大压力。

(四) 抛光

(1) 机械抛光

抛光的目的就是要把磨光工序留下的变形层除去，并使抛光产生的变形层不影响显微组织的观察。

抛光与磨光的机制基本相同，即嵌在抛光织物纤维上的每颗磨粒可以看成是一把刨刀，根据它的取向，有的可以切除金属，有的则只能使表面产生划痕。由于磨粒只能以弹性力与试样作用，它所产生的切屑、划痕及变形层都要比磨光时细小和浅得多。

抛光操作的关键是要设法得到最大的抛光速率，以便尽快除去磨光时产生的损伤层，同时要使抛光产生的变形层不致影响最终观察到的组织，即不会产生假象。这两个要求是有矛盾的，前者要求使用较粗的磨料，但会使抛光变形层较深；后者要求使用最细的磨料，但抛光速率较低。解决这个矛盾的最好办法就是把抛光分为两个阶段来进行。首先是粗抛，目的是除去磨光的变形层，这一阶段应具有最大的抛光速率，粗抛本身形成的变形层是次要的考虑，不过也应尽可能小；其次是精抛(又称终抛)，其目的是除去粗抛产生的变形层，使抛光损伤减到最小。

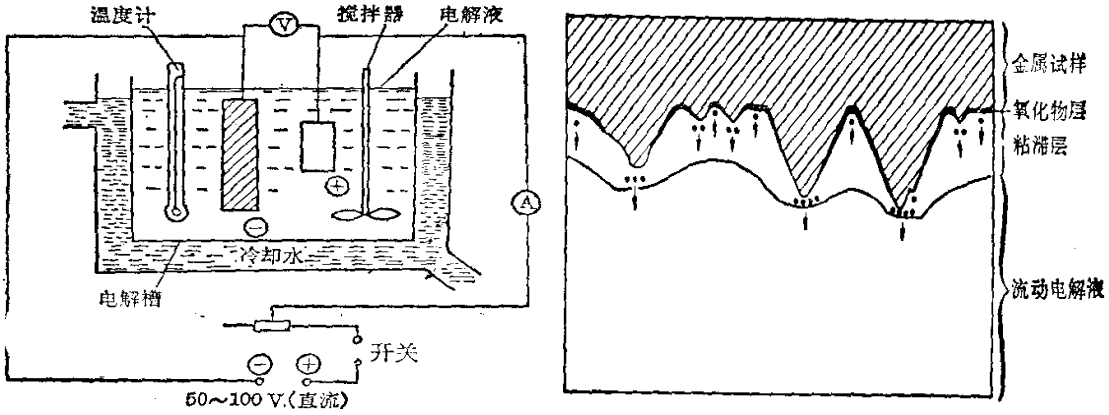
过去，粗抛常用的磨料是粒度为10—20μm的α-Al_2O_3、Cr_2O_3或Fe_2O_3，加水配成悬浮液使用。目前，由于人造金刚石磨料具有以下优点，已逐渐取代氧化铝等磨料：1) 与氧化铝等相比，粒度小得多的金刚石磨粒，抛光速率要大得多，例如4～8μm金刚石磨粒的抛光速率与10～20μm氧化铝或碳化硅的抛光速率相近；2) 表面变形层较浅；3) 抛光质量较好。

近年来已有在抛光机上配置微型计算机，使抛光过程自动化，抛光机可以按照规定的参数(如转速、压力、润滑剂的选择，磨料喷撒频率等)进行工作，这些参数还可以随时间而变。对于某种材料的金相试样，只要建立了最佳制样参数，制样效果的重现性很好，工作效率大大提高。不过这种制样设备并不能完全取代金相技术人员的工作，它只能按照人们预制定的程序进行工作。

(2) 电解抛光

机械抛光时，试样表面要产生变形层，影响金相组织显示的真实性。电解抛光可以避免上述问题，因为电解抛光纯系电化学的溶解过程，没有机械力的作用，不引起金属的表面变形。对于硬度低的单相合金，如奥氏体不锈钢、高锰钢等宜采用此法。此外，电解抛光对试样磨光程度要求低(一般用800号水砂纸磨平即可)，速度快，效率高。

但是电解抛光对于材料化学成分的不均匀性、显微偏析特别敏感，非金属夹杂物处会被剧烈地腐蚀，因此电解抛光不适用于偏析严重的金属材料以及作夹杂物检验的金相试样。



(a) 电解抛光装置　　(b) 电解抛光原理

图2- 5　电解抛光装置与电解抛光原理

电解抛光的装置如图2- 5 (a)所示。试样接阳极、不锈钢板作阴极，放入电解液中，接通电源后，阳极发生溶解，金属离子进入溶液中。电解抛光的原理现在一般都用薄膜假说的理论来解释，如图2-5(b)所示。电解抛光时，在原来高低不平的试样表面上形成一层具有较高电阻的薄膜，试样凸起部分的膜比凹下部分薄，膜越薄电阻越小，电流密度越大，金属溶解速度越快，从而使凸起部分渐趋平坦，最后形成光滑平整的表面。在抛光操作时必须选择合适的电压，控制好电流密度，过低和过高的电压都不能达到正常抛光的目的。

(3) 化学抛光

化学抛光是将试样浸在化学抛光液中，进行适当的搅动或用棉花经常擦拭，经过一定时间后，就可以得到光亮的表面。化学抛光兼有化学腐蚀的作用，能显示金相组织，抛光后可直接在显微镜下观察。

化学抛光是靠化学溶解作用得到光滑的抛光表面。这种方法操作简单，成本低廉，不需要特别的仪器设备，对原来试样表面的光洁度要求不高，这些优点都给金相工作者带来很大方便。

化学抛光的原理与电解抛光类似，是化学药剂对试样表面不均匀溶解的结果。在溶解的过程中表层也产生一层氧化膜，但化学抛光对试样原来凸起部分的溶解速度比电解抛光慢，因此经化学抛光后的磨面较光滑但不十分平整，有波浪起伏。这种起伏一般在物镜的垂直鉴别能力之内，适于用显微镜作低倍和中倍观察。

化学抛光液的成分随抛光材料的不同而不同。一般为混合酸溶液，常用的酸类有：正磷酸、铬酸，硫酸、醋酸、硝酸及氢氟酸。为了增加金属表面的活性以利于化学抛光的进行，还加入一定量的过氧化氢。化学抛光液经使用后，溶液内金属离子增多，抛光作用减弱，需经常更换新溶液。

(五)金相试样的腐蚀

试样抛光后(化学抛光除外)，在显微镜下，只能看到光亮的磨面及夹杂物等。要对试样的组织进行显微分析，还须对试样进行腐蚀。常用的腐蚀方法有化学腐蚀法和电解腐蚀法。

(1) 化学腐蚀

化学腐蚀是将抛光好的样品磨面在化学腐蚀剂中腐蚀一定时间，从而显示出试样组织的过程。

纯金属及单相合金的腐蚀是一个化学溶解的过程。由于晶界上原于排列不规则，具有较高的自由能，所以晶界易受腐蚀而呈凹沟，使组织显示出来，在显微镜下可以看到多边形的晶粒。若腐蚀较深，则由于各晶粒位向不同，不同的晶面溶解速率不同，腐蚀后的显微平面与原磨面的角度不同，在垂直光线照射下，反射进入物镜的光线不同，可看到明暗不同的晶粒(如图2- 6 所示)。

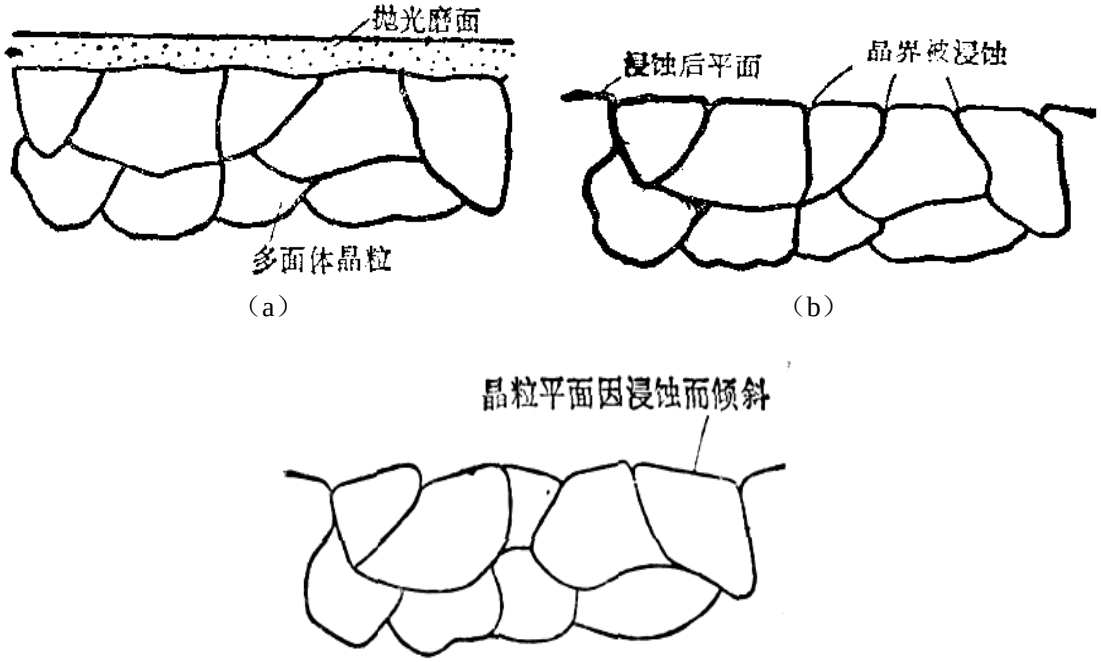


图2-6　纯金属及单相合金化学腐蚀的情况

两相合金的腐蚀主要是一个电化学腐蚀过程。两个组成相具有不同的电极电位，在腐蚀剂中，形成很多微小的局部电池。具有较高负电位的一相成为阳极，被溶入腐蚀液中而逐渐凹下去；具有较高正电位的另一相为阴极，保持原来的平面高度。因而在显微镜下可清楚地显示出合金的两相。图2-7为锡锑合金及珠光体组织中的两相合金腐蚀后的情况。

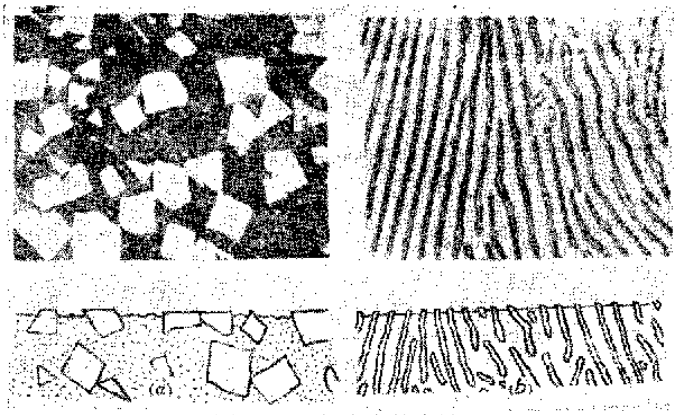


图2-7　两相合金的腐蚀
(a) Sn-Sb合金　　(b) 珠光体组织

多相合金的腐蚀，主要也是一个电化学的溶解过程。在腐蚀过程中腐蚀剂对各个相有不同程度的溶解。必须选用合适的腐蚀剂，如果一种腐蚀剂不能将全部组织显示出来，就应采取两种或更多的腐蚀剂依次腐蚀，使之逐渐显示出各相组织，这种方法也叫选择腐蚀法。另一种方法是薄膜染色法。此法是利用腐蚀剂与磨面上各相发生化学反应，形成一层厚薄不均的膜(或反应沉淀物)，在白光的照射下，由于光的干涉使各相呈现不同的色彩，从而达到辨别各相的目的。

化学腐蚀的方法是显示金相组织最常用的方法。其操作方法是：将已抛光好的试样用水冲洗干净，再用酒精擦掉表面残留的脏物，然后将试样磨面浸入腐蚀剂中或用竹夹子夹住棉花球沾取腐蚀剂在试样磨面上擦拭，抛光的磨面即逐渐失去光泽，待试样腐蚀合适后立即用水冲洗干净，用酒精擦试再用吹风机吹干试样磨面，即可放在显微镜下观察。试样腐蚀的深浅程度要根据试样的材料、组织和显微分析的目的确定，同时还与观察者所需要的显微镜的放大率有关，放大率高，应腐蚀浅一些，放大率低则可腐蚀深一些。

(2) 电解腐蚀

电解腐蚀所用的设备与电解抛光相同，只是工作电压和工作电流比电解抛光小。这时在试样磨面上一般不形成一层薄膜，由于各相之间和晶粒与晶界之间电位不同，在微弱电流的作用下各相腐蚀程度不同，因而显示出组织。此法适于抗腐蚀性能强、难于用化学腐蚀法腐蚀的材料。

若试样制备好后需要长期保存，则需要在腐蚀过的试样观察面上涂一层保护膜，常用的有硝酸纤维漆加香蕉水或指甲油。

表2-4给出了几种常用的化学腐蚀剂。

表2-4　常用化学腐蚀剂

编号	腐蚀剂成分	腐　蚀　条　件	用　　途
1	硝酸(比重 1.42)　2～8ml 酒精　加到 100ml	腐蚀时间数秒～1 分钟	用以腐蚀经各种热处理或化学热处理后的铸铁、碳钢及低合金钢
2	苦味酸　5g 酒精或甲醇　l00ml	可直接使用，在个别情况下可先用 5％硝酸溶液稍加腐蚀后再使用	用以腐蚀经各种热处理或化学热处理后的铸铁、碳钢及低合金钢
3	苛性钠　25g 苦味酸　2g 水　100ml	加热到 100℃时使用，时间 2～25min，腐蚀后慢冷	渗碳体被染成黑色
4	硝酸(比重 1.42)　10ml 盐酸(比重 1.19)　20～30ml 甘油　20～30m1	腐蚀前把试片放在水中稍加热，最好要进行几次反复抛光和浸蚀	显示高速钢、高锰钢、镍铬合金等组织
5	盐酸(比重 1.19)　50ml 硝酸(比重 1.42)　5ml 水　50ml	加热至 50～60℃	显示奥氏体钢的组织
6	盐酸　30m1 硝酸　10ml 以氯化铜饱和	试剂配好 20～30min 后再使用；腐蚀用擦拭法	适用于不锈合金及高镍高钴合金
7	氯化铁　5g 盐酸(比重 1.19)　50ml 水　100m1	用于钢时腐蚀约 1min；用于铜时用棉花蘸了轻擦	显示奥氏体钢、不锈钢的组织及铜、铜合金组织

三、实验内容

1、每人制备一块工业纯铁或中碳钢的金相显微试样。在制备过程中，先在显微镜下观察抛光后的磨面状况，然后进行腐蚀。要先轻腐蚀再重腐蚀，比较轻、重腐蚀对显微组织的影响，并画下轻、重腐蚀下显微组织的特征。

2、观察金相试样制备过程中所出现的假象，了解消除假象的方法。

3、在金相显微镜上用数码相机拍摄下所制备样品的金相组织，经打印输出后保存。

四、实验报告要求

1、写出实验目的及所用实验设备。

2、简述金相试样的制备过程。

3、分析试样制备过程中出现假象的原因，讨论如何制备出高质量的显微试样。

实验三　　金相显微摄影

一、实验目的

1、 熟悉金相显微摄影的基本原理并掌握其操作方法。

二、显微摄影的成象原理

摄影技术在近代科学实验中占有重要的地位，它已成为一门专门的学科。在金相组织分析中也常常需要把所研究的组织拍摄下来，以供研究和保存。因此，每个从事材料科学实验及研究的工作者都应掌握金相显微摄影技术。

显微摄影的成象原理可由图 3-1 说明。

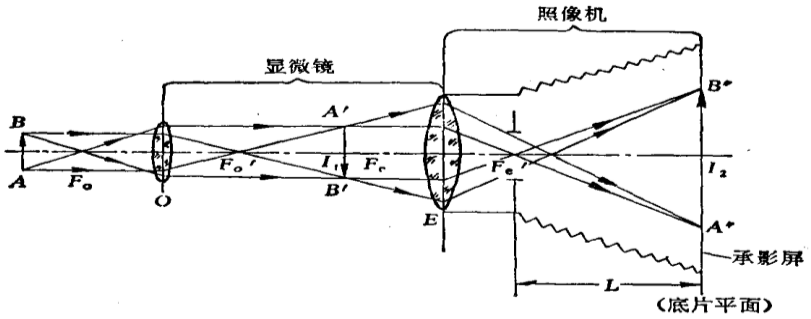


图 3-l　显微摄影的成象原理

E—显微镜的目镜；O—显微镜的物镜；Fo´—物镜的后焦点；Fe 一目镜的前焦点；

AB 一被拍摄的微小物体(组织)；A″ B″ 一投射在承影屏(底片平面)上 AB 的象；

L 一显微目镜与承影屏的距离；Fe´一目镜的出射光瞳

光线从微小物体 AB 射人物镜 O 后，在 I_1 处形成一个放大倒立的实象 A´B´。由于 I_1 位于照相目镜的前焦点以外，所以经照相目镜后在承影屏 (I_2) 处可形成一个进一步放大的实象 A″ B″。

显微摄影与显微组织观察的成象原理主要区别在于，经物镜所放大的实象其成象位置前者位于目镜的前焦点之外，而后者则位于目镜前焦点之内。因此，只要更换不同的目镜，便可在显微摄影和显微组织观察之间进行转换。

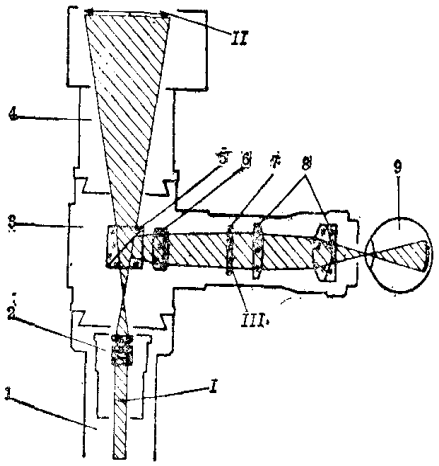


图 3-2　摄影附件光路简图

1—镜筒；2—照相目镜；3—壳体；4—照相暗箱；5—反射透镜；6—附助透镜；

7—对准观察目镜十字线；8—聚光镜；9—眼睛

金相显微摄影是借助于显微镜上的一套照相装置来完成的。

图3-2为小型显微镜常用的照相装置的光路原理图。光束分离器(5)将成象光束分出一小部分并转了90°，经过辅助透镜（6），最后成象于刻有取景框及十字线的调焦屏（7）上，眼睛（9）通过调焦目镜（8）可以看到这个象（Ⅲ）的放大象。只要调焦屏上的象是清晰的，则胶卷或胶片平面上的象也是清晰的。

除了用胶卷或胶片来获取金相组织的影像外，目前应用较多的是用数码相机和数码摄像头（CCD）来获取金相组织的影像。再将数码相机和数码摄像头与电脑相连，便可将所获取的信息传入电脑，以便于进一步的图像保存、图像处理、图像分析和图像输出。

三、 显微摄影技术要点

曝光是使胶片上银盐受光化作用后产生潜影，正确的曝光时间是获得优良照片的关键。金相照片不仅要求黑白分明，而且要将深浅浓淡的各种色调都表现出来。照射到感光乳剂上的曝光量等于光的强度和照射时间的乘积(H=I t)，对于一定感光速度的胶片，它所需的曝光量是一定的，曝光量过多，底片密度便过厚(过黑)，反之，则密度过薄(过白)。因此，正确的曝光取决于光的强度和照射时间。

1、光的强度

显微摄影时光的强度由来自物镜的光线的亮度表示，或者由经过投射目镜后映象的亮度表示。在显微摄影中，映象的亮度差别很大，在一定的物镜、目镜组合下，影响映象亮度的主要因素有：

(1) 光源强度　受光源种类、灯丝电压、发光特性、感色范围等影响。

(2) 样品磨面反射情况　这一因素由金相组织决定。组织自身的反光能力差，复相组织中第二相细小弥散等均会使磨面的反射光减弱，至使映象亮度降低。此外，显示组织的方法不同也会引起同一组织反光能力的差异，影响映象亮度。

(3) 放大倍数　同一组织放大倍数低，映象亮度相应减弱。

(4) 照明方法　采用明视场照明与暗视场、正交偏振光下相比，其映象亮度显然差别很大。

(5) 孔径光阑　孔径光阑减小，光通量减少，映象亮度降低。

概括地讲：凡使映象亮度降低(即光强度减弱)的因素均需要使曝光时间相应增加，以保证曝光量适当。

2、曝光时间

曝光时间是由摄影装置中的快门控制，光圈一定时，进入镜头的光量与快门的开启时间成正比。当显微镜有自动曝光装置时，根据映象的亮度曝光时间自然可以解决了，如果没有，可采用试摄法或光电表测定法确定。

四、实验内容

(1) 用数码相机或数码摄像头（ＣＣＤ）对碳钢试样或其它试样进行显微组织拍摄。可改变光源强度、放大倍数、孔径光阑的大小，并分别采用自动曝光和手动曝光方式。

(2) 将所拍摄的内容传入电脑，处理后打印输出，并分析照片质量。

五、实验报告要求

(1) 简要说明显微摄影的基本原理。

(2) 将打印输出后的照片附在报告中，并分析自己所拍摄的照片质量。

实验四　结晶过程观察及宏观分析技术

一、实验目的

1、通过观察盐类凝固了解晶体结晶过程。

2、了解金属材料宏观分析的应用范围以及宏观分析试样的制备方法。

二、实验原理

熔化状态的金属进行冷却时，当温度降到T_m(熔点)时并不立即开始结晶，而是当降到T_m以下的某一温度T_n，结晶才开始，这一现象称为过冷。熔点T_m与开始结晶的温度T_n之差△T称为过冷度。过冷现象表明，金属结晶必须有一定的过冷度，只有具有一定的过冷度才能为结晶提供相变驱动力。

结晶由两个基本过程所组成，即过冷液体产生细小的结晶核心(形核)以及这些核心的成长(长大)。其中，形核又分为均匀形核和非均匀形核。通常情况下，由于外来杂质，容器或模壁等的影响，一般都是非均匀形核。

由于金属不透明，通常不能用显微镜直接观察液态金属的结晶过程。然而通过采用生物显微镜可以直接观察盐溶液的结晶过程。实践证明，对透明盐类结晶过程的研究所得出的许多结论，对于金属的结晶都是适用的。

在玻璃片上滴上一滴接近饱和的氯化铵水溶液，放在生物显微镜下观察其结晶过程。随着液体的蒸发，液体逐渐达到饱和。由于液滴边缘处最薄，将首先达到饱和，故结晶过程首先从边缘开始，然后逐渐向里扩展。

结晶的第一阶段是在液滴的最外层形成一圈细小的等轴晶体。这是由于液滴外层蒸发最快，在短时间内形成了大量晶核之故。

结晶的第二阶段是形成较为粗大的柱状晶体，其成长的方向是伸向液滴的中心。这是由于此时液滴的蒸发已比较慢，而且液滴的饱和顺序是由外向里的，最外层的细小等轴晶中只有少数位向有利的才能向中心生长，而其横向生长则受到了彼此间的限制，因而形成了比较粗大、带有方向性的柱状晶体。

结晶的第三阶段是在液滴中心部分形成不同位向的等轴晶体。这是由于液滴的中心此时也变得较薄，蒸发也较快，同时液体的补充也不足的缘故。这时可以看到明显的等轴晶体。

图4-1示出了氯化铵水溶液结晶过程的一组照片，其中(a)、(b)为在液滴边缘形成的细小等轴晶体和正在生长的柱状晶体，(c)为在液滴中心部分形成的位向不同的等轴枝晶。

需要说明的是，氯化铵水溶液的结晶是依靠水分的蒸发使溶液过饱和而结晶，而金属的结晶则是液态金属在冷却过程中在一定过冷度下发生的。虽然它们存在上述差别，但我们可以从实验中看到晶体生长的共同特点，即晶体通常是以枝晶形式生长的。

虽然金属通常以枝晶形态生长，但只要液态金属始终能充满枝晶间的空隙，那么在金属铸锭内部只能看到外形不规则的晶粒，而看不到枝晶。然而铸锭表面，特别是缩孔处，由于缺少液态金属的补充往往可以看到枝晶组织。

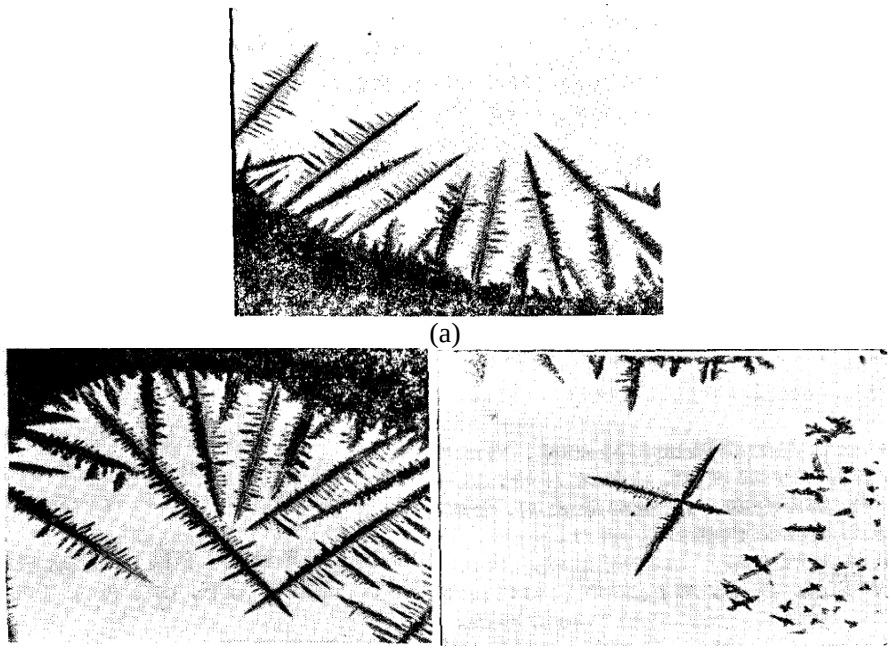
由于金属不透明，故不能从外部直接观察铸锭内部的组织。但可将铸锭沿纵向或横向剖开，经过磨制和腐蚀，把内部组织显示出来，从而可用肉眼或低倍放大镜观察其内部组织，如晶粒大小、形状及分布等，这种组织称为铸锭的粗视组织。

典型的铸锭组织可分为三个区域：靠近模壁的细晶区(激冷等轴晶区)、由细晶区向铸锭中心生长的柱状晶区以及铸锭中心的等轴晶区。在实际情况下，由于铸造条件不同，三个晶区发展的程度也往往不同，在某些情况下，可能只有两个晶区，有时甚至只有一个晶区。

影响铸锭组织的因素很多，如浇铸温度、铸模材料、铸模壁厚、铸模温度、铸锭大小及是否加晶粒细化剂等。

采用金属模及增加其模壁厚度，可使液态金属获得较大的冷却速率，造成较大的内外温差，将有利于柱状晶区的发展。有些情况下，在中心区域尚未形核时柱状晶就发展到铸锭中心，从而就没有中心等轴晶形成。

浇铸温度越高，内外温差就越大，冷凝所需时间就越长，从而使柱状晶有充分的时间和机会得到发展。



(a)

(b) (c)

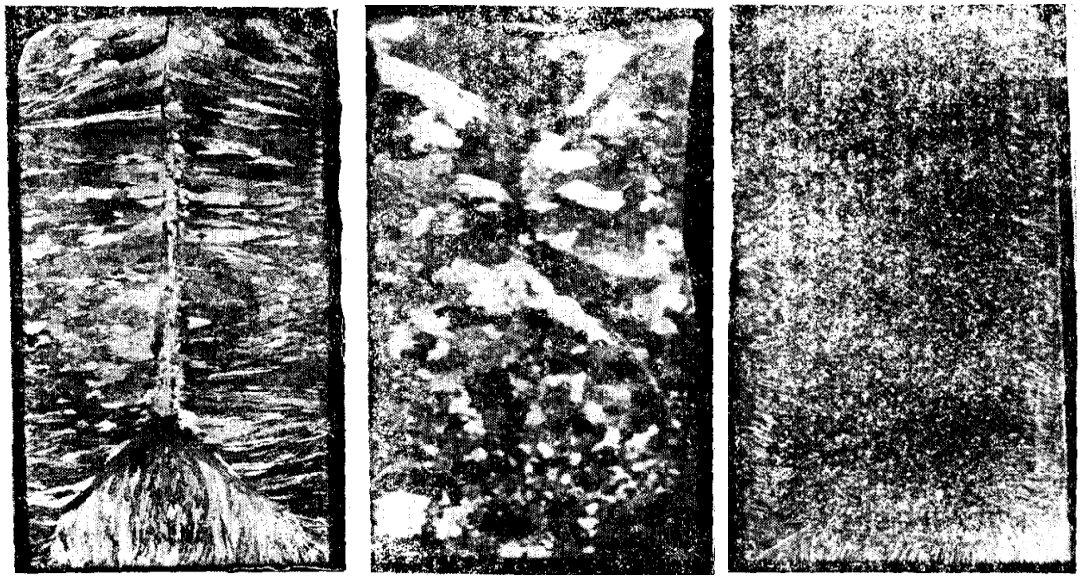
图 4-1 氯化铵溶液的结晶过程 60×

加入一定的晶粒细化剂，可促进非均匀形核，提高形核率，在其它条件相同的情况下有利于得到细小的等轴晶粒。但如果液态金属过热程度太大，将使非自发核心数目减少，易得到较粗大的柱状晶。

机械震动、磁场搅拌、超声波处理等，可促进形核，减弱柱状晶的发展。

图4-2为不同铸造条件下工业纯铝的铸锭组织。

由图4-2可以清楚地看出铸模材料和加入晶粒细化剂对金属铸锭组织的影响。



(a)黄铜模 (b)耐火砖模 (c)加0.05%Ti，黄铜模

图4-2 工业纯铝的铸锭组织

三、实验内容与说明

1、 用生物显微镜观察(30%)氯化铵饱和水溶液的结晶过程。用玻璃棒引一小滴已配好的氯化铵水溶液到玻璃片上，再将玻璃片放在生物显微镜试样台上进行观察，要注意所引液滴不可太大，否则蒸发太慢不易结晶，另外还要注意清洁，不要让外来物质落入液滴而影响结晶过程。在使用显微镜时，应注意防止液滴流到试样台或显微镜的其它部位，尤其不能让液滴碰到物镜。

2、 观察纯铁的多晶型转变

取直径 1～2 毫米，长约 1 米的纯铁丝，两端固定、拉紧、通电流加热，随着电流逐渐增大，铁丝受热膨胀而逐渐下垂，当加热到铁丝呈橙红色时，铁丝突然发生上升现象，这表明铁丝在热膨胀过程中产生了突然收缩。继续升温，铁丝又重新下垂。这个发生突然收缩的温度约为 912℃，即纯铁由室温加热时，从体心立方晶格转变为面心立方晶格的温度。

纯铜无多晶型转变，可如上法做一对比试验。

3、材料的宏观分析

观察下列试样，了解其制备方法，研究其组织。

序号	样品名称	制备方法	观察要求
1	天然矿石和矿渣	断面	比较晶体与非晶体断面特征
2	锑锭	铸态	表面的枝晶结构
3	铜锭	铸态纵断面	铸锭结构——三层晶带
4	不同直径的铝棒	铸态纵断面	过冷度对晶粒大小的影响
5	铆钉	（1）轧制、切削成形，30%HCL 水溶液浸蚀。 （2）轧制、压成形 30%HCL 水溶液浸蚀。	观察由于加工方式不同对组织之形状及使用性能的影响
6	轴承合金	铸态断面磨光，3%HNO_3酒精浸蚀。	比重偏析情况及无比重偏析情况
7	白口铁 麻口铁 灰口铁	铸态断面	比较三种铸铁断口颜色的特征

四、实验报告要求

1、画出实验中观察到的氯化铵的结晶组织，并作简要分析。

2、分析纯铁由室温加热到 912℃，体积发生突然收缩的原因。

3、描述 7 种样品的宏观观察结果，并对 3#、4#样品的组织状态加以讨论。

实验五　用热分析法建立二元合金相图

一、实验目的

熟悉用热分析法测定金属与合金的临界点，并根据临界点画出二元合金相图。

二、实验原理

相图是一种表示合金状态随温度、成分而变化的图形，又称状态图或平衡图。根据相图可以确定合金的浇注温度，进行热处理的可能性，形成各种组织的条件等。

到目前为止，几乎所有的相图都是通过实验测定出来的。金属及合金的状态发生变化将引起其性质发生变化，例如液体金属结晶或固态相变时将会产生热效应。合金相变时其电阻、体积、磁性等物理性质亦会发生变化。金属及合金发生相变时(包括液体结晶和固态相变)引起其某种性质变化所对应的温度称为临界温度，又称临界点。因此可以通过测定金属及合金的性质来求出其临界点。把这些临界点标注在以温度为纵坐标、成分为横坐标的图上，然后把各个相同意义的临界点连接成线，就构成了完整的相图。可见，相图的建立过程就是金属与合金临界点的测定过程。

测定金属与合金临界点的方法很多，如热分析法、热膨胀法、电阻测定法、显微分析法、磁性测定法、X 射线分析法等，但其中最常用、最基本的方法是热分析法。热分析用实验设备装置简图如图 5-1 所示。

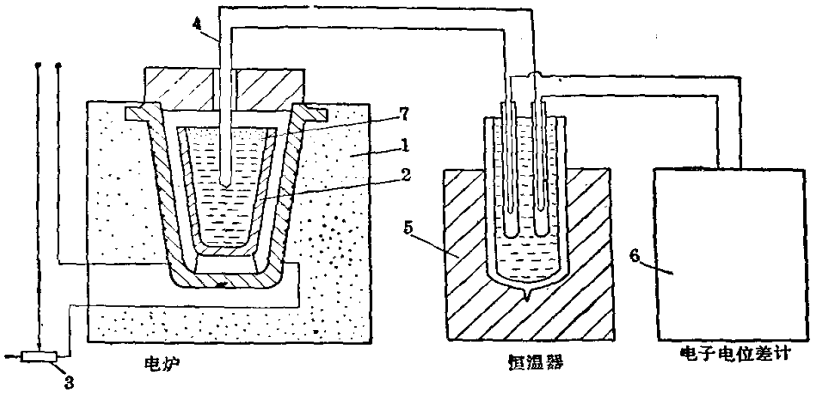


图 5-1　热分析实验装置简图

1-坩埚电炉；2-陶瓷坩埚；3-变阻器；4-热电偶；

5-恒温器；6-电位差计；7-覆盖剂（木炭粉或石墨粉）

热分析法是通过测量、记录金属或合金在缓慢加热或冷却过程中温度随时间的变化来确定其临界点。测定时将金属自高温缓慢地冷却，在冷却过程中每隔相等时间测量、记录一次温度，由此得到温度与时间的关系曲线，称为冷却曲线。

金属或合金在缓冷过程中，当没有发生相变时，温度随时间增加而均匀地降低，一旦发生了某种转变，则由于有热效应产生，冷却曲线上就会出现转折，该转折点所对应的温度就是所求的临界点。因此，测出冷却曲线就可很容易地确定相变临界点。图 5-2 就是根据测定的一组冷却曲线建立相图的实例。

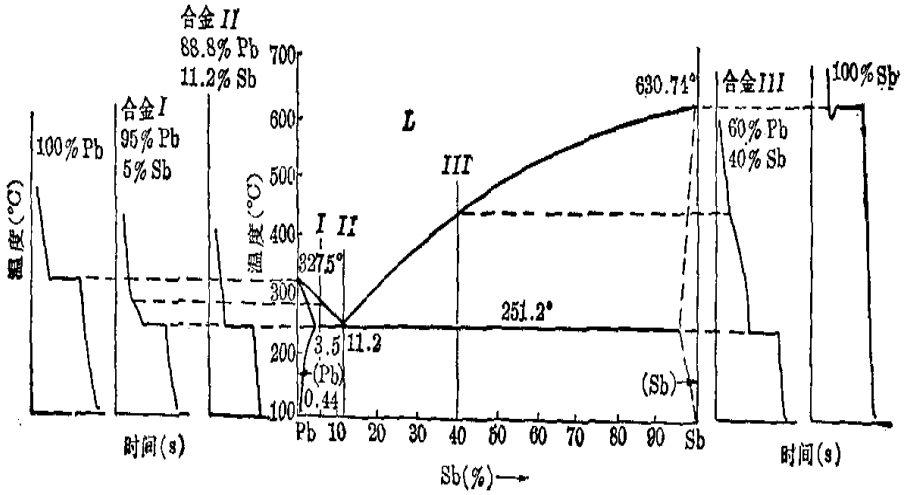


图 5-2　Pb-Sb 二元相图的测定

热分析法简便易行，对于测定由液态转变为固态时的临界点，效果较为明显。但对固态溶解度的变化，因相变潜热小，难用热分析法测定，需用其它方法。

三、实验内容

用热分析法测定不同成分的 Pb-Sn 合金的一系列临界点，而后绘制 Pb-Sn 合金相图。

1、配制不同成分的合金。合金成分的种类配得越多，所测出的相图也越精确。本实验共配制五种成分的合金（按重量百分数）：（1）100% Pb；（2）60% Pb，40%Sn；（3）38% Pb，62%Sn；（4）15% Pb，85% Sn；（5）100% Sn。每种成分的合金总重量应相等。

2、测定不同成分合金的冷却曲线。将按上述成分配比的诸合金分别放置在小坩埚里，然后再将盛有合金的小坩埚分别放入井式电炉内，缓慢加热，为防止金属氧化，应在熔化的金属液面上覆盖一层木炭粉或石墨粉。至全部合金熔化并过热20～50℃左右时便开始冷却。当温度开始下降时，每隔30～60秒钟记录一次，温度降至共晶温度以下30℃左右（合金完全凝固时）即停止记录。整理实验记录，在温度——时间坐标图上分别作出各种成分合金的冷却曲线。

3、根据冷却曲线上的转折点，确定各种成分合金冷却时的转变温度，即临界点。将各合金冷却时的临界点标注在 Pb-Sn 系的温度——成分坐标图中的一定坐标点上，然后分别将各种成分合金的开始结晶温度和终了结晶温度联接成线，便可得到二元相图的液相线和固相线即获得 Pb-Sn 合金相图。

四、实验报告要求

1、简要说明实验目的、原理、方法。

2、根据所测合金的实验数据，绘制该合金的冷却曲线并找出其临界点。

3、综合各组不同成分的合金临界点，绘制 Pb-Sn 合金相图。

实验六　铁碳合金的平衡组织

一、实验目的

熟悉碳钢和白口铸铁在平衡状态下的显微组织。

二、实验原理

Fe-Fe_3C相图是研究碳钢和白口铸铁的重要工具，也是分析这些合金在平衡状态或接近平衡状态下显微组织的基础。根据Fe-Fe_3C相图，含碳量小于2.11%的合金称为碳钢，含碳量大于2.11%的合金称为白口铸铁。虽然这些合金在室温下的组成相都是铁素体和渗碳体，但由于各相的形态、数量和分布不同，它们的显微组织有很大差异。图6-1给出了按组织分区的Fe-Fe_3C相图。

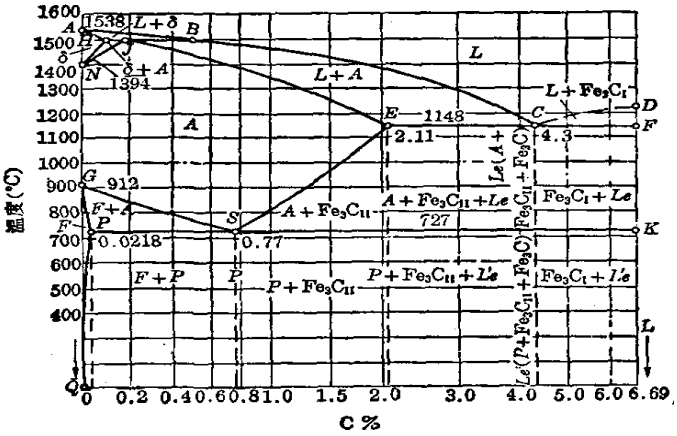


图6-1　按组织分区的Fe-Fe_3C相图

(一) 工业纯铁在退火状态下的显微组织

含碳量低于0.0218%的铁碳合金称为工业纯铁。工业纯铁在含碳量小于0.008%时，其显微组织为单相铁素体，如图6-2所示。图中有的晶粒呈暗色，这是由于不同晶粒受腐蚀的程度不同造成的。在含碳量大于0.008%时，工业纯铁的组织为铁素体和极少量的三次渗碳体。三次渗碳体由铁素体中析出，沿铁素体晶界呈片状分布。

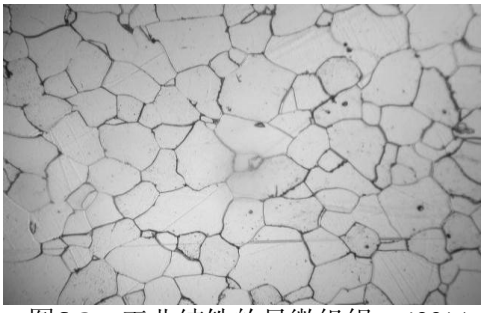


图6-2　工业纯铁的显微组织　400×

(二) 碳钢在退火状态下的显微组织

碳钢按含碳量不同可分为亚共析钢、共析钢和过共析钢。其显微组织特点如下：

(1) 共析钢

含碳量为0.77%的铁碳合金称为共析钢。其组织为共析转变得到的珠光体，即片状铁素体及渗碳体的机械混合物。由杠杆定理可以求得铁素体与渗碳体的重量比约为7.9：1，因此铁素体片厚，渗碳体片薄。在硝酸酒精溶液腐蚀下，铁素体溶解的速率比渗碳体大，因而渗碳体凸起。铁素体和渗碳体对光的反射能力相近，因此在明视场照明条件下二者都是明亮的，只是相界呈暗灰色，上述情况只有在放大倍数较高时才能看清楚，如图6-3所示。当放大倍

数较低时，渗碳体片两侧相界已无法分辨，而呈黑色条状，如图6-4所示。如果放大倍数更低，则渗碳体和铁素体片都无法分辨，整个珠光体组织呈暗黑色。

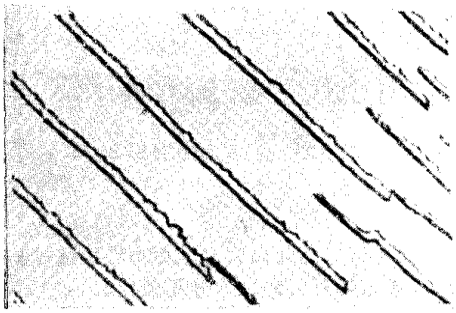


图6-3　高倍放大后的珠光体组织　3200×

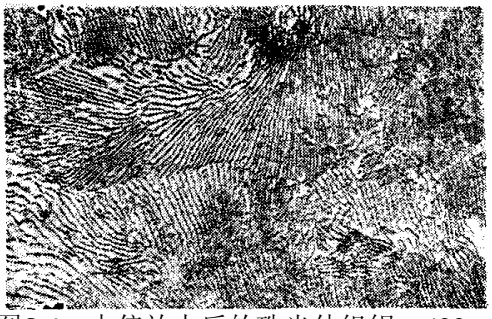


图6-4　中倍放大后的珠光体组织　400×

(2) 亚共析钢

含碳量在0.0218%至0.77%之间的铁碳合金称为亚共析钢，显微组织为先共析铁素体和珠光体。在显微镜下，当放大倍数不高时(400×以下)，先共析铁素体呈白亮色，珠光体呈暗黑色，如图6-5所示。由于铁素体和珠光体的比重相近，若忽略铁素体中所含的微量碳，根据杠杆定理和亚共析钢显微组织中先共析铁素体与珠光体所占的相对面积，就可以估算出该钢的含碳量。例如，当珠光体和铁素体的面积各占一半时，钢的含碳量为0.77%×0.5=0.4%。但须注意，如果亚共析钢从奥氏体相区以较快的速率冷却下来，则其显微组织中珠光体的含量就要比缓冷时增多，这时若仍用上述方法估算其含碳量，所得结果会偏高。

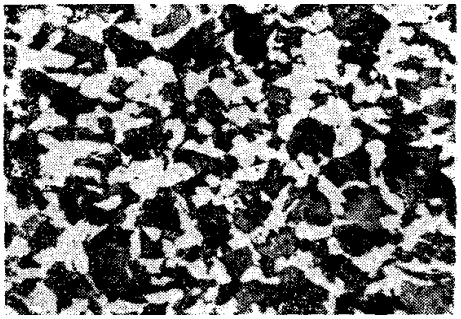


图6-5　含碳0.4%的亚共析钢显微组织　400×

(3) 过共析钢

含碳量在0.77%与2.11%之间的铁碳合金，称为过共析钢，其组织为先共析渗碳体和珠光体。先共析渗碳体呈网状分布在珠光体周围，随着含碳量增加，先共析渗碳体的量增加，网状略有加宽。图6-6为T12钢(含碳量约1.2%)退火后的显微组织。这样的组织有时不易与接近共析成分的亚共析钢区别。但是如果用煮沸的碱性苦味酸钠溶液腐蚀，则渗碳体被染成暗黑色，而铁素体仍为白亮色，如图6-7所示。因此用这种腐蚀剂可以将接近共析成分的过共析钢与亚共析钢区分开。

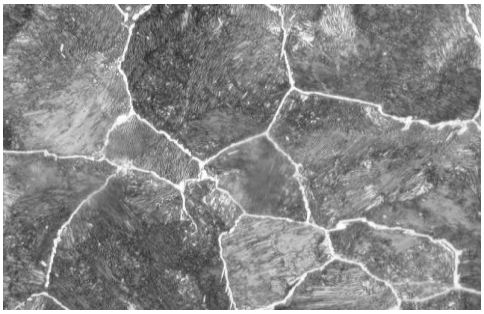


图6-6　T12钢的显微组织　400×
(4%硝酸酒精溶液浸蚀)

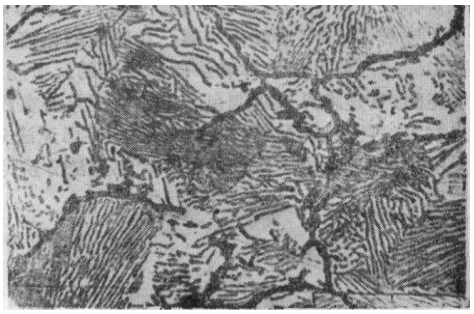


图6-7　T12钢的显微组织　400×
(碱性苦味酸钠溶液浸蚀)

(三) 白口铸铁的显微组织

白口铸铁只含有渗碳体而不含有石墨，断口呈白亮色，因此而得名。白口铸铁按其含碳量不同可分为共晶，亚共晶、过共晶三类，其中只有亚共晶白口铸铁有使用价值。

(1) 共晶白口铸铁

含碳量为4.3%的白口铸铁称为共晶白口铸铁。这种铸铁的显微组织为共晶转变的产物，通常称为莱氏体，这是为了纪念德国金相学家莱德堡(Ledbur)而命名的。莱氏体在刚形成时由细小的奥氏体与渗碳体两相混合物组成。继续冷却时，奥氏体将不断析出二次渗碳体，即先共析渗碳体，这部分渗碳体与原莱氏体中的渗碳体连在一起，无法分辨。冷到727℃时，奥氏体的含碳量改变到0.77%，通过共析转变而形成珠光体。因此，室温下看到的莱氏体组织由珠光体和渗碳体组成，如图6-8所示。图中黑色的细小颗粒或条状组织为珠光体，白亮的基体为渗碳体。由图可以看出，虽然共晶白口铸铁凝固后还要经历一系列的固态转变，但是它的显微组织仍具有典型的共晶体特征。

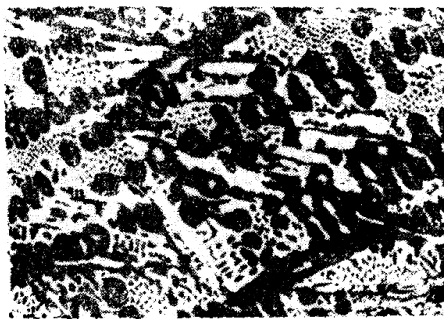
图6-8　共晶白口铸铁的显微组织　400×

(2) 亚共晶白口铸铁

含碳量在2.11%与4.3%之间的白口铸铁称为亚共晶白口铸铁。在刚凝固后其组织为先共晶奥氏体和莱氏体，在随后的冷却过程中，先共晶奥氏体要不断析出二次渗碳体，然后再转变为珠光体，莱氏体中的奥氏体也要析出二次渗碳体，再转变为珠光体。在亚共晶白口铸铁的显微组织中，由先共晶奥氏体转变而成的珠光体仍保持其树枝状特征。图6-9为亚共晶白口铸铁的显微组织。

(3) 过共晶白口铸铁

含碳量大于4.3%而又小于6.69%的白口铸铁称为过共晶白口铸铁，其显微组织为一次渗碳体和莱氏体，如图6-10所示。图中白色长条状（空间为片状）为一次渗碳体，其余为莱氏体。



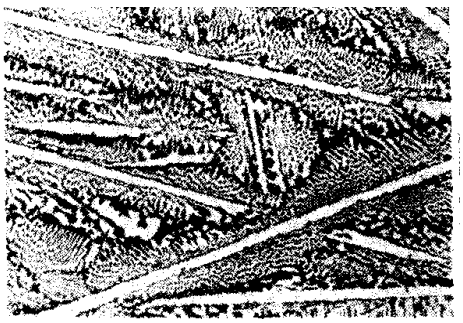


图6-9　亚共晶白口铸铁的显微组织　400×　图6-10　过共晶白口铸铁的显微组织　400×

三、实验内容

观察下表中所列试样的显微组织，画下所观察组织的示意图。

试样编号	材　　料	显　　微　　组　　织	腐　　蚀　剂
1	工业纯铁	铁素体(F)	4%硝酸酒精溶液
2	亚共析钢(0.45%C)	铁素体(F)+珠光体(P)	4%硝酸酒精溶液
3	共析钢(0.77％C)	珠光体(P)	4%硝酸酒精溶液
4	过共析钢(1.2%C)	珠光体(P)+二次渗碳体(C_{II})	4%硝酸酒精溶液
5	过共析钢(1.2%)	珠光体(P)+二次渗碳体(C_{II})	碱性苦味酸钠溶液
6	亚共晶白口铸铁	莱氏体(L'_d)+珠光体(P)+二次渗碳体(C_{II})	4%硝酸酒精溶液
7	共晶白口铸铁	莱氏体(L'_d)	4%硝酸酒精溶液
8	过共晶白口铸铁	莱氏体((L'_d)+一次渗碳体(C_{I})	4%硝酸酒精溶液

四、实验报告要求

1、写出试验目的。

2、画出所观察到的显微组织示意图，注明合金成分、状态、放大倍数及各组织组成物的名称。

3、分析 0.45%C、1.2%C 两组铁碳合金的结晶过程，作出冷却曲线，并按杠杆定律计算室温下各组织组成物和相组成物的相对重量百分数。

实验七　三元合金的显微组织

一、实验目的

1、熟悉铋—铅—锡三元系相图和典型合金的显微组织。

2、了解三元合金的显微组织与其三元相图的关系。

二、实验原理

工业上所使用的金属材料大多是二个组元以上的合金。对于一些合金，即使从它起主要作用的组元来看是二元系(例如碳钢和铸铁)，但当研究合金中某些杂质影响时，特别是发生偏析而在局部地方富集了第三组元时，在这些地方就不能再简单地看成二元系了。

一般的实践经验告诉我们：由于组元间的相互作用，不能简单地由二元合金的性能来推断三元合金的性能，因为组元间的作用往往不是加和性的，在二元合金中加入第三组元后会改变原来合金相之间的溶解度，可能会出现新的化合物，出现新的转变等。

如上所述，研究三元合金的成分、组织和性能间的关系是很必要的，这首先就要了解三元相图，三元相图的种类很多，有三组元在液态和固态均无限溶解的三元系相图，具有三相平衡的三元系相图，具有四相平衡的三元系相图，形成化合物的三元系相图，具有固态转变的三元系相图等。三元合金的显微组织也很复杂，须反复进行观察分析，才能逐步熟悉各种显微组织的特征。

三元相图可以帮助我们分析三元合金的平衡凝固过程及凝固后的显微组织。对于铸锭和铸件，如果凝固时的冷却速率较小(如砂模铸造)，也可借助相图分析其凝固过程和凝固后的显微组织。

图 7-1 为铋—铅—锡三元相图的液相面投影图。图中 Bi、Pb、Sn 分别代表纯组元铋、铅、锡；(Bi)、(Pb)、(Sn)分别代表以铋、铅、锡为溶剂的固溶体；(β)代表以 Bi-Pb 二元系中的 β 相为溶剂的固溶体。

为帮助了解铋—铅—锡三元相图，图 7—2 给出了该三元相图各边的二元相图。图中(Bi)、(Pb)、(Sn)分别代表各二元系中以铋、铅、锡为溶剂的固溶体。

由图 7-2 可知，各二元系在液态时均为无限互溶，但在固态则为有限溶解，在铅—铋二元系中还出现了中间相 β。在锡—铋二元系中，有一个共晶转变 L→(Sn)+(Bi)，转变温度为 138.5℃。在铅—铋二元系中有一个包晶转变和一个共晶转变，包晶转变温度为 184℃，反应式为 L+(Pb)→β；共晶转变温度为 125℃，反应式为 L→β+(Bi)。在铅—锡二元系中，有一个共晶转变 L→(Pb)+(Sn)，转变温度为 183℃。各二元系中的三相平衡都要进入三元系，成为三元系中的三相平衡。根据相律，三元系中三相平衡的自由度数等于 1，因而是在一个温度范围内进行的。当降至某一定温度时，这些三相平衡将参与四相反应。

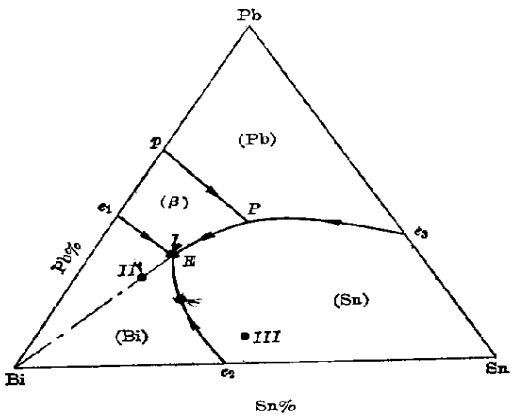
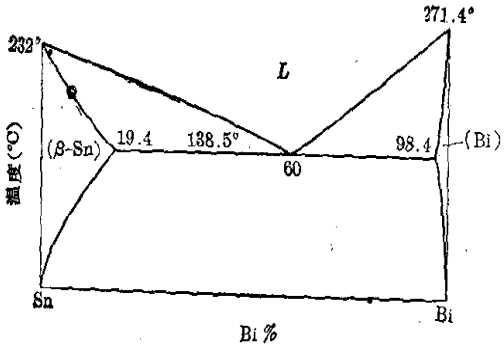
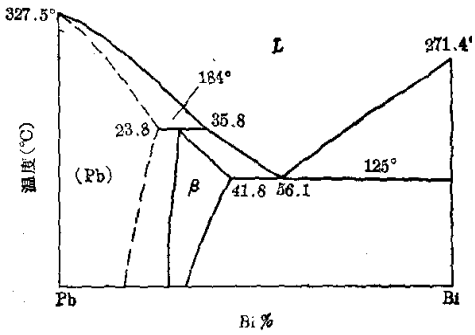


图 7-1　铋—铅—锡三元相图的液相面投影图

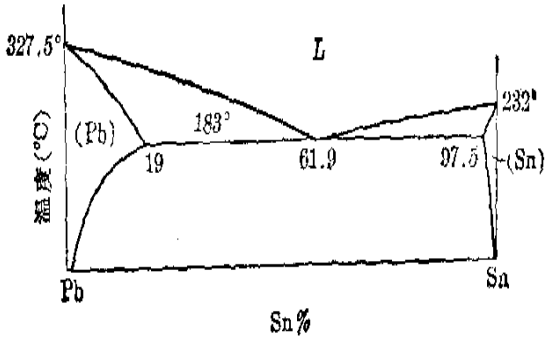
由图 7-1 知，在铋—铅—锡三元系中存在两个四相平衡，一个是在 P 点发生的四相包共晶反应，反应式为 L+(Pb)→(β)+(Sn)；另一个是在 E 点发生的四相共晶反应，反应式为 L→(Bi)+(β)+(Sn)。根据相律，三元合金中四相平衡的自由度数等于零，因而是一个恒温转变。转变过程中，参加反应的各相成分不变，温度恒定。



(a)



(b)

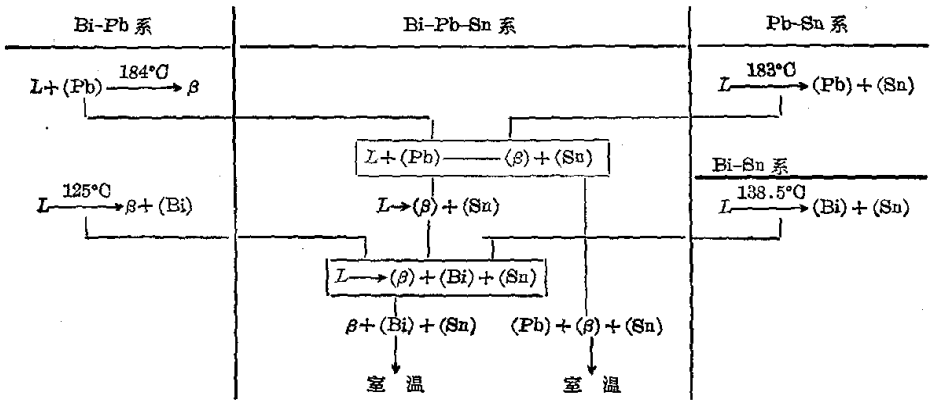


(c)

图 7-2　铋—铅—锡系中的各二元相图

(a) 锡—铋二元相图　　(b) 铅—铋二元相图　　(c)铅—锡二元相图

为了看清楚各三相平衡、四相平衡及其相互关系，下面给出其相的平衡关系图解：



根据合金成分在三元相图投影图上的位置，可以分析合金的平衡凝固过程并预计凝固后的组织组成物。下面举例说明。

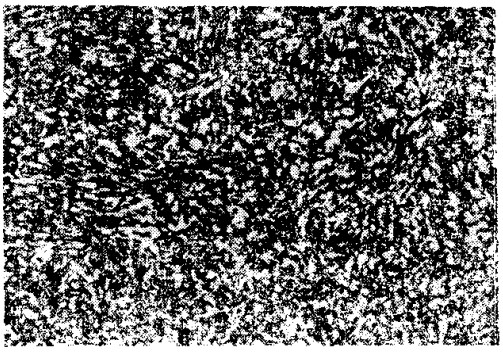
成分在E点(见图7-1)的合金自液态进行凝固时，将直接进入四相平衡，发生四相共晶反应，反应式为L→(β)十(Bi)十(Sn)，这是一个恒温转变，转变温度为96℃。凝固后的组织为(β)+(Bi)+(Sn)三相共晶体。

成分在e_1E线上的合金凝固时，先进行三相共晶反应，反应式为L→(Bi)+(β)，生成两相共晶体(Bi)+(β)。这个三相反应是在一个温度范围内进行的。当温度降到E点(96℃)时，此时剩余的液体将进行四相共晶反应L→(β)+(Bi)+(Sn)，生成三相共晶体(β)+(Bi)+(Sn)。因此e_1E线上的合金(不包括e_1点和E点)凝固后，其组织组成物为两相共晶体(β)+(Bi)和三相共晶体(β)+(Bi)+(Sn)。

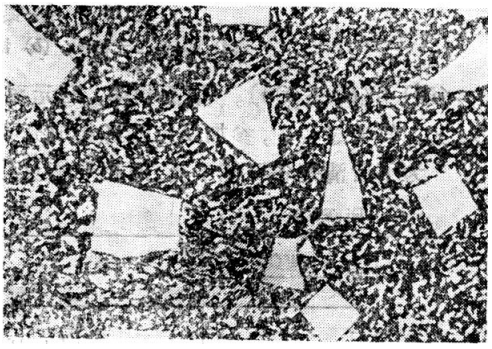
若忽略固态下铅、锡在铋中很小的溶解度，则可把 Bi 点和 E 点连成直线。成分在 BiE 线上的合金凝固时，先由液相生成初生晶体(Bi)，由于液相成分不能进入三相平衡区，因而没有两相共晶体形成。当液相成分到达 E 点时，将发生四相共晶反应，生成三相共晶体(β)+(Bi)+(Sn)。因此，BiE 线上的合金凝固后，其组织组成物为初生晶体(Bi)和三相共晶体(β)+(Bi)+(Sn)。

成分在 Bie_1EBi 范围内的合金凝固时，先从液相结晶出初生晶体(Bi)，随着温度的降低，当液相成分到达 e_1E 线时，将通过三相共晶反应生成两相共晶体(Bi)+(β)，当液相成分到达 E 点时，将发生四相共晶反应，生成三相共晶体(β)+(Bi)+(Sn)。因此在 Bie_1E 范围内(不包括 Bie_1EBi 线)的合金凝固后，其组织组成物为初生晶体(Bi)、两相共晶体(Bi)十(β)和三相共晶体(β)+(Bi)+(Sn)。

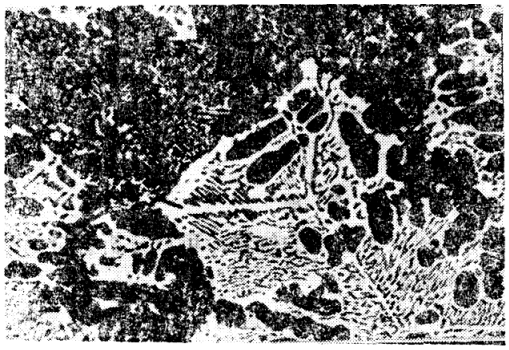
图 7-3 为铋—铅—锡系中三个典型合金砂模铸造的显微组织。各合金的成分为：合金 I Bi-33%Pb-17%Sn，合金Ⅱ Bi-25%Pb-13%Sn，合金 III　Bi-7%Pb-40%Sn。它们在图 7-1 的投影图上的位置分别用 I、Ⅱ、III 标出。



(a)



(b)



(c)

图 7-3　Bi-Pb-Sn 系典型合金的显微组织(砂模铸造)　200×

(a) Bi-33%Pb-17％Sn 合金；(b) Bi-25%Pb-13%Sn 合金；(c) Bi-7%Pb-40%Sn 合金

此外，若给出经过合金成分点的垂直截面，则可知道合金在凝固过程中所经历的相平衡及所对应的温度及温度范围等；若给出等温截面，则可知道该温度下合金所处的状态，由哪些相组成，并可应用杠杆定理和重心法则求出各相、各组织组成物的相对含量等。

三、实验用设备和典型金相试样

1、光学金相显微镜。

2、典型成分的铋—铅—锡三元合金砂模铸造的金相试样。根据具体情况，也可选用其他合金系的典型合金，如铋—铬—锡系、铋—铅—镉系及铅—锡—镉系等低熔点三元系合金。

四、实验内容与步骤

1、对铋—铅—锡三元相图进行讨论与分析。

2、观察如下三元合金样品：

(1) 33%Pb-50%Bi-17%Sn

(2) 16%Pb-58%Bi-26%Sn

(3) 5%Pb-66%Bi-29%Sn

(4) 25%Pb-62%Bi-13%Sn

将所要观察的各合金的成分点标在该三元相图的投影图上，分析其平衡凝固过程，预计在室温下的组织组成物。

3、用金相显微镜观察与分析已制备好的各三元合金金相试样的显微组织。

五、实验报告要求

1、画出铋—铅—锡三元相图的液相面投影图，标出实验中所观察的各合金的成分点。

2、画出各合金在室温下的显微组织示意图，并注明合金成分，放大倍数及各组织组成物的名称。

3、选择某一典型合金，计算该合金各组织组成物的相对含量。

实验八　固态金属中的扩散

一、实验目的

1、了解影响扩散的主要因素。

2、用扩散定律的误差函数解估算碳在铁中的扩散系数，加深对扩散定律的理解。

二、实验原理

扩散是金属中的一个重要现象，冷变形金属的回复和再结晶、铸件的均匀化退火、合金中的许多固态相变过程以及钢的各种化学热处理等等，都与扩散密切相关。

固体金属中的扩散过程在宏观上具有一定规律，例如扩散所需的时间与扩散距离的平方成正比；对二元合金而言，扩散过程中不存在二相区等等。这些规律在生产中都有实际应用，在分析解释一些具体问题时亦具有理论价值。

碳在铁中扩散系数 D 的估算

费克(Fick)第二定律的数学表达式为：

$$\frac{\partial}{\partial x}(D\frac{\partial C}{\partial x})=\frac{\partial C}{\partial t} \tag{8-1}$$

若 D 为常数，则式(8-1)可写成：

$$D\frac{\partial C^2}{\partial x^2}=\frac{\partial C}{\partial t} \tag{8-2}$$

该式表达了在某一位置(距原点 X 处) 扩散元素浓度随时间变化的速率与该处该元素浓度对 X 的二次导数间的关系。

对纯铁进行渗碳，利用初始条件和边界条件，并通过变量置换可求出方程(8-2)的解为：

$$C=Cs\left[1-erf\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right)\right] \tag{8-3}$$

式中，C 为距表面 x 处的碳浓度；C_s 为试样表面的碳浓度；x 为渗层深度；t 为渗碳时间（s）；D 为碳在铁中的扩散系数，m^2/s。

式(8-3)即为纯铁渗碳时扩散第二定律的误差函数解。式中有 5 个变量，若能通过实验确定其中的 4 个，则通过查误差函数表[erf(β)与 β 的对应值表]即可求出第 5 个量。

为了求扩散系数 D，必须知道 t，C_s，x 和 C。其中 t 为渗碳时间，只要在渗碳时把它记录下来即可。试样表面碳浓度 C_s，可以通过将渗碳试样表面剥下很薄的一层进行成分分析（如化学分析）来确定，但要求在渗碳过程及随后的冷却过程中不氧化、不脱碳，渗碳后试样表面保持洁净。若用可控气氛进行渗碳，则 C_s 可由渗碳气氛的碳势近似给出。距表面某一深度 x 处的碳浓度 C，可通过逐步剥层定碳法(简称剥层定碳法)确定，也可用金相法通过测量渗层深度近似给出。为了便于实验者在实验课内亲自进行测量，本实验采用金相法确定 C 和 x 的对应值。采用金相法的条件是渗碳后的试样必须缓慢地进行冷却，以尽可能地接近平衡状态。把自表面至半珠光体层(50％珠光体，50％铁素体)的深度 x 定为渗碳层深度，半珠光体层碳浓度近似地取为 0.40％。知道了 C、x、C_s 和 t，通过查表和进行简单的计算，就可求出 D。

三、实验内容与步骤

l、观察纯铁经 930℃渗碳 2、4、6、8，l0、l2 小时再缓慢冷却(平衡组织)后的组织，根据组织确定某一碳浓度(半珠光体)随时间推移的距离，每块试样在不同部位测量三次，然后取其平均值。作出 X—t 曲线。

2、根据 x，C(取 0.4%)、C_s(实验给出)和 t (实验给出)，求碳在铁中的扩散系数 D。由于扩散系数与温度有关。所求 D 值为渗碳温度下碳在铁中的扩散系数。

四、实验报告要求

1、 设计一个表格，把 T(渗碳温度)、t(渗碳时间)、C_s(表面碳浓度)、x_1、x_2、x_3、$\overline{X}$及 D 填入表内。

2、 作出 x-t 曲线。

erf(β)误差函数表

β	0	l	2	3	4	5	6	7	8	9
0.0	0.0000	0.0119	0.0226	0.0338	0.0451	0.0564	0.0676	0.0789	0.0901	0.1013
0.1	0.1125	0.1236	0.1348	0.1459	0.1569	0.1680	0.1790	0.1900	0.2009	0.2118
0.2	0.2227	0.2335	0.2443	0.2550	0.2657	0.2763	0.2869	0.2974	0.3079	0.3183
O.3	0.3286	0.3389	0.3491	0.3593	0.3694	0.3794	0.3893	0.3992	0.4090	0.4187
0.4	0.4284	0.4386	0.4475	0.4569	0.4662	0.4755	0.4847	0.4937	0.5027	0.5117
0.5	0.5205	0.5292	0.5790	0.5465	0.5549	0.5633	0.5716	0.5798	0.5879	0.5959
0.6	0.6039	0.6117	0.6194	0.6270	0.6346	0.6420	0.6494	0.6566	0.6638	0.6708
0.7	0.6778	0.6847	0.6914	0.698l	0.7047	0.7112	0.7175	0.7238	0.7300	0.7361
0.8	0.7421	0.7480	0.7538	0.7595	0.7651	0.7707	0.7751	0.7814	0.7867	0.7918
0.9	0.7969	0.8019	0.8068	0.8116	0.8163	0.8209	0.8254	0.8299	0.8342	0.8385
1.0	0.8427	0.8468	0.8508	0.8548	0.8586	0.8624	0.8651	0.8698	0.8733	0.8768
1.1	0.8802	0.8835	0.8868	0.8900	0.8931	0.896l	0.8991	0.9020	0.9048	0.9076
1.2	9.9130	0.9130	0.9155	0.9181	0.9205	0.9229	0.9252	0.9275	0.9297	0.9319
1.3	0.9340	0.9361	0.9381	0.9400	0.9419	0 9438	0.9456	0.9473	0.9490	0.9507
l.4	0.9521	0.9539	0.9554	0.9569	0.9583	0.9597	0.9611	0.9624	0.9637	0.9640
1.5	0.9661	0.9673	0.9687	0.9695	0.9705	0.9716	0.9726	0.9736	0.9745	0.9755

β	1.7	1.9	2.2	2.7	
erf (β)	0.9838	0.9928	0.9981	0.9999	

实验九　金属经塑性变形后的显微组织

一、实验目的

l、了解金属塑性变形的两种方式——滑移和孪生。

2、了解金属经冷塑性变形后的显微组织特征。

3、观察低碳钢的屈服观象——吕德斯带。

二、实验原理

在外力作用下，应力超过金属的弹性极限时金属所发生的永久变形称为塑性变形。

滑移是金属塑性变形的基本方式。面心立方金属 Cu、Al、Pb 等及体心立方 Fe 等一般都是以这种方式进行变形，滑移是沿着晶体的一定晶面和晶向进行的，滑移的结果，在晶体的表面产生台阶，这些台阶在显微镜下观察显现为许多平行线条，这就是所谓滑移线。如果我们把金属样品经磨制抛光后，再进行微量塑性变形，结果在抛光的表面上由于滑移而出现了台阶，在金相显微镜下进行观察，就可以看到滑移线。图 9-1 是变形度为 20%的工业纯铁冷轧后的显微组织，这时晶粒已开始沿加工方向伸长，在晶粒内可看见一些滑移带。

图 9-1　20%变形度（工业纯铁）的组织 150×

图 9-2　Zn 形变孪晶的显微组织 150×

金属材料除以滑移方式进行塑性变形外，还以孪生方式进行塑性变形。例如密排六方金属的 Zn、Mg 等，当处于不利的滑移位向时,常以孪生方式进行变形，如图 9-2 所示。面心立方金属一般不发生孪生变形，但在极低温度下形变或在高速冲击加载变形时也会有少量孪晶出现，孪生变形后的金属显微组织中出现孪生带，孪生带与滑移线有不同的特征。孪生试样的制备与滑移线不同，它是先经过塑性变形，使金属组织结构中产生孪生，然后经磨制、抛光、腐蚀，再在金相显微镜下进行观察。

金属经塑性变形后，显微组织会发生改变。首先沿作用力的方向等轴状的晶粒会伸长，而且伸长程度随变形量的增加而增加。当变形量很大时，沿伸长方向呈现纤维状的条纹——即所谓纤维组织。图9-3是变形度为70%的工业纯铁冷轧组织，此时已全部是沿加工方向伸长的“纤维”组织了。

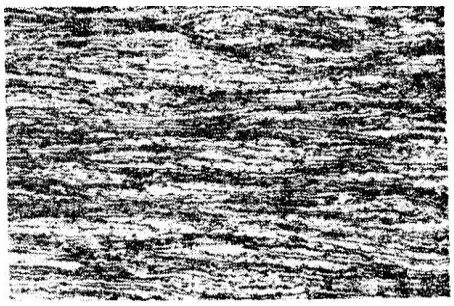


图 9-3　70%变形度（工业纯铁）的组织 150×

当两相组织的金属进行变形时，首先软相组织晶粒发生变形，随着变形量的增加，硬相组织也发生变形。例如在亚共析钢中，在受外力作用变形时，铁素体晶粒先开始变形，随着变形程度的增加，珠光体晶粒也开始沿流变方向变形，结果珠光体片层沿流变方向平行排列，当然在调整方向的同时珠光体片层也会发生断裂和扭折。

低碳钢拉伸变形时，会出观明显的屈服观象。当应力达到上屈服点时，在试样应力集中处首先开始塑性变形，结果在试样表面观察到与拉伸轴约呈 45°的应变痕迹，此即所谓吕德斯带。当应力降到下屈服点时，吕德斯带就在试样长度方向(拉伸方向)扩展开来，当扩散到整个试样标距范围内时，试样的屈服阶段即告结束，开始了均匀变形阶段。

三、实验内容

1、取退火的纯铜试样一块，进行磨制抛光，然后在金相显微镜下观察并绘图。将观察后的试样放在台钳下进行少量压缩塑性变形，再放在金相显微镜下观察并绘图，进行形变前后的比较。

2、观察形变孪晶(Zn)与退火孪晶(Cu)试样的显微组织，并绘图。

3、观察 20 钢经不同变形度变形后的显微组织，并绘图。

4、观察低碳钢的吕德斯带。

四、实验报告要求

1、 画出纯铜试样抛光状态下形变前后组织变化示意图。

2、 画出形变孪晶(Zn)与退火孪晶(Cu)试样的显微组织。

3、 画出 20 钢经不同变形度变形后的显微组织。

4、 简要说明纯铜与低碳钢的塑性变形有何不同?

实验十　塑变硬化及回复再结晶

一、实验目的

1、了解冷塑性变形对金属性能的影响。

2、了解加热对冷塑性变形后金属性能的影响。

3、了解临界变形度的概念。

二、实验原理

金属经受塑性变形后，不但其外形发生了变化，而且晶粒内部也将发生明显的变化。随变形度增大，晶粒逐渐沿受力方向伸长，并且晶粒内产生很多亚晶块。冷塑性变形造成金属内部组织的变化，必然导致金属性能的变化，其机械性能变化的规律是：一般随着变形度的增大，其强度、硬度上升，塑性下降，此即所谓冷作硬化(加工硬化)现象。冷作硬化常是提高金属或合金强度的一种重要方法，特别是对一些不能通过热处理强化的金属或合金更是如此。

经冷塑性变形的金属加热时，通常是依次经过回复、再结晶和晶粒长大三个阶段。回复是指金属的光学显微组织没有显著改变前的加热阶段，此阶段金属的机械性能也改变不大。再结晶是指塑变后的金属，加热到再结晶温度时，通过再结晶核心的形成及随后的生长，最后得到无畸变的显微组织的过程。随着再结晶后金属显微组织的恢复，其机械性能也发生了变化，即强度、硬度下降，塑性上升。图10-1为冷变形金属在不同加热温度时晶粒大小和性能的变化规律。

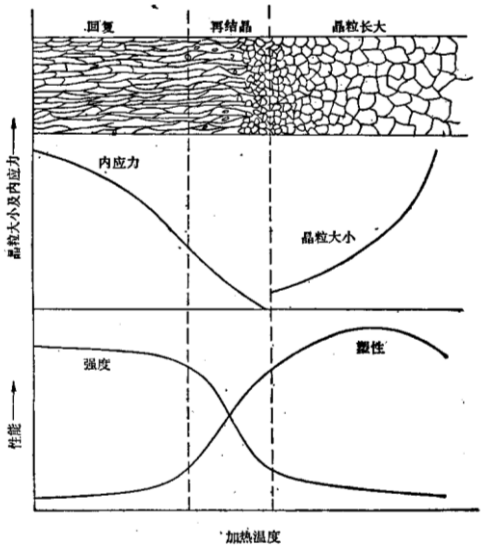


图10-1　变形金属在不同加热温度时晶粒大小和性能的变化

图10-2　变形度对工业纯铝再结晶退火后晶粒大小的影响　　1×

再结晶完成后，若提高温度或延长保温时间，则金属的晶粒会继续长大。再结晶后的晶粒大小对金属机械性能有很大影响，而晶粒大小则受再结晶前的变形度、退火温度等因素所控制。金属的变形度愈大，则再结晶形核率愈高，再结晶后的晶粒便愈细小。金属能进行再结晶的最小变形度通常在2～8%范围内，此时再结晶后的晶粒特别粗大，称为临界变形度。大于临界变形度后，随变形度增加晶粒逐渐细化，生产中应尽量避免在临界变形度范围内加工，以免形成粗大晶粒而降低性能。图10-2为变形度对

工业纯铝再结晶退火后晶粒大小的影响。

三、实验内容与步骤

(一) 测定工业纯铝的硬度与变形度的关系

在小型轧机上轧制出不同变形度的冷轧试样，用卡尺测量其厚度，其中厚度最大的一块是未经变形的试样，h_0=3mm，用下列公式求其变形度：

$$f\% = \frac{h_0 - h_1}{h_0} \times 100\%$$

式中，f 为变形度；h_0 为试样的原始厚度(mm)；h_1 为试样变形后的厚度(mm)。

测量变形试样的硬度，每个试样至少测三点，取其平均值，然后将试验结果记入表 10-1 中。

表 10-1　变形度与硬度记录表

试样号	试样厚度(mm)	变形度(%)	硬度(HB)	备注

根据表中数据，以变形度为横坐标，硬度为纵坐标，作出硬度与变形度关系曲线。

(二) 测定塑性变形后的工业纯铝经加热后的硬度变化

将同一变形度(70%)的工业纯铝试样，分别加热到 150℃、250℃、350℃、450℃、550℃，保温 20min 后空冷，然后测量其硬度，将测得结果列于表 10-2 中。

表 10-2　加热温度与硬度记录表

试样编号	加热温度(℃)	保温时间(min)	硬度(HB)	备注

根据测定结果，以硬度为纵坐标，以加热温度为横坐标绘制出硬度与加热温度关系曲线。

(三) 研究变形度对工业纯铝片再结晶后晶粗大小的影响及组织观察

将退火状态的、具有均匀细晶粒的工业纯铝片在小型拉伸机上进行3%、6%、9%、12%的拉伸变形。然后在580℃加热40min，注意加热时要采取适当措施，应将铝片放在特制的试样支架上以保证铝片受热均匀，切忌将铝片迭放在一起或放在炉底板上。从炉内取出冷却后用混合酸[HCl45%，$HNO_3$15%，HF15%，H_2O25%]进行浸蚀。当表面出现清晰的晶粒时，用水冲洗并吹干。然后数出每个试样上单位面积($1cm^2$)内的晶粒数N，并记入表10-3中。

表10-3　变形度、晶粒数目记录表

变 形 度 (%)	3	6	9	12
晶 粒 数 目(N)				
晶 粒 大 小(1/N)				

四、实验报告要求

1、根据表10-1绘制并讨论硬度与变形度的关系。

2、根据表10-2绘出预先变形度为70%的工业纯铝硬度与加热温度的关系曲线，说明金属在相同变形度及相同退火时间条件下，经不同温度的再结晶退火后组织性能的变化。并从绘出的曲线上确定出该种材料的再结晶温度。

3、根据表10-3绘制出晶粒大小与预先变形度的关系曲线，并说明金属在同一退火温度及同一保温时间条件下，不同的预先变形度对再结晶后组织与性能的影响。试从绘制出的曲线上找出该种材料的临界变形度。

*实验十一　变形度对金属显微组织和性能的影响

一、实验目的

1、进一步熟悉金相试样的制备、显微镜的使用、显微照相技术和图像处理技术。
2、熟悉硬度计的使用。
3、了解金属进行塑性变形时变形度对金属显微组织和性能的影响。

二、实验用材料及加工处理

将退火状态的工业纯铁，先加工成厚度为10～15mm的板材，然后进行冷轧变形，变形度分别为0%(即不进行冷轧，仍为退火状态)、30%、60%和70%。然后再截取适当尺寸的试样，供实验使用。

三、实验内容

1、对以上四种状态的工业纯铁试样进行硬度测试(HRB)，每块试样测量三点，取平均值。
2、金相试样制备。用测试过硬度的试样制备金相试样，以冷轧板的纵截面为磨面，先在预磨机上粗磨，再用金相砂纸进行细磨，然后进行机械抛光和化学腐蚀。
3、金相观察。用金相显微镜进行观察，分析变形度对工业纯铁显微组织的影响。
4、显微照相。将上述观察到的典型组织用数码相机进行显微照相，将所摄影像传至电脑并经处理，最后由打印机输出，获得不同变形度工业纯铁的组织照片。

四、实验报告要求

1、记录实验目的、内容及步骤。
2、把获得的金相照片附在报告上。结合金相照片分析变形度对工业纯铁显微组织的影响。
3、把测试的硬度值填入自己设计的表格中，以硬度(HRB)为纵坐标，以变形度为横坐标，建立硬度—变形度关系曲线，然后对实验结果进行分析与讨论。

*实验十二　温度对冷轧纯铁显微组织和性能的影响

一、实验目的

1、熟悉加热电炉和硬度计的使用。
2、熟悉金相试样的制备、显微镜的使用、显微照相技术和显微图像处理技术。
3、了解退火加热温度对冷变形金属显微组织和硬度的影响。

二、实验用材料及加工处理

将退火状态的工业纯铁加工成厚度约15mm的板材，再进行冷轧变形，变形度为70%，然后从冷轧板材上截取尺寸适当的试样，供实验中使用。

三、实验内容

1、对冷轧变形70%的试样进行硬度测试(HRB)，每块试样测试三点，取平均值。
2、测试硬度后，将冷轧状态的试样分别在450℃、550℃、750℃、850℃加热30min，然后随炉冷却，共四种状态。
3、对退火后的试样进行硬度测试(HRB)，每块试样测试三点，取平均值。
4、用测试硬度后的试样制备金相试样，以板材的纵截面为磨面，先在预磨机上粗磨，再用金相砂纸进行细磨，然后进行机械抛光和化学腐蚀。
5、用金相显微镜进行观察，分析退火加热温度对冷轧工业纯铁显微组织的影响。
6、将上述观察到的典型组织用数码相机进行显微照相，将所摄影像传至电脑并经处理，最后由打印机输出，获得经不同温度退火后的工业纯铁的金相照片。

四、实验报告要求

1、记录实验目的，内容及步骤。
2、把获得的一套金相照片附在报告上，结合金相照片，分析加热温度对冷轧工业纯铁显微组织的影响。
3、把测试的硬度值填写在自己设计的表格中，以硬度为纵坐标，以加热温度为横坐标，建立硬度—加热温度关系曲线。为了进行比较，未经加热的冷轧状态的硬度值可视为经20℃(室温)加热的硬度值。结合金相照片和硬度-加热温度曲线，分析加热温度对冷轧工业纯铁硬度的影响。

实验十三　粉体材料密度和比表面积的测定

一、密度试验

(一) 概述

在工业中，钢铁冶炼、粉末冶金、电子材料、水泥、陶瓷、耐火材料、化工药品等，许多材料都采用粉状原料来制造，也有很多产品的最终形状就是粉体，而密度是粉体材料的基本物性指标，在粉体材料的粒度、空隙率、比表面积的测试中是不可缺少的基本物理参数，故测定粉体材料的密度具有非常重要的意义。

粉体材料密度测试的目的：

◇ 了解粉体真密度的概念及其在科研与生产中的作用

◇ 掌握粉体材料密度的测试原理与方法。

(二) 试验的基本原理

密度也叫比重，粉体材料的密度一般指材料的真密度(ture dendisy)，是指材料在密实状态下单位体积的质量，该体积不包含存在于材料颗粒内部的封闭孔，所以测定粉体材料的密度一般用于测试无孔材料，国际单位为 kg/m^3。根据测试适用的介质不同，其测定方法可分为浸液法和气体容积法两种。

浸液法是将粉体材料浸没在易润湿颗粒表面的溶液中，且该粉体材料不能与浸润材料发生化学反应，测定所排除液体的体积。浸液法主要有比重法和悬吊法，而其中比重法因为仪器简单，操作方便，结果可靠，已成为目前应用较多的测定粉体材料密度的方法之一。

比重瓶测试粉体材料密度是基于阿基米德原理，将待测粉末浸入对其润湿而不溶解的溶液中，排除气泡，其排除液体的体积就等于该粉末样品的体积，如果已知该液体的密度，则所排除的液体的体积就等于质量除以相应的密度。故待测粉末样品密度 $\rho(g/cm^3)$的计算公式为：$\rho = \dfrac{m_0}{m_l} \cdot \rho_l$ 。

式中：m_0 为粉末样品的质量，g；m_l 为排除的液体的质量，g；ρ_l 为浸润液的密度，g/cm^3。

气体容积法是以气体取代液体测定试样所排除的体积，此法排除了浸液法对试样溶解的可能性，具有不损坏试样的优点，但测定时易受温度的影响，还需注意漏气的问题。其方法又分为定容积法和不定容积法。

(三) 试验方法

以水泥试样为例，测试粉末材料的密度。

1、主要仪器

(1) 李氏比重瓶(精度 0.1mL)。形状与尺寸如图 15-1 所示。

(2) 天平(称量 1000g，感量 0.01g)。烘箱，筛子(孔径 0.90mm)，温度计等。

2、试验步骤

(1) 将试样破碎、磨细后，全部通过 0.9mm 孔筛，再放入烘箱中，在不超过 110℃的温度下，烘至恒重，取出后置干燥器中冷却至室温备用。

(2) 将无水煤油注入李氏瓶至凸颈下 0～1mL 刻度线范围内。将注有煤油的李氏瓶放入恒温水槽内，使刻度线

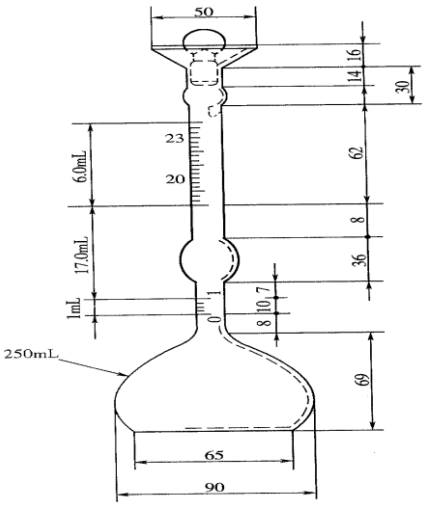


图 13-1　李氏比重瓶

以下部分浸入水中，恒温 30min 后读出液面的初体积 V_1(以弯液面下部切线为准)。从恒温水槽中取出李氏瓶，擦干外表面，用滤纸将瓶颈内液面上部内壁吸附的煤油仔细擦净。

(3) 称取 60.00g 烘干备用的水泥，用小匙将物料徐徐装入李氏瓶中，下料速度不得超过瓶内液体浸没物料的速度，以免阻塞，应将瓶微倾且摇动，使物料下沉后再继续添加。

(4) 排除瓶中气泡。以左手指捏住瓶颈上部，右手指托着瓶底，左右摆动或转动，使其中气泡上浮，每 3～5s 观察一次，直至无气泡上升为止。同时将瓶倾斜并缓缓转动，以便使瓶内煤油将粘附在瓶颈内壁上的物料洗入煤油中。

(5) 再将瓶放入恒温水槽中，在相同水温下恒温 30min，读出第二次体积读数 V_2。两次读数时恒温水槽温差应不大于 0.2℃。

注：也可事先不称量水泥的质量，而称得天平加液体的初始重量 W_1。加入一定量的水泥，直至液面上升接近 20mL 的刻度时为止，用滤纸仔细擦干上口漏斗处干燥物料，排除气泡后，称出加入物料后的重量 W_2，通过 $W=W_2-W_1$ 求得水泥质量。

3、结果计算：试样密度ρ (精确至 10kg/m3)

$$\rho = \frac{W}{V_2 - V_1} \qquad (kg/m^3)$$

以两次试验结果的平均值作为密度的测定结果。两次试验结果的差值不得大于 20kg/m3，否则应重新取样进行试验。

(四) 结果分析

浸液法中，所选浸润液应不溶解试样而易于润湿试样颗粒表面，且价廉物美，使用方便，易于得到。如对于陶瓷原料，如长石、石英和陶瓷制品一般可采用蒸馏水作为浸润液，对于水泥，因水泥易于与水产生反应，则可选用煤油或二甲苯等有机液体介质。此外，测定排除液体的体积时要求完全排除气泡，以免影响真实体积的测定。

浸液法也可采用其他装置，采用相似的原理测定粉末材料的密度，如采用真空脱气装置，更好的排除气泡，其操作方法大同小异。采用比重瓶法还可直接测定液体材料的密度。

Burt.M.W.G 在《Power technol》(1973) 指出，比重瓶法不适用于粒度小于 5μm 的超细粉体，因为超细粉体在其表面上会强烈的吸附气体，而要排除所吸附的气体，需要在高温下处理。同样对于表面粗糙的颗粒材料，其试样表面可能有空气进入表面裂缝或表面凹陷处，也不易排除。因此他提出可使用离心式比重瓶，将粉末样品制备成悬浮液放入比重瓶内，使悬浮液受离心作用后再按通常的方法测定密度。

二、比表面积测定

(一) 概述

在生产中，一些化学反应需要较大的比表面积以提高化学反应速度，要有适当的比表面积来控制生产过程；许多粉体材料需要保证一定的粒度分布来保证化学质量或者满足一些特定的要求。

每单位质量的粉体所具有的表面积的总和，称为比表面积，比表面积也是粉末材料的基本物性参数之一，其国际单位为 m^2/kg。

粉体有非孔结构和多孔结构两种特征，因此粉体材料的比表面积有外表面积和内表面积两种，其测定方法有勃氏透气法、低压透气法和动态吸附法三种。理想的非孔结构的物料只有外表面积。对于多孔性结构材料，除外表面积外，还有内表面积，一般多用气体吸附法测定。

勃氏(Blaine)透气法是许多国家用于测定粉末试样比表面积的一种方法。在无机非金属

材料中，水泥产品是粉末，测定水泥的比表面积可以检验水泥细度以保证水泥的强度。

采用勃氏法测定水泥的比表面积的目的主要有：

◇ 了解透气法测定粉末比表面积的基本原理

◇ 掌握勃氏法测定粉末比表面积的方法，能正确计算试样的比表面积。

(二) 试验的基本原理

当流体(气体或液体)在 t 秒内透过含有一定空隙率的、截面积为 A、长度为 L 的粉体层时，其流量 Q 与压力降 ΔP 成正比，这就是达西法则。即 $\frac{Q}{A\cdot t}=B\frac{\Delta P}{\eta\cdot L}$ 。

式中：η 为流体的粘度系数，与温度有关；B 为与构成粉体层的颗粒大小、形状、充填层的孔隙率等有关的常数，称为比透过度或透过度。

柯增尼(Kozeny)把粉体层当作毛细管的集合体来考虑，用(Poiseuille)法则将在粘性流动的透过度导入规定的理论公式，卡曼(Carman)研究了 Kozeny 公式，发现了关于各种粒状物质充填层的透过性的试验与理论一致，并导出了粉体的比表面积与透过度 B 的关系式：

$$B=\frac{g}{K\cdot S_v^2}\cdot\frac{\varepsilon^3}{(1-\varepsilon)^2}$$

式中：g 为重力加速度；ε 为粉体层的孔隙率；Sv 为单位体积的表面积，cm^2/cm^3；K 为常数，与粉体层中流体通路的“扭曲”有关，一般定为 5。

结合上述两式可得：$S_v=\sqrt{\frac{g}{B\cdot K}\cdot\frac{\varepsilon^3}{(1-\varepsilon)^2}}=\frac{\sqrt{\varepsilon^3}}{(1-\varepsilon)}\sqrt{\frac{g}{5}\cdot\frac{\Delta P\cdot A\cdot t}{Q\cdot\eta\cdot L}}$

因此单位质量的表面积，即质量比表面积

$$S_W=\frac{S_v}{\rho}=\frac{\sqrt{\varepsilon^3}}{\rho\cdot(1-\varepsilon)}\sqrt{\frac{g}{5}\cdot\frac{\Delta P\cdot A\cdot t}{Q\cdot\eta\cdot L}}=\frac{\sqrt{\varepsilon^3}}{\rho\cdot(1-\varepsilon)}\sqrt{\frac{t}{\eta}}\cdot\sqrt{\frac{g}{5}\cdot\frac{\Delta P\cdot A}{Q\cdot L}}=K\cdot\frac{\sqrt{\varepsilon^3}}{\rho\cdot(1-\varepsilon)}\sqrt{\frac{t}{\eta}}$$

式中，ρ 为粉体材料的密度，g/cm^3；令 K＝$\sqrt{\frac{g}{5}\cdot\frac{\Delta P\cdot A}{Q\cdot L}}$ ，对一定的比表面积透气仪，是与仪器有关的常数。

根据透过介质的不同，透过法分为液体透过法和气体透过法，目前较常用的主要是气体透过法。该方法的种类很多，根据使用仪器的不同，可分为：前苏联的托瓦洛夫式 T-3 型透气仪、英国的 Lea-Nurse 透气仪、日本荒川-水渡的超微粉体测定仪、美国费歇尔式的平均粒度仪、美国勃莱恩式的勃氏透气仪。其中勃氏透气仪在国际中较为通用，该装置由于透过粉体层的空气容积是固定的，故也称为恒定容积式透气仪，硅酸盐水泥的细度一般用勃氏比表面积表示

水泥比表面积测定原理是以一定量的空气，透过具有一定空隙率和一定厚度的压实粉层时所受阻力不同而引起流速变化来进行测定的。测试时先使试样粉体形成孔隙率一定的粉体层，然后抽真空，使 U 型管的压力计右边的液柱上升到一定的高度。关闭活塞后，外部空气透过粉体层，使 U 型管压力计右边的液柱下降，测出液柱下降一定高度所需要的时间，并采用已知比表面积的标准物料对仪器进行校正，来求出粉体试样的比表面积。

(三) 试验方法

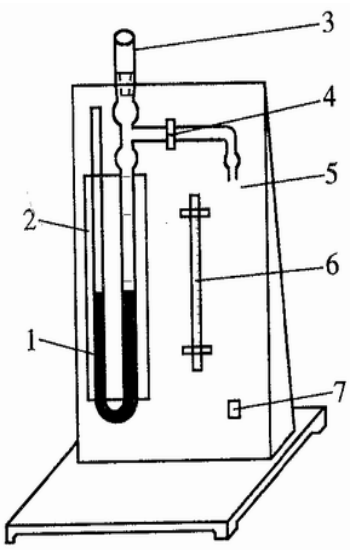
采用勃氏透气法测定水泥或其他粉体材料的比表面积。

1、主要仪器

电动勃氏透气比表面仪，如图 15-2 所示；分析天平(精确至 0.001g)，计时秒表(精度 0.05s)等。

2、试验步骤

(1) 首先进行漏气检查。将透气圆筒上口用橡皮塞塞紧安装到 U 型压力计上，用抽气装置抽出部分气体，形成一定的压力差，然后关闭阀门，观察液柱是否下降，如果液柱高度保持不变，则表明不漏气，否则用活塞油脂加以密封。



1. U 型压力计
2. 平面镜
3. 透气圆筒
4. 活塞
5. 微型电磁泵接口
6. 温度计
7. 开关

图 13-2 勃氏透气比表面仪

(2) 用已知密度、比表面积等参数的标准粉对仪器进行校正，用水银排代法测粉料层的体积 V。

(3) 将试样过 0.9mm 筛，在(110±5)℃下烘干后，在干燥器中冷却至室温备用，根据所测试样的密度和试料层体积等计算出试样量 $W=\rho V(1-\varepsilon)$，其中孔隙率 ε＝0.500±0.005。

(4) 称取烘干的水泥试样(精确至 0.001g)，制备粉料层。将穿孔板放入透气圆筒的边缘上，用一根直径比圆筒略小的细棒把一片滤纸送至穿孔板上，边缘压紧，将称取的试样导入圆筒，轻敲圆筒边，使试样层表面平坦，再放入一片滤纸，用捣棒均匀捣实试料，直至捣棒支持环紧紧接触圆筒顶边并旋转二周，慢慢取出捣棒。

(5) 把装有粉料层的透气圆筒连接到 U 型压力计上，进行透气试验。开动抽气泵，使比表面仪压力计中液面上升到一定高度(扩大部下端的刻度线)，关闭旋塞和气泵，用秒表记录压力计中液面由指定高度下降至一定距离时的时间，同时记录试验温度。

3、结果计算：计算比表面积(精确至 1m^2/kg)：

$$S=\frac{s_s\rho_s\sqrt{T}(1-\varepsilon_s)\sqrt{\varepsilon^3}\sqrt{\eta_s}}{\rho\sqrt{T_S}(1-\varepsilon)\sqrt{\varepsilon_s^3}\sqrt{\eta}}(cm^2/g)$$

式中：S 为试样的比表面积，m^2/kg；有 s 下标为标准试样的数据，如 S_s 为标准粉的比表面积(m^2/g)；ρ 为试样密度，kg/m^3；T 为下落时间，s；ε 试样的空隙率，η 为与温度有关的空气粘度。表 1-1 表示不同温度下的空气粘度和水泥密度值。

表 13-1 不同温度下的空气粘度和水泥密度

温度/℃	空气粘度 η /×10^{-4}Pa．s	水泥密度 ρ /×10^3kg/m^3	温度/℃	空气粘度 η /×10^{-4}Pa．s	水泥密度 ρ /×10^3kg/m^3
8	1.749	13.58	22	1.818	13.54
10	1.759	13.57	24	1.828	13.54
12	1.768	13.57	26	1.837	13.53
14	1.778	13.56	28	1.847	13.53
16	1.788	13.56	30	1.857	13.52
18	1.798	13.55	32	1.867	13.52
20	1.808	13.55	34	1.876	13.51

当测定标准试样和被测试样的实验温差≤3℃，且试样与标准粉具有相同的孔隙率时，水泥比表面积 S 可按下式计算：

$$S = \frac{S_s \rho_s \sqrt{T}}{\rho \sqrt{T_S}} \qquad (cm^2/g)$$

水泥比表面积应由二次试验结果的平均值确定，如两次试验结果相差 2%以上时，应重新试验。并将结果换算成 m^2/kg 为单位。

(四) 结果分析

试验所用滤纸，应与圆筒内径相同、边缘光滑的圆片。如滤纸太小，会有部分试样粘于圆筒内壁高出圆板上部，而滤纸太大时，滤纸会占有材料的部分体积，引起测定结果的偏离。每次测定时均最好使用新的滤纸。

试料层的空隙率，对于一般硅酸盐水泥为 0.5，但对掺有多孔材料或过细的水泥时，需要进行适当调整。如其他品种粉料按 $W=\rho V(1-\varepsilon)$算出的试样量在圆筒的有效体积中容纳不下或经捣实后未能充满圆筒的有效体积，允许适当的改变孔隙率。

用透气法测定比表面积的主要缺点在于计算公式中引用了一些试验常数和假设。在一定孔隙率的水泥层中，孔隙的大小和数量是颗粒尺寸的函数。空气透过粉末层对粉末颗粒做相对运动、粉末的表面形状、颗粒的排列、空气在颗粒孔壁之间的滑动、空隙分布均匀程度等均会影响测试结果，但这些计算公式中均没有考虑。对于低分散度、比表面积相对较小的粉末试样层，气体通道孔隙较大，上述影响因素较小，测定结果比表准确；但对于高分散度、比表面积很大的粉末样品，空气通道的孔径较小，上述影响因素较大，测定结果偏低，粉末越细，其偏低程度越多。因此对于高分散度的粉末材料，特别是多孔性粉体材料，可采用低压透气法或吸附法。

思考题

1、测定粉体材料密度的原理是什么？
2、影响密度测定的主要因素有哪些？
3、测定粉体材料比表面积的基本原理是什么？
4、透气法测试粉体材料的比表面积有何局限性，影响测试结果的主要因素有哪些？
5、如何进行漏气检查，如有漏气应如何处理？试料层如何正确制备？如何计算试样的比表面积？

参考文献

1、秦鸿根编，建筑材料试验指导书，东南大学材料科学与工程学院内部教材[Z]，2003.10；
2、伍洪标主编　无机非金属材料试验[M]，北京：化学工业出版社，2002.6；
3、中华人民共和国交通部 JTG E30-2005 公路工程水泥及水泥混凝土试验规程[S]，北京：人民交通出版社，2005

试验数据记录表

一、密度

样品名称、规格：_____　　试验日期：_____年_____月_____日_____时

浸液名称：_____　　试验温度、湿度：T_____℃，RH_____%

浸液密度：_____　　设备名称、型号：_____

试样编号	质量/g			体积/cm^3			密度 $\rho=\frac{W}{V}$/kg/m^3	平均值/kg/m^3
	加粉末前 W_1	加粉末后 W_2	$W=W_2-W_1$	加粉末前 V_1	加粉末后 V_2	$V=V_2-V_1$		
1								
2								

二、比表面积

样品名称、规格：_____　　设备名称、型号：_____

标准数据

密度 ρs_____kg/m^3　　孔隙率 εs_____　　标定温度_____℃

时间 Ts_____s　　比表面积 Ss_____m^2/kg

编号	密度 kg/m^3	温度/℃	孔隙率	下落时间/s	比表面积 m^2/kg	评定值

实验十四　集料性能试验

一、概述

砂、石材料是制造水泥混凝土或沥青混凝土的原材料，其用量约占水泥混凝土总体积的3/4 左右，称为集料或骨料。在水泥混凝土等建筑行业中，一般 4.75mm(或 5.00mm)为粗细集料的分界，而对沥青路面和基层均以 2.36 为界。集料的价格便宜，来源丰富，且可以提高混凝土的体积稳定性和耐久性。

集料的质量对混凝土的性能有较大的影响，其中集料的颗粒级配、表观密度、空(孔)隙率、含泥量等指标是混凝土配合比设计的主要依据，通过测试，掌握砂石材料的这些指标，可分析混凝土拌合物的工作性及硬化后混凝土的性能的影响，并确定其在混凝土的最佳用量。

根据 GB/T14684－2001《建筑用砂》、GB/T14685－2001《建筑用碎石、卵石》、JGJ52～53－92、JTG E42-2005 标准对混凝土用砂、石进行试验，评定其质量，并为混凝土配合比设计提供原材料参数。

二、取样方法与检验规则

(一) 砂、石的取样

同一品种、同一规格的石子(或砂)，日产量≤600t 为一批、日产量超过 2000t、以 1000t 为一批，不足 1000t 亦为一批，日产量超过 5000t、按 2000t 为一批。取样部位应不少于 8 处，其总试样量应多于试验用量的一倍。在皮带运输机抽样时，可在通往料仓或料堆的皮带运输机的整个宽度上，在一定的时间间隔内抽取，在料堆抽样时，可从料堆自上而下、不同方向均匀选取 8 点抽取试样，组成一组样品。

(二) 四分法缩取试样

将取回的砂(或石子)试样拌匀后摊成厚度约 20mm 的圆饼(砂)或圆锥体(石子)，在其上划十字线，分成大致相等的四份，除去其对角线的两份，将其余两份按同样的方法再持续进行，直至缩分后的材料量略多于试验所需的数量为止。

(三) 检验规则

砂石检验项目主要有颗粒级配、表观密度、堆积密度与空隙率、泥含量及泥块含量、有害物质含量、坚固性和石子的压碎值、针片状颗粒含量等。经检验后，其结果符合标准规定相应类别规定时，可判为该产品合格，若其中一项不符合，则应再次从同一批样品中加倍抽样并对该项进行复检，复验仍不符合本标准技术指标，则该批产品为不合格。

三、砂的性能测试

(一) 砂的筛分析试验

1、主要仪器设备

(1) 砂筛：JGJ52 标准筛孔径为 0.160、0.315、0.630、1.25mm 的方孔筛和孔径为 2.50、5.00、10.00mm 的圆孔筛；GB/T14684 标准筛孔径为 0.150、0.300、0.600、1.18、2.36、4.75、 9.50mm 的方孔筛；并附有筛底和筛盖。

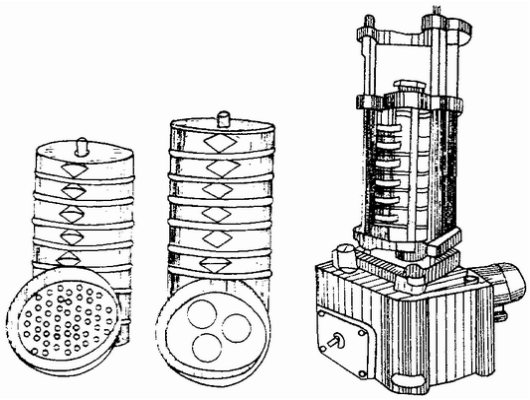


图 14-1　砂、石套筛及摇筛机

(2) 摇筛机：电动振动筛，振幅 0.5±0.1mm，频率 50±3Hz。如图 16-1 所示。

(3) 物理天平(称量 1kg，感量 0.5g)、烘箱、浅盘、毛刷等。

2、试验步骤

(1) 试样先用孔径为 10.0mm(9.5mm，对水泥混凝土)筛或 4.75mm(对沥青路面及基层)筛除超粒径的颗粒(算出其筛余百分率)，然后用四分法缩分至每份不少于 550g 的试样两份，放在烘箱中于 105±5℃烘至恒重，冷却至室温。

(2) 准确称取试样 500g；将筛子按筛孔由大到小叠合起来，附上筛底；将砂样倒入最上层筛中；将整套砂筛置于摇筛机上并固紧，摇筛 10min；也可用手筛，但时间不少于 10min。

(3) 将整套筛自摇筛机上取下，逐个在清洁的浅盘中进行手筛，筛至每分钟通过量小于试样总量的 0.1％为止。通过的砂粒并入下一号筛中，并和下一号筛中的试样一起过筛，按此顺序进行，直至各号筛全部筛完为止。

(4) 称取各号筛上的筛余量。试样在各号筛上的筛余量不得超过 200g，超过时应将该筛余试样分成两份，再进行筛分，并以两次筛余量之和作为该号筛的筛余量。

注：恒重指相邻两次称量时间(1～3)h 的情况下，前后两次称量之差小于该项试验所要求的称量精密度。

若砂样特细或含泥量大于 5％时，应增加 0.08mm 方孔筛一只或采用水洗法。

3、结果计算与评定

(1) 计算分计筛余百分率。各号筛上筛余量除以试样总重量(精确至 0.1％)。

(2) 计算累计筛余百分率。每号筛上孔径大于和等于该筛孔径的各筛上的分计筛余百分率之和(精确至 0.1％)，并绘制砂的筛分曲线。

(3) 根据各筛的累计筛余百分率，按照表 16-1 规定的级配区范围，评定该砂试样的颗粒级配是否合格。

(4) 按下式计算砂的细度模数 Mx(精确至 0.1)：

$$M_x = \frac{(A_2 + A_3 + A_4 + A_5 + A_6) - 5A_1}{100 - A_1}$$

式中，A_1、A_2……A_6 分别为 5.00、2.50……0.160mm 孔筛上的累计筛余百分率。

(5) 取两次试验测定值的算术平均值作为试验结果。筛分后如每号筛上的筛余量与底盘上的筛余量之和，同原试样量相差超过 1％时，须重做试验。

(6) 砂按细度模数(Mx)分为粗、中、细三种规格，由所测细度模数按规定评定该砂样的粗细程度。

表 14-1 混凝土用砂颗粒级配

筛孔,mm	级配区		
	1	2	3
10.0	0	0	0
5.00	10～0	10～0	10～0
2.50	35～5	25～0	15～0
1.25	65～35	50～10	25～0
0.630	85～71	70～41	40～16
0.315	95～80	92～70	85～55
0.160	100～90	100～90	100～90

注：砂的实际颗粒级配与表中所列数字相比，除 5.00mm 和 0.630mm 筛档外，可以允许略有超出分界线，但总量应小于 5%。

(二) *砂的表观密度测定*

表观密度又称体积密度，是指材料包含自身内部封闭孔在内的单位体积的质量。其测试原理为“阿基米德”原理，即排开水的体积等于样品的体积。

1、主要仪器

天平(称量 1000g，感量 1g)。容量瓶(500mL)。烘箱、干燥器、料勺、烧杯、温度计等。

2、试验步骤

(1) 称取烘干试样 300g(W_0)、装入盛有半瓶冷开水的容量瓶中，摇动容量瓶，使试样充分搅动以排除气泡。塞紧瓶塞，静置 24h。

(2) 打开瓶塞，用滴管添水使水面与瓶颈 500mL 刻线平齐。塞紧瓶塞，擦干瓶外水分，称其重量 W_1(g)。

(3) 倒出瓶中的水和试样，清洗瓶内外，再装入与上述水温相差不超过 2℃的冷开水至瓶颈 500mL 刻度线。塞紧瓶塞，擦干瓶外水分，称其重量 W_2(g)。

3、结果计算：表观密度 $\rho_0 = (\frac{W_0}{W_0 + W_2 - W_1} - \alpha_t) \times 1000$，精确至 10kg/m^3。

式中，αt 为考虑水温对水相对密度影响的修正系数，见表 16-2。

砂的表观密度以两次试验结果的算术平均值作为测定值，如两次结果之差大于 20kg/m^3 时，应重新取样进行试验。

表 14-2 不同水温下的表观密度的温度修正系数

水温℃	15	16～17	18～19	20～21	22～23	24	25
α	0.002	0.003	0.004	0.005	0.006	0.007	0.008

(三) *砂的堆积密度与空隙率测定*

1、主要仪器

(1) 案秤(称量 10kg，感量 1g)。烘箱、漏斗或料勺、直尺、浅盘等。

(2) 容量筒。金属圆柱形，容积 1L，内径 108mm，净高 109mm 筒壁厚 2mm。

2、试验步骤

(1) 将经过缩分烘干后的砂试样用 5mm 孔径的筛子过筛，然后分成大致相等的两份，每份约 1.5L。

(2) 先称容量筒重量 W1(kg)，将容量筒置于浅盘内的下料斗下面，使下料斗正对中心，下料斗口距筒口 50mm(如图 16-2)。

(3) 用料勺将试样装入下料斗，并徐徐落入容量筒中直至试样装满并超出筒口为止。用直尺沿筒口中心线向两个相反方向将筒上部多余的砂样刮去。称出容量筒连同砂样的总重量 W_2(kg)。

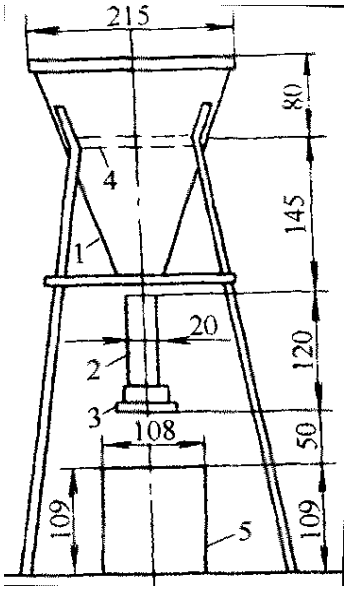


图 14-2 砂堆积密度用标准漏斗

(4) 容量筒容积校正。以 20±5℃饮用水装满容量筒，用玻璃板沿筒口滑移，使其紧贴水面盖住容量筒，擦干筒外壁水分，然后称重 W_2'(kg)，倒

出水并称出擦干后，称容量筒和玻璃板总重量$W_1^{'}$(kg)，计算其容积 V(L)：

$$V = W_2^{'} - W_1^{'}$$

3、结果计算与评定

(1) 计算堆积密度(精确至 10kg/m^3)：$\rho_0^{'} = \dfrac{W_2 - W_1}{V} \times 1000$

取两次试验的算术平均值作为试验结果。

(2) 砂的空隙率$P_0^{'}$按下式计算(精确至 1%(GB14684)或 0.1％(JTG E42-2005))：

$$P_0^{'} = \left(1 - \frac{\rho_0^{'}}{\rho_0 \times 1000}\right) \times 100$$

(3) 评定该试样的表观密度、堆积密度与空隙率是否满足标准规定值。

(四) *砂的含水率测定*

1、主要仪器设备

天平(称量 1kg，感量 1g)。烘箱，浅盘等。

2、试验步骤

(1) 取缩分后的试样一份约 500g，装入已称重量为 W_1 的浅盘中，称出试样连同浅盘的总重量 W_2(g)。然后摊开试样置于温度为 105±5℃的烘箱中烘至恒重。

(2) 干后的砂试样与浅盘的总重量 W_3(g)。

3、结果计算：砂含水率 W(精确至 0.1％)：$W = \dfrac{W_2 - W_3}{W_3 - W_1} \times 100$ (%)

以两次试验结果的算术平均值作为测定结果。通常也可采用炒干法代替烘干法测定砂的含水率。

四、石子性能试验

(一) 筛分析试验

1、主要仪器设备：石子套筛 GB/T14684 标准筛孔径为 2.36、4.75、 9.50、16.0、19.0、26.5、31.5、37.5、53.0、63.0、90mm 的方孔筛；JGJ52 标准筛孔径为 2.50、5.00、10.0、16.0、20.0、25.0、31.5、40.0、50.0、63.0、80.0(mm)，并附有筛底和筛盖。天平，称量随试样重量而定，精确至试样重量的 0.1％。摇筛机，电动振动筛，振幅 0.5±0.1mm，频率 50±3Hz。

2、试验步骤

(1) 按试样粒级要求选取不同孔径的石子筛，按孔径从大到小叠合，并附上筛底。

(2) 按表 2-3(或表 2-4)规定的试样量称取经缩分并烘干或风干的石试样一份，倒入最上层筛中并加盖，然后进行筛分。

表 14-3　不同粒径的石子筛分时的试样量(JGJ52)

石子最大粒径(mm)	10	16	20	25	31.5	40	63	80
每份试样量(kg)	2	4	4	10	10	15	20	30

表 14-4　不同粒径的石子筛分时的试样量(GB14685-2001)

石子最大粒径(mm)	9.5	16	19.0	26.5	31.5	37.5	63	75.0
每份试样量(kg)	1.9	3.2	3.8	5.0	6.3	7.5	12.6	16.0

(3) 将套筛置于摇筛机紧固并筛分，摇筛 10min，取下套筛，按孔径大小顺序逐个再用手筛，筛至每分钟通过量小于试样总量的 1%为止。通过的颗粒并入下一号筛中，并和下一号筛中的试样一起过筛，如此顺序进行，直至各号筛全部筛完为止。

(4) 称取各筛筛余的重量，精确至试样总重量的 0.1%。

3、结果计算与评定

(1) 计算石子分计筛余百分率和累计筛余百分率，方法同砂筛分析。

(2) 根据各筛的累计筛余百分率，按照表 16-5 规定的级配范围，评定该石子的颗粒级配是否合格。

(3) 确定石子的公称最大粒径：指保留在最大尺寸的标准筛上的颗粒含量不超过 10%的标准筛尺寸。

表 14-5　混凝土用石子颗粒级配

筛孔尺寸 mm / 公称粒径		累计筛余，/%											
		2.50	5.00	10.0	16.0	20.0	25.0	31.5	40.0	50.0	63.0	80.0	100
连续粒级	5～10	95~100	80~100	0~15	0								
	5～16	95~100	90~100	30~60	0~10	0							
	5～20	95~100	90~100	40~70		0~10	0						
	5～25	95~100	90~100		30~70		0~5	0					
	5～31.5	95~100	90~100	70~90		15~45		0~5	0				
	5～40	95~100	95~100	75~90		30~60			0~5	0			
单粒级	10～20		95~100	85~100		0~15	0						
	16～31.5		95~100		80~100			0~10	0				
	20～40			95~100		85~100			0~10	0			
	31.5～63				95~100			75~100	45~75		0~10	0	
	40～80					95~100			70~80		30~60	0~10	0

(二) 石子的表观密度试验(液体天平法)

测定粗集料包含内部封闭空隙在内的单位体积的烘干质量，其测试的基本原理时基于浮力原理。

1、主要仪器：天平(称量 5kg，感量 5g)。烘箱、吊篮、方孔筛、温度计等

2、试验步骤

(1) 按规定将石子筛分至略大于表 2-6 规定的用量，风干，将石子试样筛去 4.75mm 以下颗粒，洗净，分为大致相等的两份备用。

表 14-6 表观密度所需试样质量

石子最大粒径(mm	<26.5/25	31.5	37.5/40	63/75/80
每份最少试样质量(kg)	2.0	3.0	4.0	6.0

(2) 取试样一份装入吊篮，并浸润盛水的容器中，液面至少高出试样表面 50mm，浸水 24h 后，并采用升降吊篮的方式排除气泡，吊篮每升降一次约 1s，升降高度为 30mm～50 mm，测定水温后，由溢流孔控制盛水容器的水面高度，称试样、吊篮在水中的重量 W_1(g)。

(3) 称出吊篮在同样温度、同样水面高度的水中的重重 W_2(g)。

(4) 取出试样，在 105±5℃的烘箱中烘至恒重，称烘干试样 W_0(g)。

3、结果计算

计算表观密度ρ $_0$(10kg/m^3)：$\rho_0 = (\frac{W_0}{W_0 + W_2 - W_1} - \alpha_t) \times \rho_w (kg/m^3)$

以两次试验结果的算术平均值作为测定值，两次结果之差应小于 20kg/m^3，否则应重新取样进行试验。

(三) *石子的表观密度试验(广口瓶法)*

1、主要仪器：天平(称量 5kg，感量 1g)。广口瓶(1000mL，磨口，并带玻璃片)。试验筛(孔径为 5mm)、烘箱、毛巾、刷子等。

2、试验步骤

(1) 将石子试样筛去 5mm 以下颗粒，用四分法缩分至不少于 2kg，然后洗净后分成两份备用。

(2) 取石子试样一份，浸水饱和后装入广口瓶中，装试样时广口瓶应倾斜放置。注入饮用水，用玻璃片覆盖瓶口，以上下左右摇晃、排尽气泡。

(3) 气泡排尽后，再向瓶中注入饮用水至水面凸出瓶口边缘，然后用玻璃盖板沿瓶口紧贴水面迅速滑移并盖好，擦干瓶外水分，称出试样、水、瓶和玻璃盖板的总重量 G_1(g)。

(4) 将瓶中的试样倒入浅盘中，放在 105±5℃的烘箱中烘至恒重，取出后放在带盖的容器中冷却至室温，再称重 G_0(g)。

(5)将瓶洗净注入饮用水，用玻璃板贴紧瓶口滑行盖好，擦干瓶外水分后称重 G_2(g)。

3、结果计算

按表观密度ρ $_0$(精确至 10kg/m^3)：$\rho_0 = \frac{G_0}{G_0 + G_2 - G_1} \times \rho_w \qquad (kg/m^3)$

以两次试验结果的算术平均值作为测定值，两次结果之差应小于 20kg/m^3，否则应重新取样进行试验。

(四) *石子堆积密度与空隙率试验*

1、主要仪器设备：台秤(称量 50kg，感量 50g)、烘箱、平口铁锹等；容量筒。容积为 10L(d_{max} ≤25mm)或 20L(d_{max} 为 31.5 或 40.0mm)或 30L(d_{max} 为 63.0 或 80.0mm)。

2、试验步骤

(1) 用四分法缩取石子试样，视不同最大粒径称取 40、80 或 120kg 试样摊在清洁的地面上风干或烘干，拌匀后备用。

(2) 取试样一份，用平口铁锹铲起石子试样，使之自由落入容量筒内。此时锹口距筒口的距离应为 50mm 左右。装满容重筒后除去高出筒口表面的颗粒，并以合适的颗粒填入凹陷

部分，使表面凸起部分和凹陷部分的体积大致相等，称出试样与容量筒的总重量 m2(kg)。

(3) 称出容量重量 m1(kg)。

(4) 容量筒容积校正。将容量筒装满 20±5℃的饮用水，称水与筒的总重量 $m_2^{'}$ (kg)，则容量筒容积：$V=\left(m_2^{'}-m_1\right)/\rho_w \qquad (L)$

3、结果计算与评定

堆积密度按下 $\rho_0^{'}$ 式计算(精确至 10kg/m^3)：$\rho_0^{'}=\dfrac{m_2-m_1}{V}\times 1000 \qquad (kg/m^3)$

取两次试验的算术平均值作为试验结果。按下式计算石子的空隙率 $P_0^{'}$ 按下式计算(精确至 1%)：$P_0^{'}=\left(1-\dfrac{\rho_0^{'}}{\rho_0\times 1000}\right)\times 100 \qquad (\%)$

思考题

1、砂的细度模数、级配、表观密度、孔隙率对混凝土配合比设计中有何影响？

2、石子的级配、表观密度、孔隙率等对混凝土配合比设计有何影响？

3、砂、石表观密度的测试原理如何，影响测试结果的主要因素有哪些？

参考文献

1、秦鸿根编，建筑材料试验指导书，东南大学材料科学与工程学院内部教材[Z]，2003.10；

2、伍洪标主编　无机非金属材料试验[M]，北京：化学工业出版社，2002.6；

3、国家质量监督检验检疫总局 GB/T14684-2001 建筑用砂[S]，北京：中国标准出版社，2002

4、国家质量监督检验检疫总局 GB/T14685-2001 建筑用卵石、碎石[S]，北京：中国标准出版社，2002

5、中华人民共和国交通部 JTG E42-2005 公路工程集料试验规程[S]，北京：人民交通出版社，2005

实验十五　气硬性胶凝材料－石膏性能试验

一、概述

胶凝材料是在物理、化学作用下，能从将体变成坚固的石状体，并能胶结其他物料，制成有一定机械强度的复合固体的物质。和水成浆后能在空气中硬化、但不能在水中硬化的胶凝材料称为气硬性胶凝材料(非水硬性胶凝材料)。石灰、石膏、菱苦土是建筑材料工业常用的一种气硬性胶凝材料。这些材料在煅烧的过程中，由于多种因素造成温度不均匀，使这些材料的活性降低，质量下降，通过一系列的性能测试，可以确定其质量的等级。

石膏产品，一般以二水硫酸钙($CaSO_4 \cdot 2H_2O$)的质量百分含量表示其品位。建筑石膏试验，试验室温度为 15～25℃，相对湿度为 55～75％。石膏试样、拌和水及试模等仪器的温度均应与室温相同。

二、石膏细度测定

建筑石膏的细度影响其溶解速度、溶液的过饱和度以及高度过饱和状态的存在时间，从而使水化产物的结晶条件改变，影响制品强度。

石膏的细度是以试样经 0.2mm 方孔筛筛余百分数计，GB9776－1988 规定，筛余百分数不大于 5.0％(优等品)或 10.0％(一等品)或 15.0％(合格品)。

(一) 主要仪器设备

1、标准筛：筛孔为方形，孔的边长为 2.0mm 和 0.2mm 两种，筛底有接收盘，顶部有筛盖盖严。

2、天平：准确度±0.1g。

3、电热鼓风干燥箱：最高温度 200℃；干燥器等。

(二) 试验步骤

1、从密封容器内取出 200g 试样，使其通过 2.0mm 的方孔筛，记录筛余物及其百分含量。将过筛后的试样充分拌匀，在 40±4℃下恒重(烘干时间相隔 1h 的二次称重差不超过 0.2g 即为恒重)，并在干燥器中冷却至室温。

2、称取烘干试样 50±0.1g，用 0.2mm 筛筛分。筛时一手拿住筛子，略微倾斜地摆动筛子，使其撞击另一只手，撞击速度为 125 次/min，摆动幅度为 20cm，每摆动 25 次转动 90°，继续摆动。筛分将结束时，去掉筛底，在纸上按上述方法筛分，至每分钟通过不超过 0.1g 时，即为筛分完成。

3、称量筛余物，精确至 0.1g。以其克数乘以 2 即为筛余百分数，计算至 0.1％。

筛余连续进行两次，两次试验结果的差值小于 1％，则以平均值作为试样细度，否则应再测定。至两次测定值之差小于 1％，再取其平均值。

三、石膏标准稠度的测定

拌制石膏料浆时的加水量与料浆的流动性、硬化后石膏制品的强度有密切关系。料浆的流动性可用稠度表示。本试验以料浆自由扩散范围大小衡量料浆的流动性(稠度)。

(一)主要仪器设备

稠度仪：由内径为φ 50±0.1mm，高为 100±0.1mm 的铜质或不锈钢的筒体垂直地放在玻璃板上，筒体的中心应与玻璃板下一组同心圆的中心重合。

(二)试验步骤

1、将合计为标准稠度用水量的水倒入搅拌锅中。

2、称取预先通过 2mm 方孔筛的石膏试样 300±1g，将其在 5s 内均匀地撒入水中，接着用拌和棒搅拌 30s，得到均匀的石膏浆，迅速注入稠度仪筒体，用刮刀将多余的料浆刮去，使其与筒体上表面相平。

3、从试样与水接触时起，至总时间为 50s 时，以 15cm/s 左右的速度将稠度筒垂直提起，并迅速移离试饼上方。测定试饼垂直方向上的两个直径值，并以其平均值作为该试饼直径。

4、料浆扩展直径等于 180±5mm 时的加水量与试样的重量比(以百分数表示，精确至 1%)，即为试样的标准稠度用水量。测试数据需复验一遍。

5、如果试验中，在水量递增或递减的情况下，所测试饼直径多次出现忽大忽小的现象，表明该批试样性能不稳定，应将试样在试验室条件下铺成 1cm 以下的薄层，放置 3d 以上再测定。

四、石膏凝结时间测定

建筑石膏凝结较快，按国家标准规定其初凝应不早于 6min，终凝应不迟于 30min。

(一)主要仪器设备

凝结时间测定仪等。

(二)试验步骤

1、先检查仪器金属杆是否能自由滑动，随后将圆模放在玻璃板上，调整仪器使试针接触玻璃时，指针对准标尺零点。

2、按试样标准稠度用水量量取水。

3、称取通过 2mm 方孔筛的试样 200±1g，在 5s 内径均匀地撒入水中，接着搅拌 30s。

4、将搅拌均匀的料浆倒入放置于玻璃上的圆模中。圆模须预先擦干净并涂上矿物油。

5、将玻璃板的一边抬高约 10mm，上下振动五次以排除料浆中的空气。然后用刮刀将多余的料浆刮去。把装满料浆的圆模连同玻璃底板迅速移至仪器的针下，使针尖与料浆的表面相接触，针尖离圆模的边应大于 10mm。拧紧螺丝，然后突然放松，试针自由插入料浆中，针和杆的升落每隔 30s 重复一次，每次都应改变插入点。试针应擦净、校直。

6、记录凝结时间：从试样与水接触时起，至试针第一次碰不到玻璃底板时所经过的时间，为试样的初凝时间。从试样与水接触时起，至试针插入料浆的深度不大于 1mm 时所经过的时间，为试样的终凝时间。

应分别取两次测定结果的算术平均值，作为试样的初凝和终凝时间。

五、石膏强度测定

石膏的抗折强度、抗压强度是划分石膏等级的主要质量指标，也关系到石膏的应用。石膏在水化硬化过程中体积稍有膨胀，因而在实际应用中，可以使用石膏净浆。本试验即采用净浆成型试件。

(一) 主要仪器设备

1、试模：同《水泥胶砂强度检验方法》中的水泥胶砂试模，如图 C＝40mm，A＝160mm。

2、抗折试验机：采用 GB3350.3 中的电动抗折试验机。

3、抗压试验机：抗压试验机最大荷载 50～100KN 为宜，误差不超

4、石膏料浆搅拌机或搅拌锅、拌和铲、刮平刀、天平、干燥箱、

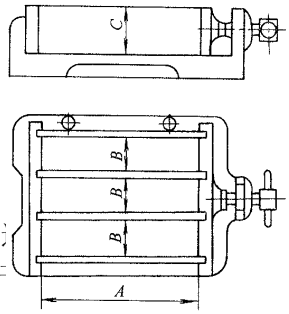


图 15-1 水泥胶砂试模

(二) 试验步骤

1、按试样的标准稠度用水量量水，随即倒入搅拌锅中。

2、称取通过 2mm 方孔筛的试样 1000±1g。将称好的试样在 30s 内均匀地撒入搅拌锅中，静置 1min，用拌和棒在 30s 内搅拌 30 次后，再以 3 转/分搅拌至稠化。

3、用料勺将料浆灌入涂有矿物油的试模内。料浆充满试模后，将模子的一端用手抬起约 10mm，然后使其突然落下。如此反复振动五次，以排除料浆中的气泡。当从溢出的料浆中看出已经初凝时，用刮平刀刮去溢浆，但不必抹光表面，待 1.5h 编号并拆模。至石膏与水接触开始达 2h 时，进行强度测定。

4、测定抗折强度，将试件放在抗折试验机的轴辊上，试件的成型面应侧面，试件各边与各轴辊垂直，并使轴辊与二个下轴辊完全保持等距。开动机器，使试件在加荷开始后 20～40s 内破坏，记录三个试件的抗折强度 ff(MPa)，并计算其平均值，此平均值即为试样的抗折强度。当三个强度值中有一个超过平均值±10％的，应剔除后再平均作为抗折强度试验结果。

5、测定抗压强度，用做完抗折试验后所得的六个半截试件进行抗压强度测定。将试件放在抗压夹具内，试件的成型表面应与受压面相垂直，受压面积应为 40×62.5mm。将抗压夹具连同试件置于抗压试验机上下台板之间，试验机的下台板球轴应通过受压面中心。开动机器，使试件在加荷开始 20～40s 内破坏，记录每个试件的破坏荷重 P(N)，按下式计算抗压强度 fc。

$$f_c = \frac{P}{A} = \frac{P}{2500}$$

式中：f_c——抗压强度(MPa)；P——破坏荷重(N)；

A——受压面积即 40×62.5mm。

计算六个试件抗压强度平均值，此平均值即为试样的抗压强度。如果在六个强度值中有某个值超过平均值±10％的。应将此值舍去，以其余的值计算平均值。如果有两个以上的值超过平均值±10％时，应重做试验。

六、结果评定

按照 GB9776－1988 标准规定，根据试样的细度、凝结时间和强度测定结果按表 3-1 评定建筑石膏的等级。

表 15-1　建筑石膏的质量等级指标

等级	优等品	一等品	合格品
抗折强度(不小于，MPa)	2.5	2.1	1.8
抗压强度(不小于，MPa)	4.9	3.9	2.9
细度(0.2mm 筛余不大于％)	5.0	10.0	15.0

注：初凝时间不小于 6min，终凝时间不大于 30min。

思考题

1、建筑石膏的主要成分是什么，对于气硬性胶凝材料，成型养护的条件有哪些要求？

2、影响石膏强度测试结果的主要因素有哪些？

参考文献

1、秦鸿根编，建筑材料试验指导书，东南大学材料科学与工程学院内部教材[Z]，2003.10；

2、伍洪标主编　无机非金属材料试验[M]，北京：化学工业出版社，2002.6；

实验十六　石油沥青试验

一、概述

沥青在不同的稳定条件下，其流变性能具有极大的差异，在低温条件下，呈现出弹性行为，而在高温条件下，呈现出粘性行为，所以说，沥青材料是属于感温性很强的材料。由于沥青材料的粘弹性，它的任何性质都是时间和稳定的函数。

针入度指数(Penetration Index，简称 PI)用以描述沥青感温性指标，宜在 15℃、25℃和 30℃等 3 个或 3 个以上(必要时可增加 10℃、20℃)温度条件下测定针入度后按规定方法得到，若 30℃的针入度过大，可采用 5℃代替。当量软化点 T_{800} 是相当于沥青针入度为 800 时的温度，用以评价沥青的高温稳定性；当量脆点 $T_{1.2}$ 是相当于沥青针入度为 1.2 时的温度，用以评价沥青的低温抗裂性。

沥青的软化点是沥青高温性能的重要指标，一般认为软化点越高，沥青的耐高温性能越强。高温条件下，沥青的性能将由弹性体向塑性体转化，其抗变形能量急剧降低。沥青混合料的高温稳定性，实际上就是抵抗反复车辆反复压缩变形和侧向流动的能力，它取决于矿料骨架和沥青结合料，在通常情况下，矿料级配的贡献率占到 60％，沥青结合料则提供 40％的抗车辙能力，因此沥青材料的高温性能极大的影响着沥青材料的选择和应用。

沥青是多种碳水化合物的混合物，是无定形物质，没有明确的融点，随着测试温度的升高，沥青逐渐软化。软化点只是表示在特定的条件下，沥青软硬程度的一个条件温度。软化点与针入度一样，常常为控制制造工艺、检验产品质量、评定沥青性质及选择使用条件所应用。对同一种原油和炼制工艺来说，沥青硬、针入度小的软化点就高，控制住软化点则针入度的变化也不会太大。

在不同温度下，沥青的延度可反映沥青材料的感温性，由于其低温延度与低温开裂性关系密切，比较不同温度下延度试验中试样断裂时的性状，可以定性的判断沥青由粘性转化为脆性的温度，对于理解沥青的粘弹性能是十分有价值的。在我国，由于沥青的蜡含量偏高，导致延度偏小的较多，所以延度的指标显得尤为重要。延度的测定，是在规定的温度(5℃、10℃、15℃、25℃等)和规定的加荷速度(50±2.5mm/min) (低温时 10±0.5mm/min)条件下，拉伸标准试件的两端直至断裂的长度。

本试验依据 GB/T4507～4508－1999 和 GB/T4509－1998 或 JTJ 052-2000 标准，测定石油沥青的针入度、软化点及延度等主要技术性质，以评定其牌号与类别。

二、取样方法

同一批出厂，并且类别、牌号相同的沥青，从桶(或袋、箱)中取样，应在样品表面以下及距容器内壁至少 5cm 处采取。当沥青为可敲碎的块体，则用干净的工具将其打碎后取样；当沥青为半固体，则用干净的工具切割取样。取样数量粘稠或固体沥青不少于 1.5kg，液体沥青不少于 1L，沥青乳液不少于 4L。

三、针入度测定

标准针入度的温度为 25℃,荷重 100g，贯入时间 5s，以 0.1mm 计。

(一) 主要仪器设备

针入度计(附标准针)；恒温水浴(控温的准确度达 0.1℃)、试样皿、温度计(0.1℃)、秒表(0.1s)、溶剂(三氯乙烯或甲苯或松节油)、电炉、石棉网等。

(二) 试验步骤

1、试样制备。将沥青加热至 120～180℃(石油沥青不超过软化点以上 110℃，煤焦油沥

青不超过 55℃)温度下脱水(石油沥青加热时间不超过 2h，煤焦油沥青加热时间不超过 30min，用筛过滤，注入盛样皿内，注入深度应比预计针入度大 10mm，置于 15～30℃的空气中冷却 1～2h，冷却时应防止灰尘落入。然后将盛样皿移入规定温度±0.1℃的恒温水浴中，恒温 1～2h。浴中水面应高出试样表面 25mm 以上。

2、从恒温水浴中取出试样皿，放入水温为 25±0.1℃的平底保温皿中，试样表面以上的水层高度应不小于 10mm。将平底保温皿置于针入度计的平台上。

3、慢慢放下针连杆，使针尖刚好与试样表面接触时固定，置零，然后用手紧压按钮，同时启动秒表，使标准针自由下落穿入沥青试样，经 5s 后，停压按钮，使指针停止下沉，读出试样的针入度。

4、同一试样重复测定至少 3 次，每次测定前都应检查并调节保温皿内水温使保持在 25±0.1℃，每次测定后都应将标准针取下，用浸有溶剂(三氯乙烯、甲苯或松节油等)的布或棉花擦净，再用干布或棉花擦干。各测点之间及测点与试样皿内壁的距离不应小于 10mm。

(三) 结果评定

取 3 次针入度测定值的平均值作为该试样的针入度(1/10mm)，结果取整数值，3 次针入度测定值相差不应大于表 5 中数值。

表 16-1　石油沥青针入度测定值的最大允许差值

针入度	0～49	50～149	150～249	250～350
最大差值(1/10mm)	2	4	6/12(JTJ 052-2000)	8/20(JTJ 052-2000)

一般认为，针入度指标大于 50 较好，当小于 45 时，容易导致沥青的开裂，但是在热拌和过程中，沥青的针入度较低较多，在使用的最初两年内也损失较多。

将在不同温度 T 下测定的针入度 P 绘在对数坐标上可得到一条直线，其公式为：LogP＝AT＋K

式中 T 为不同试验温度，相应温度下的针入度为 P，A 为针入度对温度的敏感性，K 为通过回归方程得到的常数，一般要求回归的相关系数不得小于 0.997。

其针入度指数 PI＝20(1-25A)/(1＋50A)；

PI 值的范围从约为-3 到约为＋7，表示沥青对温度极为敏感到温度敏感性很低。PI 值太低或太高都不好，一般要求道路沥青的针入度指数在-1.0～+1.0 范围内。

沥青的当量软化点 $T_{800}=\dfrac{\lg 800-K}{A}=\dfrac{2.9031-K}{A}$；

沥青的当量脆点 $T_{1.2}=\dfrac{\lg 1.2-K}{A}=\dfrac{0.0792-K}{A}$

四、延度测定

(一) 主要仪器设备

1、延度仪。由长方形水槽和传动装置组成，由丝杆带动滑板以每分钟 50±5mm 的速度拉伸试样，滑板上的指针在标尺上显示移动距离；“8”字模。由两个端模和两个侧模组成。

2、甘油滑石粉隔离剂(甘油和滑石粉的质量比为 2:1)，其它仪器同针入度试验。

(二) 试验步骤

1、制备试样。将隔离剂均匀地涂于金属(或玻璃)底板和两侧模的内侧面(端模勿涂)，将模具组装在底板上。将加热熔化并脱水的沥青经过滤后，以细流状缓慢自试模一端至另一端注入，经往返几次而注满，并略高出试模。然后在 15～30℃环境中冷却 30min 后，放入 15±0.1℃的水浴中，保持 30min 再取出，用热刀将高出模具的沥青刮去，试样表面应平整光滑，最后移入 25±0.1℃的水浴中恒温 1～1.5h。

2、检查延度仪滑板移动速度是否符合要求，调节水槽中水位(水面高于试样表面不小于25mm)及水温(25±0.1℃)。

3、从恒温水浴中取出试件，去掉底板与侧模，将其两端模孔分别套在水槽内滑板及横端板的金属小柱上，再检查水温，并保持在 25±0.5℃。

4、将滑板指针对零，开动延度仪，观察沥青拉伸情况。试验过程中，应注意保持试验温度，仪器和水面均不得有晃动。测定时，若发现沥青细丝浮于水面或沉入槽底时，则应分别向水中加乙醇或食盐水，以调整水的密度与试样密度相近为止，重新试验。

5、当试件拉断时，立即读出指针所指标尺上的读数，即为试样的延度，以 cm 表示。

(三) 试验结果

取平行测定的 3 个试件延度的平均值作为该试样的延度值。若 3 个试验结果均大于100cm，则记为>100cm。

GB/T4508-1999 规定：3 个测定值与其平均值之差不都在其平均值的 5％以内，但其中两个较高值在平均值 5％以内，则弃去最低值，取 2 个较高值的算术平均值作为测定结果，否则重新测定。

JTJ 052-2000 中规定，若 3 个测定值中，有一个小于 100cm，而最大值或最小值与平均值之差小于 20％，则取 3 个试验结果的平均值的整数作为试验结果，若平均值大于 100cm，则记为>100cm。若最大值或最小值与平均值之差大于 20％，试验应重新进行。

五、软化点测定

在加热介质中以一定速度加热，在每个沥青试件上置有一 3.50g 的钢球，当两个放在沥青上的钢球下落到 25mm 时的温度的平均值，即为软化点。

(一) 主要仪器设备

1、软化点测定仪(环与球法)，包括 800~1000mL 烧杯、测定架、试样环、钢球、温度计(0.5℃) 、电炉或其他可调温的加热器、金属板或玻璃板、筛等。

2、甘油滑石粉隔离剂(甘油和滑石粉的质量比为 2:1)等。

(二)试验步骤

1、试样制备。将试样环置于涂有隔离剂的金属板或玻璃板上，将已加热熔化、脱水且过滤后的沥青试样注入试样环内至略高出环面为止。(若估计软化点在 120℃以上时，应将试样环与金属板预热至 80～100℃)。将试样在低于软化点 10℃以上的空气中冷却 30min 后，用热刀刮去高出环面的沥青，使与环面齐平。

2、烧杯内注入新煮沸并冷却至约 5℃的蒸馏水(估计软化点不高于 80℃的试样)或注入预热至 32℃的甘油(估计软化点高于 80℃的试样)，使液面略低于连接杆上的深度标记。

3、将装有试样的金属环置于环架上层板的圆孔中，放上套环，把整个环架放入烧杯内，调整液面至深度标记，环架上任何部分均不得有气泡。将温度计由上层板中心孔垂直插入，使水银球与铜环下面齐平，恒温 15min。水温保持 5±0.5℃(甘油温度保持 32±1℃)。

4、将烧杯移至放有石棉网的电炉上，然后将钢球放在试样上(须使环的平面在全部加热时间内完全处于水平状态)，立即加热，使烧杯内水或甘油温度在 3min 后保持每分钟上升 5±0.5℃，否则重做。

5、观察试样受热软化情况，当其软化下坠至与环架下层板面接触(即 25.4mm)时，记下此时的温度，即为试样的软化点，当软化点<80℃，精确至 0.5℃；当软化点>80℃，精确至 1℃。

所有石油沥青试样的准备和测试必须在 6h 内完成，煤焦油沥青必须在 4.5h 内完成。

(三) 试验结果

取平行测定的两个试样软化点的算术平均值作为测定结果。当软化点<80℃，时，允许误差为 1℃；当软化点 80～100℃时，允许误差为 2℃，当软化点>100℃时，允许误差为 3℃。

道路沥青大多在 40～60℃之间，它与制造工艺密切相关。当沥青处于软化点温度时，其针入度大多变化在 600～1000 范围内，大部分接近于 800，但多蜡沥青(W 型)的软化点一般偏高。

六、试验结果评定

1、石油沥青按针入度来划分其牌号，而每个牌号还应保证相应的延度和软化点。若后者某个指标不满足要求，应予以注明。

2、石油沥青按其牌号，可分为道路石油沥青、建筑石油沥青、防水防潮石油沥青和普通石油沥青。由上述试验结果按照标准规定的各技术要求的指标确定该石油沥青的牌号与类别。

七、分析和讨论

针入度试验的精度对针入度指数 PI 值有着极大的影响，由于试验温度的不同，计算的 PI 值也会不同。同样的样品，在不同的单位进行测量，得到的针入度结果差别也会很大，有时试验的极差甚至能超过一个针入度等级(20)。影响针入度试验的因素很多，如制模时混入气泡，试样的保温时间不够，试验温度的控制不准确，标准针的形状不标准，试验人员的观察力不同等均会引起针入度的误差。

软化点的测定与试样的预处理方法、时间、水浴的搅拌与否、加热速度、测温方法、升温速度等均密切相关。有研究表明，当升温速度分别 4.5℃/min 和 5.5℃/min 时，其软化点可相差 1.6℃，即使在 5℃/min 的升温速度下，试样内部的温度也要比水温低 2℃左右。沥青中蜡含量会也很大的影响沥青的性能，一般沥青的软化点一般在 40～55℃之间，而沥青中的蜡融点在 30～100℃之间，故蜡会吸收部分溶解热，从而使试样的升温速率滞后于水温的升高。当蜡含量太高时，试样不是通过软化了的沥青中间而下垂，而是试样与钢球同时沿环壁下滑。

对于给定的沥青试样，当软化点略高于 80 ℃时，水浴中测定的软化点略低于甘油浴中测定的软化点。将甘油浴转化为水浴软化点时，石油沥青的校正值为-4.5，煤焦油沥青的校正值为-2.0,但此校正值只能粗略的估计，欲得到准确的校正值，应在相应的介质中重新试验。

思考题

1、试验温度对沥青三大指标有何影响？

2、延度测定时如何保证沥青细丝平行于水面而不产生弯曲？

参考文献

1、秦鸿根编，建筑材料试验指导书，东南大学材料科学与工程学院内部教材[Z]，2003.10；

2、沈金安主编，沥青和沥青混合料路用性能[M]，北京：人民交通出版社，2003.5

3、中华人民共和国交通部，JTJ052-2000 公路工程沥青及沥青混合料试验规程[S]，2000.10

4、国家质量技术监督局，GB/T 4507-1999 沥青软化点测定法 (环球法)[S]，北京：中国标准出版社，2000.6

5、国家质量技术监督局，GB/T 4508-1999 沥青延度测定法[S]，北京：中国标准出版社，2000.6

6、国家质量技术监督局，GB/T 4509-1998 沥青针入度测定法[S]，北京：中国标准出版社，1999

试验数据记录表

沥青种类：_____　　试验日期：　　年　　月　　日　　时

产地：_____　　环境温度、湿度：T　　℃，RH　　%

一、针入度测定

编号	水温(℃)	针入度单个值(度)			平均值(度)	备注
		1	2	3		

二、延度测定

试编号	液体		延度单个值(cm)			平均值(cm)	备注
	种类	温度(℃)	1	2	3		

三、软化点测定

液体种类	温度情况(℃)														软化点(℃)		
	初始	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	1	2	平均

实验十七　粘土阳离子交换容量的测定

一、实验目的

掌握测定粘土阳离子交换容量的方法，熟悉鉴定粘土矿物组成的一种方法。

二、实验原理

分散在水溶液中的粘土胶粒带有电荷，不仅可以吸附反电荷离子，而且可以在不破坏粘土本身结构的情况下，同溶液中的其它离子进行交换。粘土进行离子交换的能力(即交换容量，以“毫克当量/每 100 克干粘土”表示)，随着矿物的不同而异，所以，测得离子交换容量，可以作为鉴定粘土矿物组成的辅助方法。测定离子交换容量的方法很多，如 EDTA-铵盐快速法、草酸铵-氯化铵法、钡粘土法等，本实验采用钡粘土法。首先，以 $BaCl_2$ 溶液冲洗粘土，使粘土变成钡－土，再用已知浓度的稀 H_2SO_4 置换出被粘土吸附的 Ba^{2+}，生成 $BaSO_4$ 沉淀，最后用已知浓度的 NaOH 溶液滴定过剩的稀硫酸，以 NaOH 消耗量计算粘土的交换容量。

常用矿物的离子交换能力如表 17-1 所示。

表 17-1　常用层状结构硅酸盐矿物的离子交换能力

矿物	高岭石	蒙脱石	伊利石
阳离子交换量毫克当量/100 克	3～15	80～150	10～40

三、试剂与仪器

1．粘土矿试样	2．$BaCl_2$ 溶液(1N)
3．H_2SO_4 溶液(0.05N)	4．NaOH 溶液(0.05N)
5．酚酞溶液	6．离心试管
7．离心分离机	8．滴定管
9．锥形瓶	10．烧杯
11．分析天平	12．移液管

四、实验步骤

1、准确称取粘土矿物试样(0.5～0.3 克)三份(作三个平行试验，分别置于已知重量的干燥离心试管中，加 10ml$BaCl_2$ 溶液充分搅动约 1 分钟)，然后离心分离，并吸出上面澄清液，如此，重复操作两次。加蒸馏水洗涤二次。

2、小心地吸净上层清液，然后将离心管与湿土样在分析天平中称量，算出湿度校正项。

3、在称量后之土样中准确地加入 14ml(分两次加)H_2SO_4 充分搅拌，放置数分钟，然后离心。

4、离心后将上层酸液合并吸入一干烧杯中，用移液管准确吸出 10ml 置于锥形瓶中，滴加酚酞指示剂三滴，用 NaOH 溶液进行滴定，滴定至摇动 30 分钟红色不退为止。记下 NaOH 溶液的用量。

5、吸取 10ml 未经交换的 H_2SO_4 溶液，用相同的 NaOH 溶液进行滴定，记下所消耗的 NaOH 溶液的 ml 数。

五、实验结果与处理

计算粘土的交换容量，判断属于哪类粘土。

计算公式：

$$W=\left[\frac{14\times N\times V_1-(14+L)\times N\times V_2}{10\times m}\right]\times 100$$

式中：W——粘土的交换容量(毫克当量/100 克)

N——NaOH 当量浓度

V_1——滴定 10ml 未经交换的 H_2SO_4 所需的 NaOH 毫升数

V_2——滴定 10ml 交换后的 H_2SO_4 所需的 NaOH 毫升数

m——土样重量(克)

L——湿度校正项($L=g_1-g_2$)

g_1——湿土加离心管重(克)

g_2——干土加离心管重(克)

六、实验思考题

1、粘土产生阳离子交换的原因是什么？

2、在实验中为什么要进行湿度校正？

3、制成 Ba^{-}土后用水洗涤过多的 $BaCl_2$，试问冲洗次数是否受限制？

4、H^{+}为阳离子交换序首位，为什么不直接用 H_2SO_4，制成 H－土？

实验十八　粘土－－水系统的双电层实验

一、概述

在硅酸盐工业中，经常遇到泥浆、泥料系统，泥浆与泥料均属于粘土－水系统。它是一种多相分散物质，其中泥土为分散相，水为分散介质。粘土属于层状结构的硅酸盐矿物，粘土加水后，由于劈裂成微小薄片，其厚度尺寸符合胶体粒子范围(1～0.1μm)。由于粘土颗粒表面带有电荷，在适量电解质作用下，泥浆具有胶体溶液的稳定特性。若泥浆中分散相粒度分布范围很宽，此时料浆则更接近于溶胶悬浮液——粗分散体系之间的一种特殊状态，构成了粘土－水系统胶体化学作用的复杂性。

固体颗粒表面由于摩擦、吸附、电离、同晶取代、表面断键、表面质点位移等原因而带电，带电的多少与发生在固体颗粒和周围介质接触面上的界面行为、颗粒的分散与团聚等性质密切相关。ζ电位的大小与固体表面带电机理、带电量的多少密切相关，直接影响固体微粒的分散特性、胶体物系的稳定性，对于泥浆的陶瓷工艺性质具有重要的意义。如对于陶瓷泥浆系统而言，ζ电位高时，泥浆的稳定性好，流动性和成型性能也好。曾经有人 (瓦雷尔)指出，一个稳定的陶瓷泥浆悬浮液，粘土胶粒的ζ电位必在 50μV 以上。

实验目的

1、了解固体颗粒表面带电的原因，表面电位的大小与颗粒分散特性、胶体物系稳定性之间的关系；

2、了解粘土粒子的荷电性，观察粘土胶粒的电泳现象，用宏观电泳仪测定粘土胶体的电泳速度并计算粘土－水系统的ζ 电位。

3、了解不同种类及数量的电解质对ζ 电位的影响。

二、实验原理

带电的固体颗粒分散于液相介质中时，在固液界面上会出现扩散双电层，有可能形成胶体物系，根据扩散双电层理论，胶团结构由中心的胶核与外围的吸附层和扩散层构成。胶核表面与分散介质液相间(即本体溶液)的电位差为热力学电位 E，是指固液间的电位差。而胶粒表面的吸附层表面与分散介质之间的电位差即为ζ 电位(或动电电位)。必须明确，热力学电位 E 与ζ电位是不同的，显然$|E|>|\zeta|$，如图 18-1 所示。

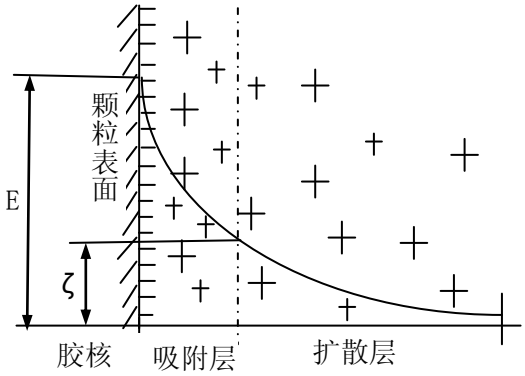


图 18-1 热力学电位 E 与ζ 电位和胶团示意

由于粘土晶格内离子的同晶置换，以及粘土表面有机质的离解等原因，高度分散的粘土粒子，一般都带有负电荷，但在某些特殊的条件下，粘土粒子也可能带正电荷。粘土粒子(胶核)对水化阳离子的吸附，随粘土粒子与阳离子之间的距离的增大而减弱。在外电场作用下，粘土粒子与一部分吸附牢固的水化阳离子(吸附层)一起移动(胶核加厚度为δ 的带相反离子的吸附层构成胶粒)。而另一部分水化阳离子，在外电场的作用下，向相反方向移动，这部分构成扩散层(胶粒加扩散层构成胶团)。吸附层和扩散层各带相反的电荷，相对移动的两者之间存在电位差，即为ζ 电位。

由双电层模型推知，电介质对ζ 电位有明显影响，当电介质浓度增大时，扩散双电层受到压缩(扩散层厚度 d 被压缩 d'，吸附层从δ 变到δ ')，于是ζ 电位亦随之下降；当扩散层的

厚度逐渐压缩至吸附层厚度时，ζ 电位也就不存在了。如在粘土料浆中加入适当浓度的电解质 Na_2CO_3、Na_2SiO_3 等，可是ζ 电位达到最高值，但若继续增加电解质，由于吸附层内阳离子增多，扩散层变薄，ζ 电位降低，此时胶粒间的斥力减小，泥浆失去稳定性，从而引起聚沉。

此外，电介质的离子电价和水化能力对ζ 电位也有影响，如对同一种粘土来说，当加入电解质浓度一定时，各种阳离子对ζ 电位的影响符合霍夫曼斯特次序，即电价愈低，水化离子半径越大的阳离子，愈能使扩散双电层加厚，ζ 电位增大。

电泳是胶体系在直流电场的作用下带电胶粒在分散介质中作定向移动的现象。按照 Gouy-Chapman 提出并由 Steinv 发展的扩散双电层模型，胶体分散相的电泳现象是由于胶粒与液相接触时，在胶粒周围形成了连续扩散双电层，并在扩散双电层的滑动面上到均匀液相介质具有ζ 电位。

根据带电胶粒移动的方向，可以判断胶粒带电的正负，根据电泳速度的快慢，可以计算胶体物系的ζ 电位的大小。进而通过调整电解质的种类及含量，就可以改变ζ 电位的大小，从而达到控制工艺过程的目的。

根据赫姆霍茨方程，ζ 电位的数值与电泳速度有下列关系：

$$\zeta = 300^2 \times \frac{4\pi\eta v}{\varepsilon E}$$

式中：300^2 为绝对单位与伏特的换算系数；v 为电泳速度,μm/s；ε 为分散介质的介电常数，$\varepsilon_{20℃水}$＝81；η 为分散介质的粘度，以 Pa．s(或泊，1 泊＝0.1Pa．s)表示，与测定时温度有关，如 $\eta_{20℃水}$＝0.0105，$\eta_{25℃水}$＝0.00894；E 为电位梯度，即单位长度内的电压，等于电极两端电压 U(V)除以电泳池的长度 L(cm)或铂电极之间的距离 L，即 $E = \frac{U}{L}$。

令 $C = 300^2 \times \frac{4\pi\eta}{\varepsilon}$，为一与分散介质和温度有关的常数，具体数值见表 20-1,则 $\zeta = C\frac{v}{E}$，因此，依据电泳速度的大小和方向可以研究胶粒的电动电位和带电性质等情况。

表 18-1 不同温度下的 C 值(分散介质为水溶液)

温度 T/℃	C 值	温度 T/℃	C 值	温度 T/℃	C 值	温度 T/℃	C 值
0	22.99	12	16.42	24	13.09	36	10.70
1	22.34	13	16.20	25	12.85	37	10.54
2	21.70	14	16.05	26	12.62	38	10.39
3	21.11	15	15.70	27	12.40	39	10.24
4	20.54	16	15.36	28	12.18	40	10.09
5	20.00	17	15.04	29	11.88	41	9.93
6	19.49	18	14.72	30	11.78	42	9.82
7	18.98	19	14.42	31	11.48	43	9.68
8	18.50	20	14.13	32	11.40	44	9.55
9	18.05	21	13.86	33	11.22	45	9.43
10	17.61	22	13.56	34	11.04	46	9.31
11	16.79	23	13.33	35	10.87	47	9.19

通过测量胶粒泳动到一定距离所需要的时间，可以计算出电泳速率 v。测定胶体电泳速度的方法大致可分为两种，一为宏观的胶体界面移动法，该法通过肉眼观察胶体界面的移动，以测定电泳移动速度，目前以 U 形管界面移动电泳仪为代表。另一为微观的颗粒移动法，该法通过在显微镜下观察胶粒的移动，以测定电泳速度，此类电泳仪可分载玻片式与毛细管

两种。测定方法应根据实际情况适当选用。

三、主要仪器

U 形管界面移动电泳仪(或微电泳仪)，电导率仪，天平，玻璃杯，温度计，PH 试纸，氯化钠溶液(1*Mol/l*), NaOH 溶液(0.01*mol/l*)，蒸馏水等。

四、实验步骤

(一) 使用微电泳仪

对于微电泳仪，因为 U＝IR，I 为通过电泳池测量管的电流，电阻 $R=\frac{\rho L}{A}=\frac{L}{A\cdot\lambda_0}$，式中 A 为电池测量管截面积；$\lambda_0=1/\rho$ 为电导率，$\Omega^{-1}\cdot cm^{-1}$。所以 $E=\frac{U}{L}=\frac{i}{A\cdot\lambda_0}=\frac{I}{f\cdot\lambda_0\cdot A}$，令 B＝f．A 是取决于电泳池结构的仪器常数。

1、样品制备：称取一定量(0.2g)的粘土，研磨 5min 后放入 250ml 烧杯内，加入氯化钠溶液至 250ml，再加入 NaOH 溶液调节 PH 值为 8。

2、测量电导率 λ0 及胶体溶液的温度温度，求得 C 值

3、测量电泳速率：加入胶体溶液，应注意排除气泡；将电压调节至 200V 左右，测量某个胶粒的电泳速度；然后重新选择 5～6 个胶粒，测定电泳速度，计算平均值。

注：电泳速度的测量：如对于 DPW－1 型微电泳仪，测量时，先按复零开关置零，选择投影屏中心线附近的胶粒，按正向或反向开关使胶粒对准某条直线。按正计开关(此时右端电极为正极)，胶粒运动一个格子(100μm)后，按反计开关，使胶粒返回出发点，如此反复 5 次，则胶粒运动距离为 1000μm，记录所用时间，则可计算出电泳速度。

4、记录仪器常数 B 和电流值 I。

5、抽出胶体溶液，清洗电泳池，整理仪器设备。

(二) 使用 U 形管界面移动电泳仪:

1、称取 30g 的粘土放入烧杯中，加入 3 倍重量的蒸馏水，搅拌均匀，制备出泥浆。

2、在 U 形管内注入(4～5)ml 水，然后从注浆口将泥浆缓缓加入 U 形管，打开旋塞，使泥浆上升至一定刻度(如 7 左右)。操作中切勿使界面混浊。

3、插入铂电极，并测出两铂电极之间的距离 L。

4、接好线路，确定正负极，将稳压器接上电源，一分钟后再逐步升高电压到 120V～150V 之间。

5、打开活塞，并同时接下秒表，待泥浆液面上升到一定位置时，记录时间(如 2、4、6、8、10min)和相应的移动距离以及界面移动的方向(向正极移动或向负极移动)。

6、加入不同种类的电解质到胶体溶液中(U 形管的两端各加 1 滴或 2 滴)，经充分摇匀后，重复上述操作。或制备 Na_2CO_3 含量为 0、0.05%、0.10%、0.5%、1.0%、1.5%的水溶液 5 杯作为分散介质，观察电解质用量对ζ 电位的影响。

五、实验结果与处理

电泳速度：$v=\frac{S}{t}$；ζ 电位 (mv)：$\zeta=C\cdot v/E$

式中：S 为界面移动距离，μm 或 cm；t 为与 S 对应的移动时间，sec； E 为平均电位梯

度(V 或 mV)。

思考题

1、粘土胶团具有何种结构，ζ 电位的意义如何？
2、根据实验结果，判断粘土胶粒带何种电荷？它会带相反的电荷吗？为什么？
3、在胶体溶液中加入阳离子(或阴离子)时，ζ 电位如何变化？为什么？
4、分析你影响电泳速度、ζ 电位的因素有哪些？
5、绘出ζ 电位与电解质用量关系图，并讨论外加电解质浓度对ζ 电位的影响？

参考文献

1、伍洪标主编　无机非金属材料试验[M]，北京：化学工业出版社，2002.6；
2、王瑞生主编，无机非金属材料实验教程[M]，北京：冶金工业出版社，2004.5
3、硅酸盐物理化学实验指导书，东南大学材料科学与工程学院内部教材[Z],2000；

ζ 电位试验数据记录表

样品名称：_____　试验日期：____年____月____日____时

胶液温度：_____　环境温度、湿度：T____℃，RH____%

C 值：_____　设备名称、型号：_____

一、微电泳仪

仪器常数 B＝fA：_____

编号	距离 S /μm	时间/s	平均速度 v	胶液电导率 λ_0	电流值 I	电位梯度 E	电位/mv	胶粒电性

二、U 形管界面移动电泳仪

编号	距离 S /(cm)	时间/s	平均速度 v	电压 U/V	导电距离 L/cm	电位梯度 E	电位/mv	胶粒电性