

目 录

1 高温综合实验	5
1.1 实验目的	5
1.2 实验设备	5
1.3 实验内容及步骤	5
1.3.1 了解电阻丝炉的结构	5
1.3.2 电阻丝炉的设计	7
1.3.3 电阻炉的制作	10
1.3.4 温度的测量	12
1.3.5 铜液定氧	14
1.4 实验报告	16
1.5 作业	16
2 物相综合研究	17
2.1 实验的目的	17
2.2 实验设备及原理	17
2.2.1 金相显微镜结构和物相分析原理	17
2.2.2 岩相显微镜构造及物相分析原理	19
2.2.3 扫描电子显微镜	21
2.2.4 X射线衍射物相分析	21
2.3 实验内容及步骤	23
2.3.1 钢中非金属夹杂物的金相鉴定	23
2.3.2 炉渣和烧结矿的矿相分析	24
2.3.3 利用扫描电镜和能谱仪对钢中夹杂物和矿相进行分析及测定	26
2.4 实验报告要求	26
2.5 思考题及作业	27
3 铁矿石冶金性能综合实验	29
3.1 实验目的	29
3.2 实验内容	29
3.3 实验设备及操作	29
3.3.1 铁矿石 900℃间接还原性能 RI 检测实验	29
3.3.2 铁矿石 500℃低温还原粉化性能 RDI 检测实验	31
3.3.3 球团矿 900℃还原膨胀 RSI 性能检测实验	32
3.3.4 块矿热裂性能检测实验	32
3.3.5 铁矿石荷重还原软化温度测定实验	33
3.3.6 焦炭反应性及反应后强度	34
3.4 附：气体的制备与净化	35
3.5 铁矿石冶金性能实验报告要求	36
4 熔点粘度测定实验	37
4.1 实验目的	37

4.2	实验内容	37
4.2.1	炉渣熔化温度的测定	37
4.2.2	熔体粘度测定	39
4.3	设备与操作	41
4.4	实验报告要求	43
4.5	思考题	43
5	冶金过程水模拟	44
5.1	实验目的	44
5.2	实验基本原理	44
5.2.1	相似准数分析	45
5.2.2	实验参数确定	46
5.3	实验装置	46
5.4	实验方法	47
5.5	流场显示技术	48
5.6	中间包优化准则及实验方案	48
5.6.1	数据处理及优化准则	48
5.6.2	实验方案:	50
5.7	实验步骤	50
5.7.1	测量仪器准备	50
5.7.2	实验设备准备和数据采集	51
5.7.3	数据处理	51
5.8	实验报告要求	51
6	冶金过程数值模拟	52
6.1	实验目的	52
6.2	实验原理及设备	52
6.3	实验内容及步骤	53
6.4	实验报告	55
7	粉体综合性能实验	56
7.1	实验目的	56
7.2	实验内容	56
7.2.1	煤的可磨性指数测定方法(哈德格罗夫法)	56
7.2.2	煤粉的爆炸性测定	57
7.2.3	煤炭着火点的测定	58
7.2.4	粉体的粒度分析	59
7.2.5	粉体流动性指数及喷流性指数测定	60
7.3	实验报告	67
7.4	思考题	67
8	电化学综合实验	68
8.1	实验目的	68
8.2	实验原理和设备	68

8.3 实验步骤	69
8.4 实验报告	70
8.5 思考题	70
9 差热分析	71
9.1 实验目的	71
9.2 实验原理和设备	71
9.2.1 实验原理	71
9.2.2 实验设备	73
9.3 实验内容	73
9.4 实验步骤	74
9.5 实验报告	74
9.6 思考题	74
10 高炉气体力学电模拟试验	75
10.1 实验目的	75
10.2 实验原理及设备	75
10.3 实验步骤	77
10.4 实验报告要求	79
11 有色金属电解综合实验	80
11.1 实验目的	80
11.2 实验内容	80
11.2.1 铝电解实验	80
11.2.2 锌的电极电位测定	82
11.2.3 硫酸锌溶液电沉积	83
11.3 实验报告要求	86
12 X 射线衍射分析实验	87
12.1 实验目的	87
12.2 实验原理及设备	87
12.3 实验步骤	87
12.4 实验报告	88
12.5 思考题	89
13 炼钢工艺实验	90
13.1 实验目的	90
13.2 实验原理	90
13.3 实验装置和实验步骤	91
13.4 实验报告要求	92
13.5 实验中要注意的问题	92
13.6 思考题	93
14 扫描电镜物相分析	94

14.1 实验目的	94
14.2 扫描电镜的构造和工作原理	94
14.3 实验内容	94
14.4 实验步骤	94
14.5 实验报告要求	94

1 高温综合实验

【实验性质】 综合性实验 ； 学时： 4

1.1 实验目的

在冶金和冶金物理化学实验研究中，许多工作多是在高温条件下进行的，掌握获得高温的基本知识及其测量方法是十分重要的。另外，实验中有时也需要自己制作高温设备，因此，要求我们要有一定的动手能力。本实验综合了冶金、有色等学科的知识，实验目的如下：

- (1) 了解高温炉的结构、电热体、加热原理；
- (2) 了解热电偶的测温原理、测温方法、高温炉恒温带的测量；
- (3) 了解气体净化方法和原理、高温炉内气氛控制的方法；
- (4) 了解固体电解质定氧电池的工作原理；定氧探头的制作、铜液定氧的方法、定氧数据的处理计算；
- (6) 提高学生的动手能力、综合运用知识的能力。

1.2 实验设备

一般称获得高温的设备叫高温炉，现在试验使用高温炉的能源几乎多是电能。所以又称电炉，根据加热方式的不同，又分为电阻炉、电弧炉、电子束炉等等。其中用得比较多的是电阻炉。在电阻炉中又分为管式炉、坩埚炉、马弗炉等。而我们多用管式炉，它应满足我们的要求，足够高的温度，合适的温度分布，炉温容易控制和测量，炉体结构简单容易制作，炉膛容易密封和控制气氛的调整。有了高温炉，可以做定氧实验，测量铜液中氧的含量，分析铜样品质。在本实验中要用到如下设备：

- (1) SIC 电热体高温炉；
- (2) PtRh10-Pt 单铂铑热电偶，热电偶保护管，数字毫伏表；
- (3) 氩气脱水、脱除 CO₂ 用干燥瓶，氩气脱氧用管式炉；
- (4) 固体电解质锆管、Mo/MoO 粉、Mo 丝导线高温水泥、烘箱、坩埚、氧电势毫伏记录仪；

1.3 实验内容及步骤

1.3.1 了解电阻丝炉的结构

管式炉分立式和卧式，但结构基本一致。如图 1-1 所示

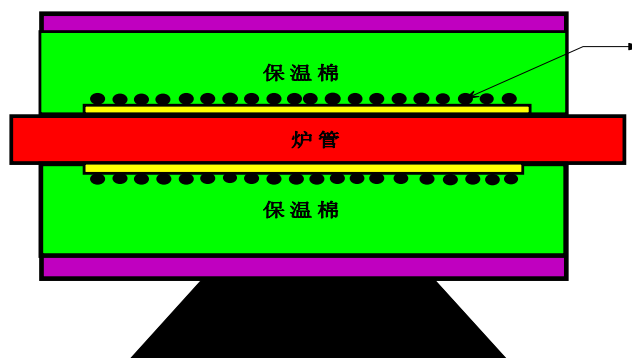


图 1-1 管式炉炉体结构

它主要由电热体和绝热材料两部分组成，电热体是用来将电能转换成热能，绝热材料起保温作用。使炉膛达到要求的温度并有合适的温度分布，此外，炉体还包括炉管、炉架、炉壳、接线柱等。炉管用于放置试料，炉壳内容纳绝缘材料，炉架支撑炉体，接线柱用接通电源和电热体连接。

电阻炉是一个将电能转换成热能的装置，当电流 I 流过电阻 R 的导体时，经过时间 t 便可产生热量 Q ：

$$Q=0.24I^2Rt \quad (\text{cal}) \quad (1-1)$$

可见通过控制 I 、 R 、 t 、即可达到控制发热体的目的。为此就要合理地选用电热体，另一方面，即使电热体能发出足够的热量，电炉能否达到足够高温，这很大程度上取决于电炉的散热情况。实际上，电炉的温度取决于炉子的供热和散热。因此炉子的保温能力非常重要，采用保温材料，减少热量损失是必要的措施。

电热体一般分为金属和非金属两大类。在金属电热体中常用的有铁铬铝合金和镍铬合金、铂-铑、钼、钨、钽电热体。非金属的有石墨电热体和碳化硅电热体。

(1) 铁铬铝合金电热体

目前国产的有三种牌号： Cr25Al5 、 Cr17Al5 、 Cr13Al4 ，其合金性能见表 1-1，他们适用于 $1000-1300^\circ\text{C}$ 的温度范围内。他们抗氧化、易加工、电阻大，电阻温度系数小，价格低廉。在高温下能生成 Cr_2O_3 的致密的氧化膜，阻止空气对合金的进一步氧化，但不宜再还原气氛中使用，还应尽量避免与碳、酸性介质、水玻璃、石棉及有色金属等接触，以免破坏保护膜。这种电热体的主要缺点是高温强度低，经高温后丝由于晶粒长大而变脆。

(2) 镍铬合金电热体

这类合金电热体适用于 1000°C 以下的温度，其型号为 Cr20Ni80 、 Cr15Ni60 ，其性能见表 1-1。此种材料易加工、有较高的电阻率和抗氧化性，在高温下能生成 Cr_2O_3 或 NiCr_4 氧化膜，但不宜再还原气氛中使用。 Ni-Cr 合金经高温使用后，只要没有过烧仍然很柔软。

表 1-1: Ni-Cr, Fe-Cr-Al 合金性能

合金种类	成份 wt % Cr	成份 wt % Al	成份 wt % Ni	成份 wt % Fe	比重	20℃电 阻系数 Ω/m	熔 点 $^\circ\text{C}$	电阻温度系 数 $1/^\circ\text{C}$	导热系 数 $\text{KJ}/\text{m}\cdot\text{h}$	热膨胀系 数 $1/^\circ\text{C}$	最高使 用温 度 $^\circ\text{C}$	常温 加工 性能
Cr25Al5	23-27	4.5-6.5		余量	7.1	1.45	1500	$(3-4)\cdot 10^{-5}$	60.25	$15\cdot 10^{-6}$	1200	裂纹
Cr17Al5	16-19	4-6		余量	7.2	1.3	1500	$6\cdot 10^{-5}$	60.25	$15.6\cdot 10^{-6}$	1000	裂纹
Cr13Al4	13-15	3.5-5.5		余量	7.4	1.26	1450	$15\cdot 10^{-5}$	60.25	$16.5\cdot 10^{-6}$	850	裂纹
Cr20Ni80	20-23		75-78	余量	8.4	1.11	1400	$8.5\cdot 10^{-5}$	60.25	$14\cdot 10^{-6}$	1100	良好
Cr15Ni60	15-18		55-61	余量	8.15	1.1	1390	$14\cdot 10^{-5}$	45.19	$13\cdot 10^{-6}$	1000	良好

(3) 耐火材料和保温材料

为了获得稳定的高温必须具备两个条件，一是要有电热体即热源，二是包围电热体以防热量向外散失的绝缘体。

耐火材料：在高温炉中，炉膛适用耐火材料作的，对耐火材料的要求是；耐火度高、结构致密、高温条件下强度好、无明显挥发、不与炉内工作气体发生反应。表 1-2 列出了实验室常用的耐火材料主要物理性能。刚玉管和碳化硅管是我们常用的。

保温材料：为了减少热损失和增加炉温的稳定性，常常在炉壳内填入保温材料，他们必须是具有导温系数小、气孔率大、具有一定的耐火度。按温度使用可分为④高温大于 1200°C ，⑤ $900-1000^\circ\text{C}$ ，⑥低于 900°C 三大类，有关材料见表 1-3。

高温保温材料常用的有轻质粘土砖（1150-1400℃），轻质硅砖不大于（1500℃），轻质高铝砖不大于（1350℃）。中温的保温材料常用的有轻质珍珠岩和蛭石。低温保温材料有石棉、矿渣棉等，石棉是很普通的隔热材料，其化学成分为含水硅酸镁，矿渣棉是将冶金熔渣用高压蒸汽吹成纤维状在空气中迅速冷却而得到的人造矿物纤维，现在最好的保温材料是一种高铝纤维棉，它质轻柔软似棉花，保温箱能很好。

表 1-2: 实验室常用耐火材料

材料名称	耐火度℃	荷重软化点 (2Kg/cm ²)℃	使用温度℃	体积密度(g/cm ³)	主要用途
石墨制品	> 3000		2000	1.6	高温电阻炉耐温部件
硅砖	1690-1710	1620-1650	1000-1630	1-9	电阻炉炉膛内层
耐火黏土砖	1610-1730	1250-1400	《1400	1.8-2.2	电阻炉炉底用砖
高铝砖	1750-1790	1400-1550	1650-1670	2-3.2	电阻炉炉膛内层
刚玉制品	2000	1240-1850	1600-1670	2.96-3.10	高温电阻炉耐火部件
镁砖	2000	1470-1520	1650-1670	2.5-2.9	电阻炉炉膛内层
轻质粘土砖	1670-1710	1200	1200-1400	0.4-1.3	电阻炉炉膛内层
硅藻土砖	1280		900-950	0.45-0.65	

表 1-3 实验室常用保温材料性能

材料名称	容量(Kg/m ³)	最高使用温度℃	主要用途
硅藻土砖、管、板	500±50	900	电阻炉保护层
膨胀蛭石	100-300	《1000	电阻炉保温层填料
石棉板	1150	《600	电阻炉炉底、炉壳、顶等，密封材料
矿渣棉	150-180	400-500	电阻炉保温层填料
矿渣棉砖、管、板	350-450	400-500	电阻炉保温层材料
磷酸盐珍珠岩制品	《220	≥1000	电阻炉保温层材料
玻璃纤维	300	750	低温电阻炉保温层填料

1.3.2 电阻丝炉的设计

在实验室中，根据各种需要设计制作的电炉多为小型管式炉，功率一般在 10KW 左右。这里所讲的设计主要包括功率的确定，电热体的选择，耐火材料和保温材料的选择。

(1) 电阻炉功率的确定

电炉功率是从能量角度衡量电炉大小的指标。实际上，由于电路散热条件的复杂性，要想从理论上确定炉子的功率消耗和炉子在一定功率输入下所能达到的温度是非常困难的。故一般都靠一些经验或、半经验的方法辅助能量平衡的基本概念来确定。

对于一个圆形炉膛来说，首先求出欲加热炉管部分内表面积。假设炉子为中等保温程度，则可由表 1-4 的经验数据查出每 100cm² 加热内表面积所需的功率瓦数，然后乘以被加热炉膛内表面积，即可得到需要的功率。

表 1-4: 不同温度下每 100cm² 炉管表面所需功率

温度℃	600	700	800	900	1000	1100	1200	1300
功率 w	80	100	130	160	190	220	260	300

示例:由炉管内径为 10cm, 加热部分长为 80cm, 预计加热到 1100℃, 求在中等保温情况下炉子所需功率。

$$\text{首先算出被加热炉膛的内表面积: } S = \pi * D * L = 3.14 * 10 * 80 = 2513 (\text{cm}^2) \quad (1-2)$$

由表 1-4 查出 1100℃时, 每 100cm² 炉膛表面积所需功率 P=220w, 所以上述炉管的总功率:

$$P_{\text{总}} = p \frac{s}{100} = 220 * \frac{2513}{100} = 5.5(\text{kw}) \quad (1-3)$$

用这种经验办法计算小型电炉所需功率, 虽不十分严格, 但实践证明还是很适用的。

(2) 电热体的计算

根据炉膛所要达到的最高温度和炉子的工作气氛决定电热体的种类。例如要制作一台在空气中最高使用温度为 1100℃的电炉, 则可选用 Cr25Al5 电热丝为发热体, 但必须明确, 电热元件的最高使用温度是指电热体在干燥空气中表面最高温度。并非只炉膛温度。由于散热条件不同, 一般要求炉膛最高温度比电热体最高使用温度低 100℃左右为宜。另外, 还必须明确, 电热体表面负荷是指电热体在单位表面积所承担的炉子的功率数。在一定的炉子功率条件下, 电热体表面负荷选的大, 则电热体用量就少, 但电热体表面负荷越大, 其寿命越短, 所以选择要适当。表 1-5 为 Fe-Cr-Al 和 Ni-Cr 电热体的表面负荷值, 它是电热体计算的重要参数。在进行电热体计算时, 为了使用安全, 电热体允许表面负荷一般取下线, 为了留出电压可调余地。工作电压通常以 200v 计算。

下面, 以电阻丝炉为例说明计算步骤:

炉管尺寸为 $\Phi 100 * 110 * 1000\text{mm}$, 要求炉膛温度 1100℃, 电压 220v, 氧化性气氛, 炉体中等保温, 加热带长度 800mm, 求电阻丝长度和直径。

1) 加热带面积的计算

加热带内表面积

$$S = \pi * D * L = 3.14 * 10 * 800 = 2513\text{cm}^2 \quad (1-4)$$

功率的计算

由表 1-4 查出, 1100℃时, 每 100cm² 炉管面积所需功率 p=220w, 所以电炉所需功率:

$$P_{\text{总}} = p \frac{s}{100} = 220 * \frac{2513}{100} = 5.5(\text{kw}) \quad (1-5)$$

2) 电热体及其参数的确定

根据要求和表 1-1, 可选择 Cr25Al5 铁铬铝丝为电热体, 再根据表 1-5, Cr25Al5 电热体在 1100℃时准许的表面积负荷为 10w/cm²。由表 1-1 查出 Cr25Al5 在 20℃时的比电阻 $\rho_0 = 1.45 \Omega * \text{mm}^2 / \text{m}$, 温度系数 = $(3-4) * 10^{-5} / \text{℃}$, 因此 1100℃时的比电阻

$$p = \rho_0 (1 + \alpha t) = 1.45 * (1 + 4 * 10^{-5} * 1100) = 1.51 \Omega \bullet \text{mm}^2 / \text{m} \quad (1-6)$$

电热丝直径的计算:

对圆线电热丝来说, 其直径可按式(1-7)计算:

$$d = \sqrt[3]{\frac{4 * 10^5 \rho_t * P^2}{\pi^2 * V^2 * W}} \quad (1-7)$$

式中: ρ_t — 在工作温度 t 时的比电阻 $\Omega * \text{mm}^2 / \text{m}$

P — 炉子的功率 (Kw)

W — 电热体表面负荷 w/cm²

V — 电压 V

D—电热丝直径 mm

把已知数据带入（1-7）式即可得到电热丝直径

$$d = \sqrt[3]{\frac{4 * 10^5 * 1.51 * 5.5^2}{3.14^2 * 200^2 * 10}} = 3.6(mm) \quad (1-8)$$

电热丝长度的计算：

电热丝的截面积：
$$f = \frac{\pi}{4} * d^2 \quad (1-9)$$

电热丝电阻：
$$R = \frac{v^2}{10^3 p} \quad (1-10)$$

电热丝长度：
$$L = \frac{R * f}{\rho_t} \quad (1-11)$$

式中：R—电热体总电阻 Ω；

f—电阻丝截面积 mm²；

L—电热体总长度 m

把已知数据代入（1-9）（1-10）（1-11）可得：

$$R = \frac{v^2}{10^3 p} = \frac{200^2}{10^3 * 5.5} = 7.3 \Omega$$

$$f = \frac{\pi}{4} * d^2 = \frac{3.14}{4} * 3.6^2 (mm^2)$$

$$L = \frac{R * f}{\rho_t} = \frac{7.3 * 10.2}{1.51} = 49.3 (m)$$

表 1-5: Fe-Cr-Al 和 Ni-Cr 电热体的表面积负荷值

温度	正常表面积负荷 (w/cm ²)	正常表面积负荷 (w/cm ²)	正常表面积负荷 (w/cm ²)	正常表面积负荷 (w/cm ²)	正常表面积负荷 (w/cm ²)
	Fe-Cr-Al 电热体	Fe-Cr-Al 电热体	Fe-Cr-Al 电热体	Cr20Ni80 电热体	Cr15Ni60 电热体
	Cr27Al6	Cr27Al5	Cr25Al5	Cr20Ni80	Cr15Ni60
500	5.10-8.40	3.90-8.40	2.6-4.2	2.4-3.4	
550	4.75-9.95	3.66-7.90	2.4-4	2.25-3.15	
600	4.44-7.50	3.44-7.35	2.2-3.8	2.05-2.95	
650	4.05-7.05	3.15-6.80	2-3.7	1.9-2.75	
700	3.75-6.60	2.9-6.25	1.85-3.5	1.7-2.55	
750	3.45-6.15	2.70-5.70	1.7-3.3	1.55-2.30	
800	3.15-5.70	2.5-5.15	1.6-3.05	1.35-2.10	
850	2.8-5.25	2.25-4.60	1.5-2.75	1.2-1.85	
900	2.5-4.8	2-4.05	1.35-2.4	1.05-1.65	
950	2.25-4.35	1.8-3.5	1.25-2	0.9-1.45	
1000	1.95-3.90	1.6-2.9	1.15-1.5	0.75-1.25	
1050	1.75-3.45	1.45-2.55	1.05-1.2	0.6-1.0	
1100	1.55-3.00	1.25-2.20	1.0		
1150	1.40-2.45	1.15-1.90			0.5-0.8
1200	1.25-2.00	1.00-1.65			

验算:

上面的计算是否正确,可按表面负荷公式验算:

$$w = \frac{p * 10^3}{\pi * d * L} (w/cm^2) \quad (1-12)$$

把有关数据代入(1-12)式,可得:

$$w = \frac{p * 10^3}{\pi * d * L} = \frac{5.5 * 10^3}{3.14 * 3.6 * 490} = 0.99 (w/cm^2)$$

这与设计时选用的表面负荷还小,故可保证安全使用。

1.3.3 电阻炉的制作

(1) 确定匝数并在炉管上缠电阻丝

根据上述,选择电阻丝为Cr25Al5,其直径d=3.6mm.总长度L=49m,炉膛外径Φ=110mm,加热带长度800mm.如果均匀的将电热丝绕在炉管加热带上,则电热丝匝数:

$$n = \frac{L}{l} = \frac{L}{\pi * d} = \frac{49}{3.14 * 0.11} = 142 \quad (1-13)$$

式中: n—匝数

L—电热丝总长度

l—炉管外圆周长

D—炉膛外径

匝间距离 h=H/n, H 为加热带长度,这里为 800mm 所以: H=800/142=5.6(mm)。

根据上面的计算可以在炉管上缠电阻丝,但在缠时应注意将两头各留一米左右电阻丝作为引线,取同一材料的电阻丝作为绑线,另外,为了缠绕均匀,应在炉管上画好匝间距。一般为了保证炉子的恒温带,在缠绕时应按密缠---疏缠---密缠的方法,炉管两端密缠中间疏缠,缠好后的炉管,用 Al2O3 (经过 1300℃ 焙烧) 粉末加入磷酸或胶水搅均匀,均匀的涂在炉管上,这主要是保护电阻丝高温时不暴露在空气中,延缓电阻丝氧化,另外还起到固定电阻丝作用,在高温时不易脱落,炉管涂好 Al2O3 后,要阴干 24 小时。炉子装好后要在 100℃ 烘 4 小时,除去水分,400℃ 烘 4 小时把炉子烘干。

(2) 测定电阻炉的恒温带

为了确定炉子的轴向温度分布,在炉子制成后一定要测定炉子的温度分布情况。如图 1-2 图 1-2 是测定电炉纵向恒温带的装置略图,首先用控温仪把炉温控制在要求温度附近,此温度应尽量与工作温度相近,将控温热电偶放在炉子中间尽量贴近电热丝,再用一根足够长的热电偶画好刻度,以备测量时使用,假设控温仪温度控制在 900℃,当温稳定在 ±1℃ 时,开始将热电偶下插一个刻度,并记录下此点插入深度和温度。

例如:表 1-6

SV℃	900	900	900	900	900	900	900	900
PV℃	901	899	900	901	901	900	899	900
插入深度 mm	a	B	c	D	e	F	G	h
实际温度℃	940	956	963	962	960	958	952	945

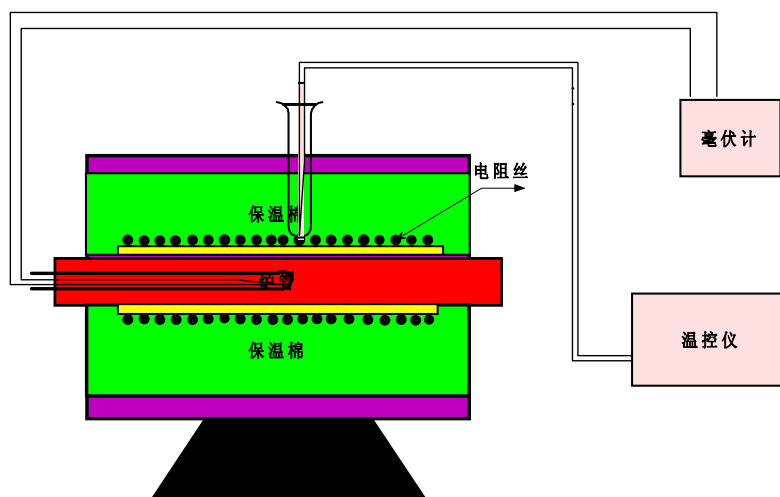
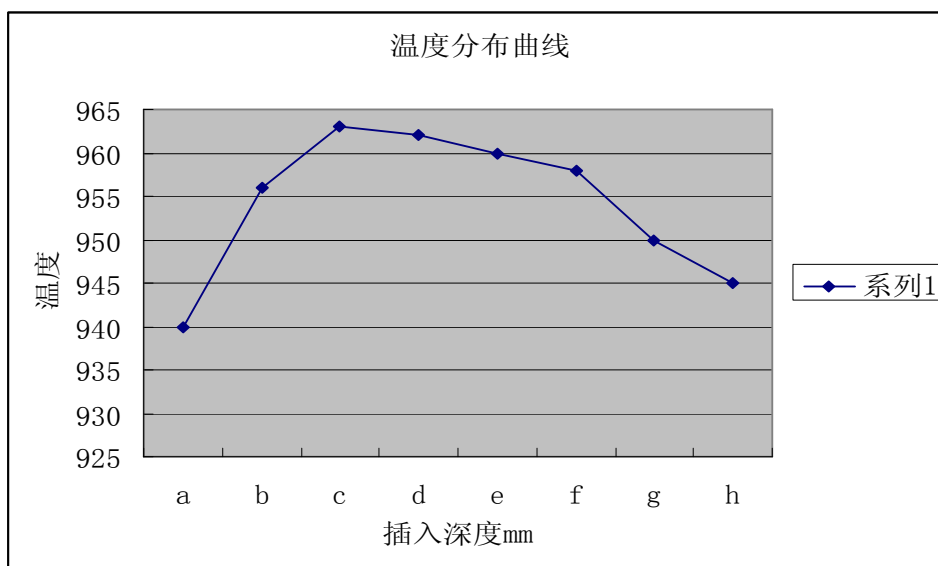


图 1-2 测定电炉纵向恒温带的装置示意图

当温度稳定后再下插一个刻度，直到最高温度点出现后，再测到和起始点温度差不多点出现时，测试完毕。用插入深度和实际温度作图。

所谓炉子的恒温带是指具有一定恒温精度的加热带长度。因此在得出炉子恒温带的同时，还要指出炉子其工作温度与恒温精度。利用表 1-6 试求 ah 和 bg 长度上的恒温带。



在 ah 两点之间共测八个点，其平均值为：

$$\bar{t} = \frac{\sum t_i}{n} = \frac{940+965+963+962+960+958+950+945}{8} = 954 \quad (^\circ\text{C}) \quad (1-14)$$

式中： t_i —为各点温度测定值

n —为测定点数

Δt_i —为各测量点值与平均值之差，则其算术平均值偏差 Δt 为：

$$\Delta t = \frac{\sum |\Delta t_i|}{n} = 6 \quad (^\circ\text{C}) \quad (1-15)$$

所以 ah 两点之间的恒温代为 $954 \pm 6^\circ\text{C}$ 。

用同样的方法 bf 间的恒温带为 $959 \pm 2^\circ\text{C}$ ，由此可见，恒温带的恒温精度与恒温带的长度有关，恒温带越短精度越高。当然恒温带要满足式样的要求。

1.3.4 温度的测量

下面简单介绍一下我们常用的热电高温计。

1.3.4.1 热电偶

热电高温计是由热电偶、电器测试仪表和连接导线组成。用热电高温计测温具有结构简单、精度高使用方便，适用于远距离测量和自动控制等优点，因此，无论是在生产和实验中，热电偶都是主要的测温工具。

(1) 热电偶的工作原理

热电偶是热电高温集中的敏感元件，它是一种换能器，他将热能转换成电能所以可用所产生的热电势来计算温度。在一个由两种不同金属导体 A 和 B 组成的回路中，如果 $t_1 \neq t_0$ ，这时毫伏计将指示出一个数值（图 1-3）

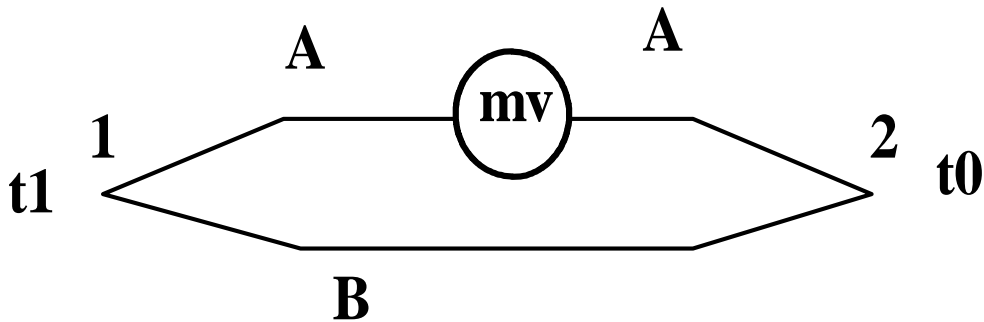


图 1-3 热电偶测试原理

这叫热电势，计为 E_{AB} 。导体 A 和 B 称为热电偶的热电极。1 端称为工作端或测量端，2 端称自由端或参考端、冷端。当 A、B 两种材料选定后，则热电偶的热电势仅与两导体接点 1、2 处的温度有关。它们的分电势为 $e_{AB}(t_1), e_{AB}(t_0)$ 。总电势如式 (1-16)：

$$E_{AB}(t_1't_0) = e_{AB}(t_1) - e_{AB}(t_0) \quad (1-16)$$

当自由端温度恒定时，则 $e_{AB}(t_0)$ 为常数，那么

$$E_{AB}(t_1't_0) = e_{AB}(t_1) - C = f(t_1) \quad (1-17)$$

式中当 $C=0$ 时 $E_{AB}(t_1't_0) = e_{AB}(t_1)$ ，故通过测量热电势即可达到测温的目的。通常 t_0 保持在 0°C $E_{AB}(t_1'0)$ 的数值可由数字电压表读出，所对应的温度值可以从“热电偶毫伏对照表”查出，所测温度也可用温度显示仪直接显示，若冷端温度不为 0°C ，则需对其修正。

(2) 热电偶材料

用作热电偶的材料应由如下条件：

- 1) 热电势与温度的关系是线性关系；
- 2) 产生的热电势数值要高且稳定，并有重现性；
- 3) 热电偶的材料要有抗腐蚀性和一定的机械强度，易于加工。

在常使用的的热电偶中，又分标准热电偶和非标准热电偶，国内常用标准热电偶的特性如表 1-7 所示。

非标准热电偶使用较为普遍的是钨铼和铂铑系见（表 1-8），国内生产钨铼热电偶为 WRe(5/20)，钨铼热电偶从 1370°C 起灵敏度开始下降，在 2000°C 分度时，数据分散，因此，使用温度应在 2000°C 以下，WRe(5/20) 热电偶丝的均匀性差，无互换性，每批生产出的分度是不同的，在使用时应注意。

表 1-7: 常用标准热电偶特性

热电偶名称	分度号	热电及材料			使用温度/℃		使用条件
		极性	识别	化学成分	长期	短期	
铂铑 10—铂	LB--3	+	较硬	Pt90%,Rh10%	1300	1600	氧化性, 中性气氛
		-	柔软	Pt100%	1300	1600	
铂铑 30—铂铑 6	LL--2	+	较硬	Pt70%,Rh30%	1600	1800	氧化性, 中性气氛
		-	柔软	Pt94%,Rh6%			
镍铬—镍硅	EU--2	+	不亲磁	Cr9-10%, Si0.4%, Ni90%	1000	1200	氧化性, 中性气氛
		-	稍亲磁	Si2.5-3%, Co≤0.6%, Ni97%			
镍铬—考铜	EA2	+	色较暗	Cr9-10%, Si0.4%, Ni90%	600	800	
		-	银白色	Cu56-57%, Ni43-44%			
铜—考铜	CK	+	红色	Cu100%	200	300	
		-	银白色	Cu55%, Ni45%			

表 1-8: 非标准热电偶特性

热电偶种类	极性	热电极成分 (质量分数%)	使用温度/℃		备注
			长期	短期	
铂铑 20/40	+	Pt80,Rh20	1700	1900	在氧化性、中性气氛使用, 热电势小
	-	Pt60,Rh40			
铂铑 5/20	+	Pt95,Rh5	1600	1800	在氧化性、中性气氛使用, 热电势小
	-	Pt80,Rh20			
钨铼 (5/26)	+	W95,Re5	2300	2700	在真空, 惰性和弱还原气氛中使用
	-	W74,Re26			
钨铼 (5/20)	+	W95,Re5	2000	2400	在真空, 惰性和弱还原气氛中使用
	-	W80,Re20			

(3) 热电偶的使用

热电偶使用前, 工作端 (热端) 必须焊在一起, 常用的焊接方法有:

- 1) 直流电弧;
- 2) 盐水焊接 (见图 1-4);
- 3) 氩弧焊, 适用于钨铼热电偶。

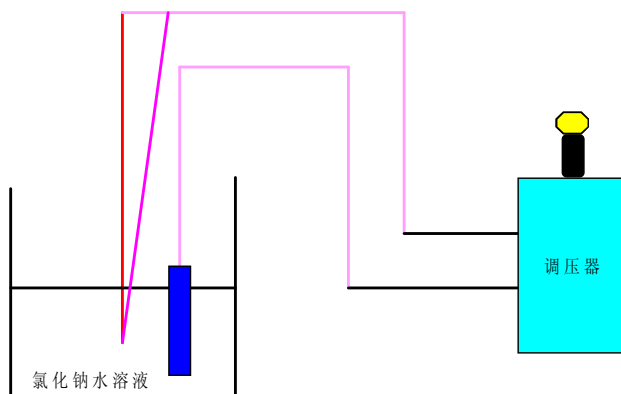


图 1-4 热电偶盐水焊接示意图

热电偶测温时，通常使用绝缘管和保护套管，以使两极分开避免热电极与被测介质接触。在冶金高温试验时，通常用双孔细刚玉管作为绝缘管将两根热电极分开，用一端封闭的刚玉管作为热电偶的保护套管。

热电偶使用一段时间后，其热电特性会发生变化，因此需送热电偶检定部门进行校正，以保证测温精确。在实际测温中，热电偶的基本测温线路如图 1-4 所示。所测的热电势可以再分度表上查出相应的温度值。例如，铂铑 10-铂热电偶 0-30℃的分度表如表 1-9 所示。

表 1-9 铂铑 10-铂热电偶分度表（分度号：LB—3）（自由端温度为 0℃）

工作端温度	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	mv(绝对伏)	mv(绝对伏)	mv(绝对伏)	mv(绝对伏)	mv(绝对伏)	mv(绝对伏)	mv(绝对伏)	mv(绝对伏)	mv(绝对伏)	mv(绝对伏)
0	0.0000	0.005	0.011	0.016	0.022	0.028	0.033	0.039	0.044	0.050
10	0.056	0.061	0.067	0.073	0.078	0.084	0.090	0.096	0.102	.107
20	0.113	0.119	0.125	0.131	0.137	0.143	0.149	0.155	.161	0.167
30	0.173	0.179	0.185	0.191	0.198	0.204	0.210	0.216	0.222	0.229

标准热电偶的分度表示自由端为 0℃时的热电势，实际测温条件下自由端不一定是零度，由此会带来误差，应该加以修正。

自由度温度的修正方法：当自由端温度 $t_1 \neq 0^\circ\text{C}$ 。但恒定不变或变化很小时，可采用计算法进行修正。此时热电偶实际的热电势应为测量值与修正值之和，即：

$$E_{AB}(t_1, t_0) = E_{AB}(t, t_1) + E_{AB}(t_1, t_0) \quad (1-18)$$

式中： $E_{AB}(t, t_1)$ —当自由端温度为 t_1 时，测温仪表的读数；

$E_{AB}(t_1, t_0)$ —当自由端温度为 t_1 时的修正值；

例如：用铂铑 10-铂热电偶测温时，自由端温度 $t_1 = 30^\circ\text{C}$ ，在直流电位差计上测得的热电势 $E(t, 30) = 13.542\text{mv}$ ，试求炉温。由 LB-3 分度表查得 $E(30^\circ\text{C}, 0) = 0.173\text{mv}$ 。由式（1-18）可得：

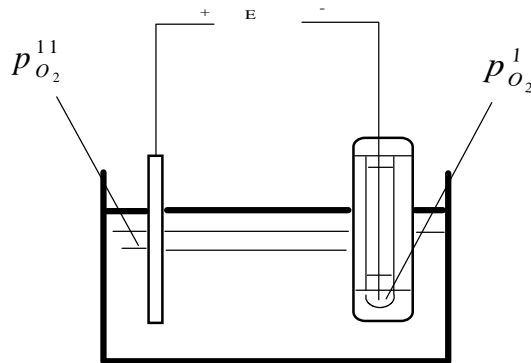
$$E_{AB}(t, t_0) = E_{AB}(t, t_1) + E_{AB}(t_1, t_0) = 13.542 + 0.173 = 13.715\text{mv}$$

再由 LB-3 分度表查得 13.715mv 为 1350°C 。若自由端不修正，测得 13.542mv 对应的是 1336°C ，与实际温度 1350°C 相差 14°C 。

1.3.5 铜液定氧

（1）铜液定氧原理

氧化锆固体电解质定氧电池由待测极和参比极两部分组成。由于两个电极的氧分压不同，组合在一起就构成了氧浓差电池，如图 1-5 所示：图 1-5 氧浓差电池示意图参比电极是浓差电池



的关键部件，是氧分压为已知 ($p_{O_2}^1$) 的一极。所用的参比电极材料有 $\text{Cr}/\text{Cr}_2\text{O}_3$ ，

Mo/MoO₂, Ni/NiO, 及 Co/CoO 等金属与其氧化物的混合物的粉末。将参比电极材料装入氧化锆管内, 密封好后, 再恒温条件下参比电极就可产生一个恒定的氧分压。以铜测头为例: 它用 (Co+CoO) 为参比电极体系, 被测铜液再固体电解质外表面构成待测电极。参比电极的反应为:



待测电极的反映为 $O^{2-} = [O]_{cu} + 2e$ (1-21)

电池的总反应为:



通常, 铜液氧含量的平衡氧分压大于 CoO 的分解压, 即 $p_{O_2}^{II} > p_{O_2}^I$, 电池的极性如图 1-5

所示。根据 Nernst 方程, 电池的电动势为: $E = \frac{RT}{2F} \ln \frac{P_{O_2}^{II}}{P_{O_2}^I}$

(1-23)式中: E—浓差电池电动势 (伏)

F—法拉第常数 (96487 焦/摩·伏)

R—理想气体常数 (8.314 焦/摩·K)

T—热力学温度 (K)

$P_{O_2}^I$ —参比电极氧分压

$P_{O_2}^{II}$ —铜液的平衡氧分压

从 Nernst 的公式可知, 电动势 E 与温度 T 及电解质两侧的氧分压有关。当 $P_{O_2}^I$ 已知, 测定 E 和 T 后即可计算 $P_{O_2}^{II}$ 。根据 CoO 的分解反应:



$$K^I = \frac{a^{CoO}}{a^{Co} (P_{O_2}^{O_2})^{\frac{1}{2}}} = \frac{(P_{O_2}^{O_2})^{\frac{1}{2}}}{P_{O_2}^I} \quad (1-25)$$

Co 和 CoO 为固态, 他们的活度为 1, 而 $\Delta G_1^0 = -RT \ln K_1$, ΔG_1^0 可查热力学数据表得到, T 为实验温度, 因此 $P_{O_2}^I$ 可知。由于在铜液的溶解反应:



$$K_2 = \frac{a_{[O]_{Cu}}}{(P_{O_2}^{O_2})^{\frac{1}{2}}} \quad (1-27)$$

$$\Delta G_2^0 - RT \ln K_2 = RT \ln \frac{a_{[O]_{Cu}}}{(P_{O_2}^{O_2})^{\frac{1}{2}}} \quad (1-28)$$

$$Q_{[O]_{Cu}} = (P_{O_2}^{11}) \exp\left[\frac{\Delta G_2^0}{P_{O_2}^{11}}\right] \quad (1-29)$$

ΔG_2^0 可查表得知, T 为实验温度, $P_{O_2}^{11}$ 则可通过电池电动势的 Nernst 方程计算得知。使用 Co/CoO(常温下的形态为 Co_2O_3) 作参比电极时, 铜液中氧活度的计算公式为:

$$Lg a_{[O]} = \frac{-8022 + 10.08E(mv)}{T(K)} + 3.523 \quad (1-30) \text{根据公式 } a_{[O]_{Cu}} = f[O/oo]_{Cu},$$

取 $f=1$, 所得即为铜液中的溶解氧浓度。

(2) 定氧电池的制作步骤

- 1) 氧化锆管不能漏气, 使用前需要在 3 个大气压下试漏;
- 2) 参比电极用的钴粉在 1000 度的氢气气氛下还原 2-3 小时, 以除去其表面的氧化膜, 然后将还原后的 Co 粉与 Co_2O_3 粉以 95:5 的比例, 再玛瑙研钵中充分混合均匀. 粒度要求小于 300 目;
- 3) 填充料 Al_2O_3 粉需经 1300 度焙烧, 以除去结晶水;
- 4) 直径 $\varnothing=0.5mm$ 的 Ni—Cr 丝擦去表面的氧化膜, 一端烧成 2---3 圈的螺旋后, 紧紧插至氧化锆管的底部, 使之与氧化锆管紧密接触, 不能松动;
- 5) 参比电极混合粉末料一般填至 3---5mm 高, 要求敦实;
- 6) 用 Al_2O_3 粉填充时也要求敦实。在其上面填入少许耐火棉, 并压紧;
- 7) 用高温水泥 (小于 200 目的石英沙加水玻璃溶液) 将氧化锆管的上口封牢;
- 8) 组装好的半电池在室温下干燥一天后再放入烘箱内, 在 100—150 度下烘烤 4—6 小时;
- 9) 将氧化锆半电池、 $\varnothing=2--3mm$ 的 Ni---Cr 棒以及测温热电偶安装在塑料接插件上, 装进树脂砂头内, 再将高温水泥灌入, 最后罩上铜帽组装成铜液。

组装完成的定氧测头要在 80 度的真空烘箱内, 干燥至氧电极和回路电极间的绝缘度大于 200M Ω 以上。

1.4 实验报告

- (1) 画出高温炉结构图, 简述电热体特点, 温度控制原理
- (2) 简述氩气脱水、脱氧、脱除 CO_2 的原理
- (3) 根据单铂铑热电偶测定的热电势, 通过修正值查出正确的温度
- (4) 作出高温炉升温曲线、恒温区测定结果
- (5) 画出定氧探头结构图, 简述定氧探头的工作原理, 根据测出的氧电势计算出铜液中的氧活度

1.5 作业

作业: 自己设计一个电炉

已知: 炉管尺寸 $\Phi 50*60*600mm$, 电源电压 220v 加热带长度 400mm, 氧化性气氛工作, 炉体中等保温, 要求炉膛温度 1000 $^{\circ}C$. 计算电热丝的直径与长度, 匝数及匝间距。

2 物相综合研究

【实验性质】 综合性实验；学时：4

2.1 实验的目的

本实验综合了分析鉴定物相的几种方法，涉及材料、物理、冶金等多个学科。通过本实验希望达到以下目的：

- (1) 初步掌握金相显微镜的正确操作。
- (2) 初步掌握钢中非金属夹杂物的定性鉴定。
- (3) 了解矿相和岩相制片方法。
- (4) 初步掌握偏光显微镜的基本原理和正确操作方法。
- (5) 初步掌握矿相和岩相的鉴定方法。
- (6) 提高学生动手能力、对知识综合运用能力以及分析解决问题的能力。

2.2 实验设备及原理

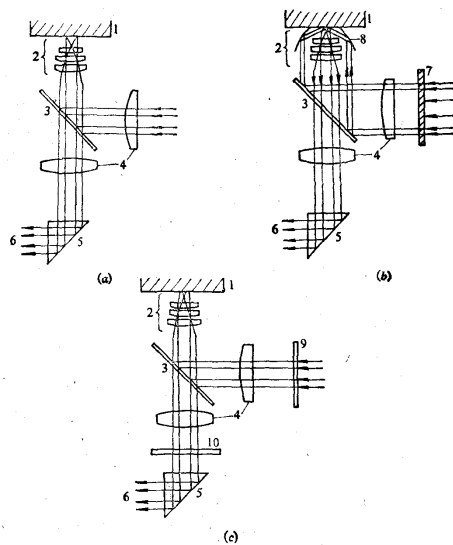
2.2.1 金相显微镜结构和物相分析原理

2.2.1.1 金相显微镜

金相显微镜它是由物镜、目镜、照明系统、光栏、样品台、滤色片及镜架组成。有台式、立式和卧式等类型。金相法是根据物相在明视场，暗视场和正交偏光光路下的物理光学和化学性质，对照已知物相性质表，达到鉴别分析物相的目的。金相显微镜通常用来确定金相组织夹杂物的外形、分类、塑脆性等。金相显微镜的观察方法分为明视场、暗视场、正交偏光。

(1) 明视场

明视场是金相显微镜的主要观察方法。入射光线垂直或近似垂直地照射在试样表面，利用试样表面反射光线进入物镜成象，见图 2-1(a)。它用以观察材料的组织，析出相的形状，大小，分布及数量。借助各种化学试剂，显示材料中的组织和析出相的化学性质。还可与各种标准级别图对比，进行钢中晶粒度和显微组织缺陷评级。



(a) 明场光路；(b) 暗场光路；(c) 偏光光路

- 1 一试样; 2 一物镜; 3 一垂直照明器. 4 一集光镜; 5 一棱镜; 6 一至目镜; 7 一环形光栏;
8 一曲面反射镜; 9 一起偏镜; 10 一检偏镜

图 2-1 金相显微镜光路图

(2) 暗视场

暗视场是通过物镜的外周照明试样, 并借助曲面反射镜以大的倾斜角照射到试样上。若试样是一个镜面, 由试样上反射的光线仍以大的倾斜角反射, 不可能进入物镜, 故视场内是漆黑一片。只有在试样凹洼之处或透过透明夹杂而改变反射角, 光线才有可能进入物镜, 而被观察到(图 2-1(b))。因此在暗场下能观察到夹杂物的透明度以及本身固有的颜色(体色)和组织, 体色是白光透过夹杂时, 各色光被选择吸收的结果。不透明夹杂通常比基体更黑, 有时在夹杂周围可看到亮边, 如 TiN, 这是由于一部分光由金属基体与夹杂交界处反射出来的缘故。明场观察到的色彩是被金属抛光表面反射光混淆后的色彩, 称为表色, 不是夹杂物本身固有的颜色。如氧化亚铜夹杂在明场下呈淡兰色, 而在暗场下却呈宝石红。显然物镜放大倍数愈大, 鉴别率越高, 颜色越清楚真实。由于暗场中入射光倾斜角大, 使物镜的有效数值孔径增加, 从而提高了物镜的鉴别能力。而且光线又不像明场那样两次经过物镜, 显著降低了光线因多次通过玻璃-空气界面而引起的反射与炫光, 使之大大提高了成象的质量。因此研究透明夹杂的组织比明场更清晰, 如含镍的硅酸盐夹杂就能看到在球状夹杂上有骨架状明亮闪光红色的 NiO 析出物。

(3) 正交偏光

偏光是在明场的光路中加入起偏振镜和检偏振镜构成的(图 2-1(c))。起偏镜是将入射的自然光变为偏振光。当偏振光投射到各向同性, 经过抛光的金属试样表面时, 它的反射光仍为偏振光, 振动方向不变。因而不能通过与起偏镜正交的检偏镜, 视场呈现黑暗的消光现象。当偏振光照射到各向异性的夹杂物上, 使反射光的振动方向发生改变, 其中有一部分振动方向的光能够通过检偏镜进入目镜, 因而在暗黑的基体中显示出来。旋转载物台 360° , 各向同性夹杂亮度不会发生变化, 而各向异性夹杂则出现四次暗黑和四次明亮现象。各向异性效应是区别夹杂物的重要标志。如在显微镜下锰尖晶石很容易误认为刚玉, 但刚玉是各向异性夹杂, 而尖晶石则是各向同性的, 因此可以在偏光下加以区别。

偏光下不仅可以观察夹杂物的异性效应, 还可观察夹杂物的颜色、透明度及黑十字现象。各向同性的透明夹杂在偏光下观察到的颜色和暗场下的颜色一致。如稀土硫化物夹杂在偏光下同样能观察到暗场下呈现的暗红色。对于各向异性透明的夹杂, 观察到的颜色是体色和表色的混合色, 只有在消光位置才能观察到夹杂的体色, 即暗场下的颜色球状各向同性的透明夹杂, 如球状石英和某些硅酸盐夹杂在偏光下可观察到特有的黑十字现象。它是由平面偏振光在夹杂球面多次反射变为椭圆偏振光, 使一部分偏振光能通过检偏镜而形成的。该现象只决定于夹杂的形状和透明度, 而与其结晶性质无关。若将这类夹杂稍锻轧变形, 黑十字现象也即行消失。

2.2.1.2 金相法的优缺点

(1) 优点。操作简便, 迅速, 直观。不仅能确定夹杂物的类型, 是氧化物? 硫化物? 硅酸盐还是复杂的固溶体, 而且能直观的看到夹杂物的大小、形状、分布等等, 夹杂物是球状还是有规则外形, 是弥散分布还是成群分布, 是塑性夹杂还是脆性夹杂。这些将给改善工艺操作提供重要依据。

(2) 缺点。只能定性的鉴定那些已知特性的夹杂物, 就是表上列出的夹杂物。因此, 当遇到新的物质或复杂的固溶体时, 还要配合其它的方法综合运用。而且鉴定的准确度和熟练程度有关, 既主要靠经验。不能确定夹杂物准确的化学组成, 只能根据经验估计。

要想确定夹杂物准确的化学组成, 还需要用电子探针, 打出夹杂物的成分分布; 用电子衍

射或 X 射线衍射确定夹杂物的结构等。

鉴定钢中非金属夹杂物的方法很多,各有优缺点。例如:电子显微镜、X 射线衍射、电解—化学分析法等等。若要对夹杂物进行准确和全面的鉴定往往需要综合使用这些方法。

目前,常用的方法为:先用金相显微镜确定夹杂物有哪些类型,然后再测出不同规格夹杂物的数量,再用大样电解的方法将夹杂物分离出来,最后用电镜确定夹杂物的化学组成及成分分布。

2.2.2 岩相显微镜构造及物相分析原理

2.2.2.1 岩相显微镜

岩相法是借助岩相显微镜,在透射光下测定透明矿物的物理光学性质,以鉴定和研究渣样、矿样物相的一种方法。它经常和 X 射线衍射分析配合,以确定物相的结构式。岩相显微镜是由目镜、勃氏镜、偏光镜、补偿器、物镜、样品台、聚光镜、光栏、光源反射镜、光源和机架等部分组成。补偿器有石膏试板、云母试板和石英楔子,用以在正交偏光下测定矿物干涉色和晶体延性符号。显微镜插上不同部件,可构成单偏光、正交偏光和锥光三种光路视场。

(1) 单偏光

观察在光路中仅插入下偏光镜(起偏镜),在偏光下观察物相的形状、大小、数量、分布、透明度、颜色、多色性及解理。透明矿物显示的颜色是由于矿物对白光选择吸收的结果,又称体色,如锰尖晶石呈棕红色、硫化锰呈绿色。刚玉应该是无色透明的,但由于常含有各种微量杂质而呈现各种颜色,如含铅为红色。含钛为兰色,含铁或锰为玫瑰色。对于立方晶系或非晶质的均质体,光学性质各方向一致,故只有一种颜色。但对正方、三方、六方、斜方及单斜晶系等非均质体,光学性质具有各向异性,颜色随光在矿物中的传播方向及偏振方向而变化。在单偏光下旋转样品、矿物颜色及浓度都发生变化,前者称为多色性,后者称为吸收性。例如铬硅酸盐的多色性为黄—绿—深绿,锰橄榄石为棕红—淡红—兰绿色。

单偏光下常用油浸法测定矿物的折光率。将矿物浸没在已知折光率的介质中。若两者折光率相差很大,矿物的边缘、糙面、突起和贝克线(由于相邻两介质的折光率不同,而产生沿矿物边部的细亮带)等现象很明显,矿物轮廓很清楚。提升镜筒时,贝克线向折光率高的方向移动;下降镜筒时,贝克线向折光率较小介质方向移动。根据贝克线移动方向就可知道矿物的折光率是大于还是小于浸油。不断更换浸油,直到浸油和矿物折光率相近或相等时,矿物的边缘、糙面、突起变得不明显甚至消失,此时浸油的折光率即为矿物的折光率值。

(2) 正交偏光

观察在单偏光光路的基础上,加上上偏光镜(检偏镜),即构成正交偏光光路,可对矿物的消光性,干涉色级序等光学性质进行测定。偏光通过均质体矿物后,振动方向不发生变化,所以光不能通过上偏光镜,视场呈黑暗消光现象,转动物台出现全消光。非均质体矿物因光学性质各向异性,光射入矿物发生双折射,产生振动方向互相垂直的两条偏光。当其振动方向和上下偏光镜的振动方向一致时,从下偏光镜出来的偏光,经过矿物时不改变其振动方向,因而通不过上偏光镜,故出现消光现象。旋转物台一周,由于出现四次这种情况,所以出现四次消光现象。而其它位置因产生双折射而改变从下偏光镜出来的偏光振动方向,使一个与上偏光镜振动方向平行的分偏振光能通过上偏光镜而出现四次明亮现象。在正交偏光下观察到有四次消光现象的矿物,一定是非均质矿物。

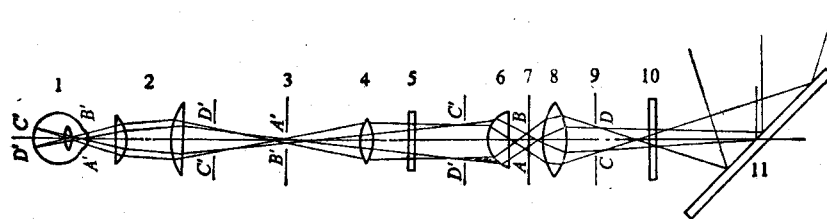
非均质矿物在不发生消光的位置上发生另一种光学现象—干涉现象。因双折射产生振动方向和折光率都不相同的两条偏光,必然在矿物中具有不同的传播速度,因而透过矿物后,

它们之间必有光程差，因此就会发生干涉现象。由于光程差与波长有关，所以以白光为光源时，白光中有些波长因双折射产生的两束光，通过上偏光镜后因相互干涉而加强。另一些波长的光通过检偏镜后因相干涉而抵消。所有未消失的各色光混合起来便构成了与该光程差相应的特殊混合色，它是由白光干涉而成，称为干涉色。

根据光程差的大小，出现五个级序的干涉色，第一级序里没有鲜蓝和绿色，由黑、灰、白、黄、橙、紫红色构成。其它级序依次出现蓝、绿、黄、橙、红等干涉色，级序越高、颜色越浅越不纯。灰白色是第一级序的特征，每个级序之末均为紫红色。五级以上由于近于白色，又称高级白。

(3) 锥光

观察在正交偏光的基础上再加上聚光镜，换用高倍物镜（如 63 倍），转入勃氏镜于光路中，便构成锥光系统见图 2-2，以便测定矿物的干涉图，轴性，光性正负等光学性质。其中聚光镜是由一组透镜组成，是把下偏光镜上来的平行偏光变成偏锥光。勃氏镜是一个凸透镜，与目镜一起放大锥光干涉图。



1—眼睛；2—目镜；3—视场光栏；4—勃氏镜；5—上偏光镜；6—物镜，7—物平面；
8—聚光镜；9—孔径光栏；10—下偏光镜；11—反光镜

图 2-2 锥光光学系统光路图

在偏锥光中除中央一条光线是垂直射入矿物外，其余均倾斜入射，越靠外倾角越大，产生的光程差一般也越大。非均质矿物光学性质是各向异性的，因此当许多不同方向入射光同时进入矿物后，到上偏光镜时所发生的消光和干涉现象也不同。所以在锥光镜下所观察到的应是偏锥光中各个入射光至上偏光镜所产生的消光和干涉现象的总和，结果产生了各式各样特殊的干涉图形。锥光下正是根据干涉图及其变化来确定非均质矿物的轴性（一轴晶或二轴晶）和光性正负等性质。均质矿物在正交偏光下呈全消光，因此锥光下不产生干涉图。光轴是指矿物不发生双折射的特殊方向。一轴晶有一个光轴，二轴晶有两个光轴的晶体。光射入一轴晶矿物，由双折射产生的两条偏光，其一振动方向永远和光轴垂直，各方向折光率相等，称为常光折光率 N_o ；另一偏光振动方向包含在光波传播方向及光轴所构成的平面上，其折光率随方向而异，称为非常光折光率 N_e ，即一轴晶有两个主折光率 N_e 和 N_o ，所以单偏光下有两个主要颜色。如果 $N_e > N_o$ ，称正光性晶体；若 $N_e < N_o$ ，称负光性晶体。对于二轴晶有三个主折光率 N_g 、 N_m 和 N_p ，所以单偏光下矿物应该有三个主要颜色。其中 N_g 为最大折光率， N_p 为最小折光率， N_m 为中间折光率。当 $N_g - N_m > N_m - N_p$ 时，称为正光性晶体；当 $N_g - N_m < N_m - N_p$ 时，称为负光性晶体。

2.2.2.2 矿物样品切片方位

非均质矿物的光学性质都和矿物的方位有关，因此只有在特定方位下测定的物理光学性质才具有鉴定矿物的意义。其中最有用的方位有两个。

(1) 入射光和矿物晶轴平行即垂直光轴的切片，这时在单偏光下矿物不显多色

性；正交偏光下全消光，通常是干涉色最低，呈现各种程度的灰色，转动物台无明显程度变化；锥光下一轴晶为一个黑十字与干涉色色圈组成的干涉图，二轴晶为一条黑带和干涉色色环组成的干涉图。具有这三种特征的矿物方位，可用来测定其轴性、光性正负、一轴晶

N。或二轴晶 N_m 的颜色及折光率。

(2) 入射光与晶轴垂直即平行光轴的切片，这时在单偏光下矿物多色性最显著；

正交偏光下干涉色最高；锥光下为迅速干涉图即略为转动物台干涉图变化很快。具有这三种光学特征的矿物方位可用来测定其最高干涉色，一轴晶 N_e 和 N_o (或二轴晶 N_m)的颜色和折光率。

通过测定以上矿物的物理光学性质，对照已知矿物物理光学性质手册，达到鉴定样品中物相的目的。

2.2.3 扫描电子显微镜

扫描电子显微镜是由电子光学系统，信号收集、图象显示和记录系统，真空系统三个基本部分组成。

(1) 电子光学系统。电子光学系统包括电子枪、电磁透镜、扫描线圈和样品室。

(2) 信号的收集和图像显示系统。二次电子、背散射电子和投射电子的信号都可采用闪烁计数器来进行检测。信号电子进入闪烁体后即引起电离，当离子和自由电子复合后就产生可见光。可见光信号通过光导管送入光电倍增器，光信号放大，即又转化成电流信号输出，电流信号经视频放大器放大后就成为调制信号。由于镜筒中的电子束和显象管中电子束是同步扫描的，而荧光屏上每个点的亮度是根据样品上被激发出来的信号强度来调制的，因样品上各点的状态各不相同，所以接收到的信号也不相同，于是就可以在显象管上看到一幅反映试样各点状态的扫描电子显微图象。

本实验中使用的设备为扫描电子显微镜 JSM-6480LV(日本电子)，能谱仪 Noran Osix(美国热电)。

2.2.4 X射线衍射物相分析

2.2.4.1 实验设备

(1) 高温 X 射线衍射仪：本仪器是日本玛珂科学仪器公司 (MAC Science Co. Ltd) M21X 超大功率 X 射线衍射仪，最大功率 21KW，额定管电压 20~60KV，最大额定电流 500mA，它有两个立式广角测角仪，测角仪半径 185mm， 2θ 测角范围 $0 \sim 130^\circ$ ，右侧测定室温样品，左测用于高温附件，有一个自动旋转阳极 (SAR)，振动小于 $0.2\mu\text{m}$ ，自动可调节缝隙装置；稳定度小于 0.005%；高温附件(最高温度 1500°C)，在真空、空气、惰性气氛中使用，循环水冷却，计算机控制系统，数据采集和数据解析软件，PDF2 数据库等。

(2) 自动旋转阳极 (SRA)：是 X 射线发生器的心脏。也是发生 X 射线的装置，它的基本工作原理是：高速运动的电子与物体碰撞时，发生能量转换，电子的运动受阻失去动能，其中一小部分能量转变为 X 射线，而绝大部分能量转变成热能使物体温度升高。

阴极—灯丝：一般绕成螺旋形，使用时加热灯丝以发射电子。

阳极—靶：阳极是 X 射线管中高速电子流撞击目标，通常称为靶。本仪器的靶为铜靶，工作时进行旋转。

2.2.4.2 X 射线物相分析

X 射线物相分析的任务是，利用 X 射线衍射方法，对试样中由各种元素形成的具有固定结构的化合物进行定性和定量分析，其结果不是试样的化学成分，而是由各种元素形成的具有固定结构的化合物的组成和含量。

(1) 原理

任何一种晶体物质（包括单质元素、固溶体和化合物）都有其确定的点阵类型和晶胞尺寸，晶胞中各原子的性质和空间位置也是一定的，因而对应有特定的衍射花样，即使该物质存在于混合物中也不会改变，所以可以像根据指纹来鉴别别人一样，根据衍射花样来鉴别晶体物质。因为由衍射花样上各线条的角度位置所确定的晶面间距 d ，以及它们的相对强度 I / I_1 ；是物质的固有特性，所以一旦未知物质衍射花样的 d 值和 I / I_1 ；与已知物质 PDF 卡片相符，便可确定被测物的相组成。

(2) PDF 卡片

自 1942 年，“美国材料试验协会”出版了衍射数据卡片，称为 ASTM 卡片。1969 年成立了“粉末衍射标准联合会”，由它负责编辑出版了粉末衍射卡片，简称 PDF 卡片。用这些卡片，作为被测试样 d - I 数据组的对比依据，从而鉴定出试样中存在的物相。

PDF 卡片如图 2-6 所示，为了便于说明，将卡片分为 9 个部分来介绍它的内容：

1) d 栏 含有四个晶面间距数项，前三项为从衍射图谱的 $2\theta < 90^\circ$ 中选出的三根最强衍射线所对应的面间距，第四项为该物质能产生衍射的最大面间距。

2) I/I_1 栏 含有的四个数项，分别为上述各衍射线的相对强度，这是以最强线的强度作为 100 的相对强度

d 4-0827	2.106	1.489	0.9419	2.431	MgO				★	
I/I_1 4-0829	100	52	17	10	MAGNESIUM OXIDE	PERICLASE				
Rad. Cu	λ 1.5405	Filter Ni			$d, \text{Å}$	I/I_1	hkl	$d, \text{Å}$	I/I_1	hkl
Dia.	Cut off	Coll.	d corr. abs.?		2.431	10	111			
I/I_1	Ref. SWANSON AND TATGE, J.C. FEL. REPORTS, NBS, 1949				2.106	100	200			
					1.489	52	220			
					1.270	4	311			
					1.216	12	222			
Sys. CUBIC (F.C.)	S.G. $O_h - Fm\bar{3}m$									
a_0 4.213	b_0	c_0	A	C	1.0533	5	400			
α	β	γ	Z 4		0.9665	2	331			
Ref. Intd.					0.9419	17	420			
					0.8500	15	432			
					0.8109	3	511			
ϵ_α	$n\omega\beta$ 1.732	ϵ_γ	Sign							
2V	D_x 3.581	mp	Color							
Ref. Intd.										
HIGH PURITY PHOSPHOR SAMPLE FROM RCA HEATED AT 1800°C FOR 3 HRS. AT 26°C TO REPLACE 1-1235, 2-1207, 3-0998										

图 2-3 PDF 卡片的格式和内容

3) 实验条件栏 其中：Rad. (辐射种类)； λ (波长)；Filter (滤波片)；Dia. (相机直径)；Cut off (相机或测角仪能测得的最大面间距)；Coll. (入射光阑尺寸)； I / I_1 (衍射强度的测量方法)； d corr. abs. ? (d 值是否经过吸收校正)；Ref. (本栏目和第 8 栏目的资料来源)。

4) 晶体学数据栏。其中：Sys. (晶系)；S.G. (空间群)； a_0 、 b_0 、 c_0 (晶轴长度)；A (轴比 a_0/b_0)；C (轴比 c_0/b_0)； α 、 β 、 γ (晶轴夹角)；Z (晶胞中相当于化学式的原子或分子的数目)；Ref. (本栏目资料来源)。

5) 光学性质栏。其中： ϵ_α 、 $n\omega\beta$ 、 ϵ_γ (折射率)；Sign (光性正负)；2V (光轴夹角)；D (密度)； D_x (x 射线法测量的密度)；mp (熔点)；Color (颜色)；Ref. (本栏目资料来源)。

6) 备注栏 试样来源、制备方法、化学成分，有时也注明升华点 (S. P.)、分解温度 (D. T.)、转变点 (T. P.)、衍射测试的温度等。

7) 名称栏 物相的化学式和英文名称，有机物则为结构式。在化学式之后常有一个数字和大写英文字母的组合说明。数字表示单胞中的原子数；英文字母表示布拉维点阵类型。

右上角的符号标记表示：★表示数据高度可靠；i 表示已指标化和估计强度，但可靠性不如前者；0——可靠性较差；C——衍射数据来自理论计算。

8) 数据栏 列出衍射线条的晶面间距 d ，相对强度 I/I_1 和衍射晶面指数 hkl 。

9) 卡片编号栏。

(3) PDF 卡片索引

索引是一种能帮助实验者从数万张卡片中迅速查到所需卡片的工具书。目前常用的索引有以下两种：(1) 数字索引。当被测物质的化学成分和名称完全未知时，可利用此索引。在此索引中，每一张卡片占一行，其中列出八根强线的 d 值和相对强度，物质的化学式和卡片号。字母索引。当已知被测样品的主要化学成分时，可应用字母索引查找卡片。字母索引是按物质英文名称第一个字母的顺序编排的，在同一元素档中又以另一元素或化合物名称的字头为序，在名称后列出化学式、三强线的 d 值和相对强度，最后给出卡片号。对多元素物质，各主元素和化合物名称都分别列在条目之首，编入索引。

(4) 定性分析方法

1) 获得衍射花样。用照相法或衍射仪法测定其粉末衍射花样。

2) 计算各衍射线对应的面间距 d 值，记录各线条的相对强度，按 d 值顺序列成表格。

3) 当已知被测样品的主要化学成分时，利用字母索引查找卡片，在包含主元素各物质中找出三强线符合的卡片号，取出卡片，核对全部衍射线，一旦符合，便可定性。

4) 在试样组成元素未知情况下，利用数字索引进行定性分析。首先在一系列衍射线中选出强度排在前三名的 d_1 、 d_2 、 d_3 ，在索引中找出 d_1 所在的大组，然后按次强线 d_2 的数值在大组中查找各 d 值都符合的条目，若符合，则按编号取出卡片，最后对比被测物和卡片上的全部 d 值和 I/I_1 ，若 d 值在误差范围内符合，强度基本相当，则可认为定性分析完成。检索 PDF 卡片可以用人工检索，也可以用计算机自动检索。

2.3 实验内容及步骤

2.3.1 钢中非金属夹杂物的金相鉴定

2.3.1.1 钢中非金属夹杂物的来源

(1) 外来夹杂物

1) 冶炼过程中被卷入的耐火材料或炉渣等。

2) 与原材料同时进入炉中的杂物。

外来夹杂物一般较粗大，是可以减少和避免的。

(2) 内生夹杂物。

1) 冶炼过程中加的脱氧剂及合金添加剂和钢中元素化学反应的产物，一部分在钢液凝固前没浮出而残留在钢中。

2) 在出钢和浇注过程中钢水和大气接触，钢水中容易氧化和氮化的元素被氧化、氮化的产物。

3) 从出钢到浇注过程中，随钢水温度下降，造成氧、硫、氮等元素及其化合物的溶解度降低，因而产生或析出各种夹杂物。

一般的讲，内生夹杂物较为细小，合适的工艺措施可减少其含量，控制其大小和分布，但不可能完全消除。

2.3.1.2 钢中非金属夹杂物对钢质量的影响

钢中非金属夹杂物的数量一般极少，但对材料性能的影响确不可忽视。其影响程度与夹杂物的类型、大小、数量、分布及可塑性有关。因为夹杂物所在之处往往成为疲劳裂纹的源地。夹杂物的危害主要是破坏了基体的均匀连续性，造成应力集中。其中不变形的夹杂物和塑性夹杂物相比对疲劳寿命影响更大。成群分布比弥散分布的危害也大得多。

不同的材料非金属夹杂物的要求也不同,例如在轴承钢中即使存在微量夹杂(点状不变形的夹杂,如铝酸盐)就会产生很大影响;相反地,某些钢中少量细小夹杂物的存在却是有益的。如硫化物可改善易切削钢的切削加工性能。细小、弥散分布的 Al_2O_3 、TiN、AlN可细化晶粒。

因此,如何消除与控制有害夹杂,创造和利用有益夹杂,还需进一步研究,探索新的冶炼工艺来提高钢的质量。所以开设了这门实验课,让大家能初步掌握这一方法。

2.3.1.3 实验内容

(1) 实验内容主要是观察三个试验。

- 1) 明场:观察夹杂物的外形、色彩、分布、塑性夹杂还是脆性夹杂?
- 2) 暗场:观察夹杂物的透明度、固有色彩。
- 3) 偏振光:观察夹杂物为各向同性还是各向异性及色彩和特性。

(2) 显微镜的应用与注意事项

- 1) 不能随便移动显微镜的部件,不能随便摸镜头。
- 2) 使用显微镜时,先将试样压好放在载物台上,用粗调旋钮将镜头下移到贴近试样表面,再用眼睛边观察边向上转动粗调旋钮,直到将视场调出为止。调视场时绝对不允许将镜头从上往下移动。

(3) 显微镜的照明方式

金相显微镜鉴定夹杂物主要用三种照明方法:即明视场照明、暗视场照明、偏振光照明。用这三种方法基本上可以对夹杂物进行鉴定。以前的科研人员已作了大量研究工作,对许多夹杂物进行了研究,并总结出几个表格。可以根据观察到的夹杂物在明场、暗场、偏振光照明时的各种现象对照这个表来确定夹杂物的类型。另外还有一些鉴定夹杂物的辅助方法,如测定夹杂物的显微硬度;根据夹杂物的化学性质用标准化学试剂腐蚀夹杂物来进一步判断夹杂物等。

2.3.2 炉渣和烧结矿的矿相分析

2.3.2.1 烧结矿和炉渣的制片方法

在偏光显微镜及矿相显微镜下研究工艺岩石(炉渣等)、工艺矿石(烧结矿、球团矿)以及天然岩石和矿石的矿物组成、晶体大小、含量及其结构、构造特征时,必须将上述样品磨制成高质量的光片及薄片。光片及薄片的磨制质量,对鉴定矿物和观察结构特征影响极大,如果磨制的片子质量不好,常常会影响鉴定工作的准确性。因此,必须学会磨制高质量的光片、薄片。

(1) 光片的磨制。工艺矿石(人造富矿)或天然矿石中的不透明矿物或半透明矿物,如磁铁矿、赤铁矿及褐铁矿等金属矿物,应磨制成一个大约为 $2\text{cm}\times 1.5\text{cm}\times 1\text{cm}$ 的长方形光片。矿石光片的磨制过程如下:

1) 样品准备 选择有代表性的铁矿石或人造富矿等样品。十分致密而坚固的样品可直接磨制;疏松散粒的样品,可先用树胶胶结加固后,再进行磨制。磨制光片所用矿石块可先用切片机,将矿块切成略大于 $2\text{cm}\times 1.5\text{cm}\times 1\text{cm}$ (或 $2.5\text{cm}\times 1.5\text{cm}\times 1\text{cm}$)长方形矿石块,然后进行磨制。

2) 粗磨 将切下的矿石块,放在磨片机的铁盘上进行粗磨,先用120号~150号金刚砂把矿石磨成 $2\text{cm}\times 1.5\text{cm}\times 1\text{cm}$ 到 $2.5\text{cm}\times 1.5\text{cm}\times 1\text{cm}$ 的长方形矿石光片,然后再用清水洗净。

3) 细磨 为了防止光片在细磨时有疏松碎屑掉下,在细磨前要用树胶胶结,再用400号~500号金刚砂在细而平的铁盘上进行细磨,直到把粗磨痕迹磨去为止,而后用清水洗净。洗净后换用800号~1000号金刚砂进行研磨,直到把400号~500号金刚砂细磨留下的痕迹磨去为止,用清水洗净。最后用氧化铝泥浆在玻璃板上精磨,磨到消除所有擦痕,使光片表

面光滑有发光感觉时，再用清水洗净。

4) 磨光(抛光、打光) 将细磨好的光片在抛光机上磨光。抛光机实际上是在磨片机的铁盘上蒙上一层磨光布(丝绒、呢绒和帆布)，周围用金属圈紧紧卡住。磨光时可根据矿物软硬程度不同，选择不同的磨料和磨光布。一般较硬的矿石，如铁矿石、烧结矿和球团矿等用氧化铬粉在丝绒上进行磨光，效果很好。光片磨光后在清水中漂洗，再用干丝绒和麂皮把光面轻轻擦干切忌用手摸。

5) 编号 光片磨成之后，必须随即编号，以免混错。编号时，可先在光片的侧面或底面涂上白漆，然后以绘图墨水或黑、红油漆写上编号。这些工作作完后，即可供矿相显微镜观察、鉴定和研究。人造富矿光片用完后，最好放在干燥器中保存，以免光片粉化。

(2) 薄片的磨制。准确地鉴定天然矿石、人造富矿中的透明矿物和半透明矿物(如橄榄石、硅灰石及铁酸钙等)的组成，需要制作样品厚度为 0.03mm 的透明薄片。制作方法是把矿石切成略大于 2.5cm×1.5cm×0.5cm 厘米的长方形或其它形状的矿块，先将其一面经粗磨、细磨直到在玻璃板上细磨后，在清水中洗净。用固体光学树胶，把细磨光面粘在载玻璃片上，再反过来经粗磨到细磨一直磨到厚度为 0.03mm，用液体光学树胶把盖玻璃粘在矿片的表面上。薄片是由很薄的矿片、载玻璃及盖玻璃所组成。疏松样品在磨制薄片前，须浸在树胶中煮胶，然后再制成薄片。

2.3.2.2 偏光显微镜的调节与校正

(1) 装卸镜头。装目镜将选用的目镜插入镜筒上端，使十字丝在前后、左右方向上。

装卸物镜因显微镜类型不同，物镜的装卸有下列几种情况：

- 1) 如果几个不同倍数的镜头已安装于一个可以转动的圆盘上，将需用的物镜转到镜筒之下即可。但必须转到似有阻碍时为止，转过头或未转到位置都会使物镜偏离镜筒中轴。
- 2) 有的显微镜是利用螺旋来装卸镜头的，在镜筒之下有螺丝口，将选用的物镜旋上即可。
- 3) 某些显微镜是以弹簧夹将物镜夹住，但必须将物镜上的小钉夹于夹子的凹处，才能卡紧。

(2) 调节照明(对光)。装上中倍物镜(10X 或 8X)与目镜以后，轻轻推出上偏光镜与勃氏镜，打开锁光圈，转动反光镜对准光源，直到视域最亮为止。如果视域总对不亮，则可去掉目镜从镜筒内观察光源的象，若看不见光源，说明反光镜位置不对，或有的障碍。去掉障碍，转动反光镜直到光源照亮整个视域或其中部分为止。再装上目镜视域必然最亮。

(3) 调节焦距(准焦)。调节焦距主要是为了能使物象清楚可见，其步骤如下：

- 1) 将欲观察的矿物薄片(必须使盖玻璃向上)置于载物台中心，用弹簧夹夹紧。
- 2) 从侧面看着镜头，转动粗动螺旋，将镜筒下降到最低位置(高倍物镜下降到与薄片接触为止)。

3) 从目镜中观察，同时转动粗动螺旋使镜筒缓缓上升，直至视域内物象清楚止。准焦以后，物镜前端与薄片平面间的距离称为工作距离，其长短因放大倍数而不同放大倍数低，工作距离较长，反之工作距离短。

在调节焦距时，绝不能眼睛看着镜筒内而下降镜筒。因为这样容易撞碎薄片并损坏头。在调节高倍物镜焦距时，尤应注意。因为高倍物镜的工作距离很短，准焦后镜头几与薄片平面接触。如果薄片上的盖玻璃朝下放时，则根本对不准焦点。因而，最容易发压碎薄片及损坏镜头事故。

此外，在进行显微镜工作时，要学会两眼同时睁开看，这样既可以保护视力，又便绘图。

(4) 校正中心。在显微镜的机械系统中，载物台的旋转轴、镜筒中轴、物镜中轴和镜中轴应当严格地在一条直线上。当它们是在一条直线上时，旋转物台时视域中心的物不动，其周围的物象则绕视域中心作圆周运动(图 2-4a)。如果它们不在一条直线上(中心不正)，旋转物台时，视域中心的物象将离开原来位置，连同其它部分的物象绕另中心旋转(图 2-4b)。这样就可能把视域内有的物象转出视域之外，影响对矿片光学性的鉴定，对于某些光学性质则根本不能鉴定。因此，必须进行校正中心工作，使它们在一条直线上。

2.3.2.3 冶金炉渣和烧结矿的矿物观察

(1) 明视场下观察:光线由照明器引入垂直照射在样品上，再由样品表面反射至目镜以供观察，这种情况叫明视场观察。在明视场下可以观察到样品表面上的矿物(夹杂物)的组织、形状、颗粒及其大小分布、数量、色彩、反射能力，还可测显微硬度等。上述某些性质可以作为鉴定物相的依据。

(2) 暗视场下观察:光线斜照在光片上，当斜射的光线照在不透明矿物上时就向一侧反射，这些光不能进入目镜，视域黑暗，称暗视场。部分斜光照射到透明或半透明矿物时，部分光线透视到矿物内部，有的遇到反射体而产生垂直向上的反射光进入目镜，这样在暗场下能看到透明矿的内反射现象。有些矿物反射色鲜明，比较特殊可以作为鉴定这些矿物重要的鉴定特征。有些矿物反射色极相似，但仔细观察也略有区别，也可帮助鉴定矿物。在透明及半透明矿物中根据内反射特点鉴定矿物也比较重要。

(3) 偏光下观察:当插入前偏光镜及上偏光镜时，在正交偏光下可以鉴别矿物的均质性和非均质性。旋转载物台一周，均质矿物(光学性质各向相同)显示黑暗或灰暗;非均质矿物(光学性质各相相异)在 360°转动范围内有四次发亮。上述现象可作为鉴定矿物的依据之一。

(4) 光片的浸蚀鉴定:把一定浓度的化学试剂涂在光片表面上浸蚀，待一定时间在显微镜明视场下观察，根据各种矿物对不同试剂的反应特征来鉴定矿物的方法叫浸蚀鉴定。浸蚀鉴定是矿相显微镜鉴定矿物的一个重要方法。

(5) 观察薄片和光片:测量矿物颗粒直径的大小及各种矿物的含量，这对于研究炉渣相和人造矿(烧结矿、球团矿)的化学成份、形成条件及性质，都具有实际意义和理论义。

(6) 通过上述各种方法对样品物相的光学的、化学的以及其它物理形状的测定观察，经过综合分析及对照，一般说对矿物能做出准确的鉴定。

(7) 对炉渣、烧结矿进行矿物组成定量分析，可以采用目测比较法来目估矿片中矿物的百分含量，目估矿物含量比较图见图 2-3。对组织结构进行正确描述，对典型组织结构照相。常见烧结矿、高炉渣、转炉渣见图 2-4 至 2-5。

2.3.3 利用扫描电镜和能谱仪对钢中夹杂物和矿相进行分析及测定

将在金相显微镜下观察的金属样，在扫描电镜下再进行观察分析，测定夹杂物的类型。实验步骤如下:

- (1) 将磨制好的金相样品放入扫描电镜样品室;
- (2) 电镜进行抽真空，使样品室 10^{-4} 托;
- (3) 达到真空后，加入电镜高压，电镜图像出现;
- (4) 寻找样品中夹杂物，判定其形状和大小;
- (5) 找到夹杂物后，利用能谱仪判定其为哪种类型的夹杂物、或为空洞及外来物。

2.4 实验报告要求

- (1) 说明实验目的;

- (2) 简要说明显微镜工作原理和扫描电子显微镜与能谱仪工作的原理;
- (3) 描述试样制备过程和整个实验过程;
- (4) 简明表明实验得出的物相分析结果 (钢中夹杂物和矿样中的主要矿物);
- (5) 写出给定 X 衍射谱线的物相类型。

2.5 思考题及作业

- (1) 岩相显微镜与矿相显微镜的区别是什么?
- (2) 什么矿物在透射光下观察? 什么矿物在反射光下观察?
- (3) 烧结矿和炉渣的矿物检验步骤有那些?
- (4) 。

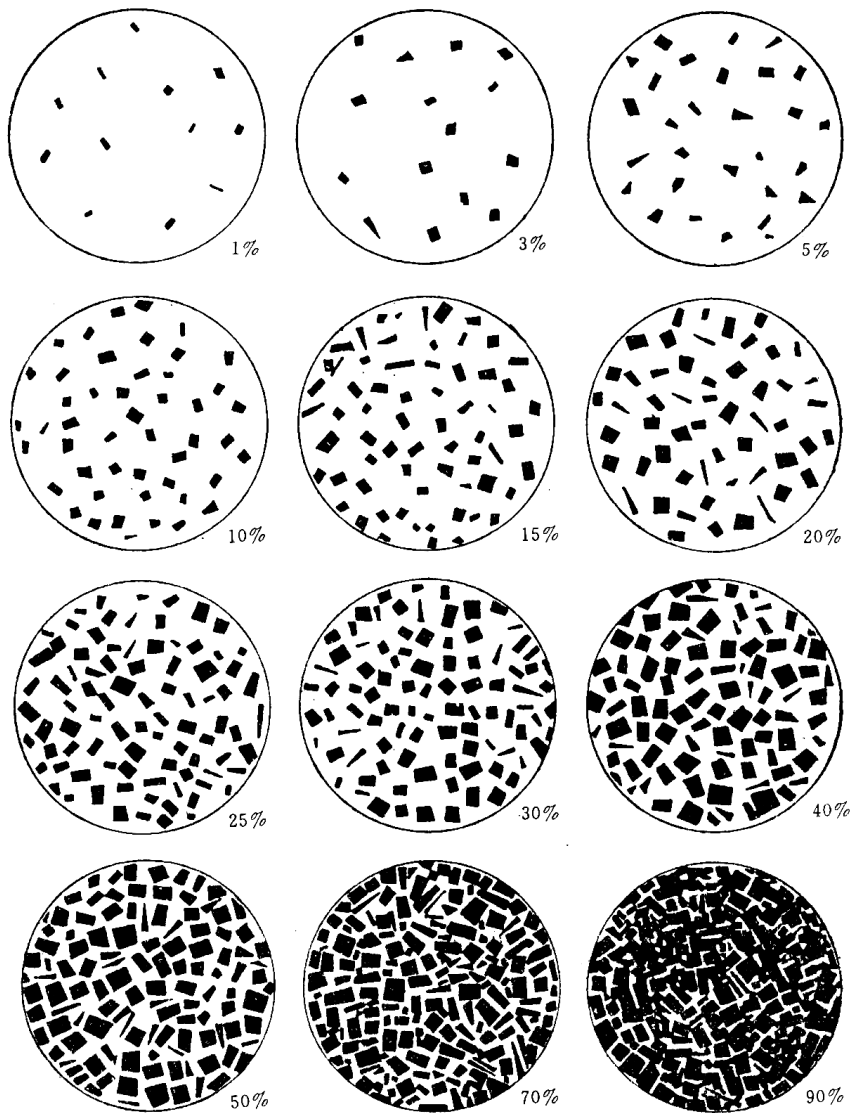


图 2-4 矿物百分含量对比标准图

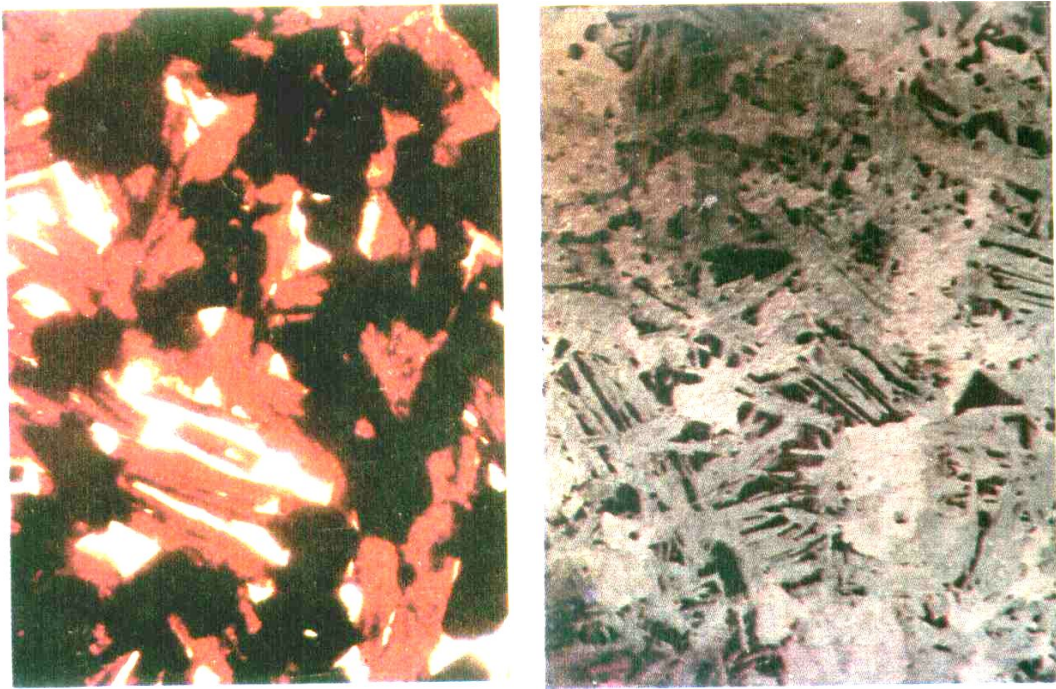


图 2-5 烧结矿照片 (透光, 320×) 照片 5-20 烧结矿照片(反光, 320×)

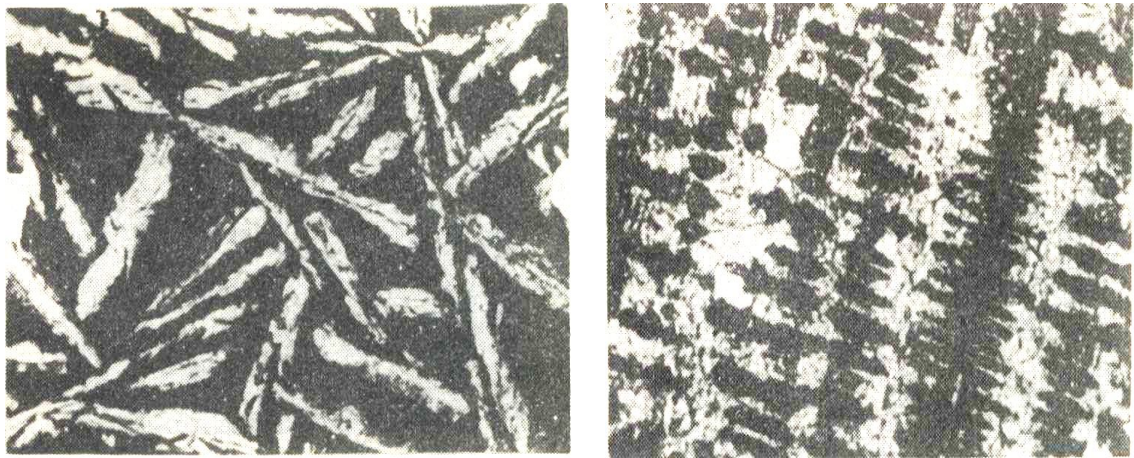


图 2-6 转炉终渣(三钙渣)的网络结构照片
主要有硅酸三钙和 β -硅酸二钙羽毛状钙钛矿和钛辉石

3 铁矿石冶金性能综合实验

【实验性质】 综合性实验；学时：4

3.1 实验目的

铁矿石（烧结矿、球团矿、块矿）的还原性、低温还原粉化性能、荷重软化性能、球团矿的还原膨胀性能、块矿的热裂性能等冶金性能指标是高炉炼铁原料的重要质量指标，具有良好冶金性能的铁矿石，对于高炉炼铁提高产量、降低焦比、改善高炉冶炼过程的积极作用，可使高炉炼铁获得良好的经济效益。

通过本实验，了解铁矿石（烧结矿、球团矿、块矿）的还原性、低温还原粉化性能、荷重软化性能、球团矿的还原膨胀性能、块矿的热裂性能等冶金性能指标对铁矿石的冶金性能做出评价。

通过实验，进一步巩固所学冶金过程热力学、动力学、传输原理、矿物学等专业基础知识，并运用所学知识，对影响铁矿石冶金性能的相关因素进行分析讨论，提高理论联系实际的水平。

了解铁矿石冶金性能测定方法、设备的原理及基本操作技能。

通过实验，使得同学们的动手能力和分析问题与解决问题的能力得到提高。

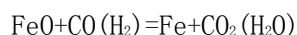
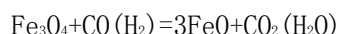
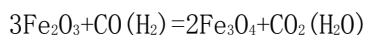
3.2 实验内容

- (1) 铁矿石（烧结矿、球团矿、块矿）900℃间接还原性能检测；
- (2) 烧结矿 500℃低温还原粉化性能检测；
- (3) 球团矿 900℃还原膨胀性能检测；
- (4) 块矿的爆裂性能；
- (5) 铁矿石荷重软化性能实验。
- (6) 焦炭反应性及反应后强度
- (7) 本实验为综合性实验，将根据教学大纲和学时的需要，重点选择 1-2 个实验来。其它实验将作为本科生教学开放实验

3.3 实验设备及操作

3.3.1 铁矿石 900℃间接还原性能 RI 检测实验

现代高炉生产中，铁矿石的还原是高炉冶炼要完成基本任务，还原过程包括两部分，既间接还原和直接还原。间接还原是指还原剂是气体为即 CO 或 H₂ 的还原过程；直接还原是指用固体 C 完成的还原。间接还原是高炉上部最主要的反应，在目前高炉冶炼技术条件下，尽量发展间接还原。充分利用高炉煤气中的 CO(H₂)，对于改善高炉冶炼过程的能量利用，降低焦比具有重要的意义。间接还原的反应是由高价氧化物到低价氧化物的反应，即：

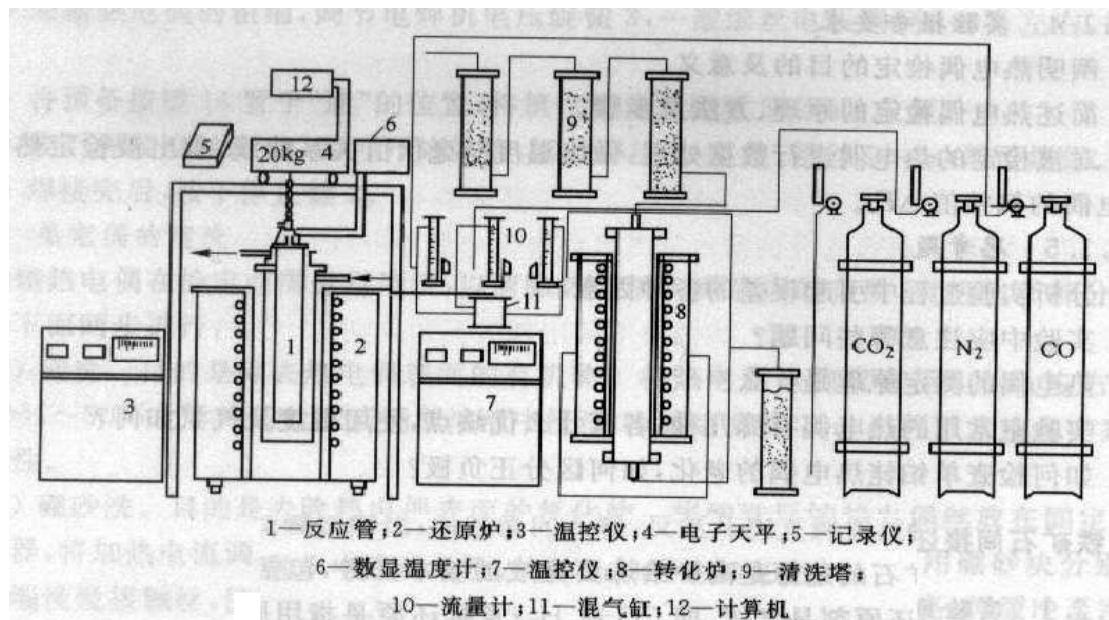


所谓铁矿石的还原性，是指铁矿石中的氧化铁被 CO(H₂) 还原的难易程度。高炉工作者力求铁矿石具有良好的还原性，因此需要通过实验测定铁矿石的还原性。还原性是评价铁矿石冶炼价值的重要指标。

3.3.1.1 实验原理和设备

在本实验采用热天平失重法，其原理为：在 900℃条件下，将悬挂于电子天平下反应管内的 500 克铁矿石通入还原气体 CO 或 H₂，铁氧化物中的氧与还原性气体发生反应，生成 CO₂ 或 H₂O 而排出反应管外，铁矿石因失氧而重量逐渐减轻，这样便可计算出各时刻的相对还原度；画出还原度随时间变化的还原曲线。

本实验方法为《铁矿石的还原性测定方法》GB/T13241-91 标准方法，该方法参照 ISO7215 标准实验装置见图 3-1。



1—反应管；2—还原炉；3—温控仪；4—电子天平；5—记录仪；
6—数显温度计；7—温控仪；8—转化炉；9—清洗塔；
10—流量计；11—混气缸；12—计算机

图 3-1 铁矿石还原实验装置系统图

3.3.1.2 实验步骤

将铁矿石（烧结矿、球团矿、块矿）样品在 105℃温度下烘干 120 分钟，以除去水分，铁矿石试样重 500 克，粒度为 10—12.5mm，为保证粒度需用 10—12.5mm 的标准筛进行试样筛分。

将试样置于还原反应管中，还原反应管用耐热钢制造，内径 75mm，中部有带空隔板，隔板上放式样，隔板下放高铝球，用于预热还原气体。

装好试样的反应管吊在天平下面，置于还原炉中，还原炉内径 130mm，其加热元件为铁铬铝电炉丝，工作管为高铝螺纹管。还原炉由可控硅温控电源供电，并且自动保持恒温。

升温时先往反应管内通干燥的氮气作为保护气体。2 小时内将温度升至 900℃，保温 30 分钟，然后在通入还原气体 CO (H₂)，开始记录数据。还原气体组成为 CO: N₂=30%: 70%，还原气体流量为 15 升/分。通气还原前验证电子天平的灵敏度，通气后要调整好气体的流量。还原时间为 180 分钟。还原结束，停止通入还原气体，断电冷却，向还原管内通入 N₂ 保护试样下冷却至室温，观察还原后样品，为以后的软化和融滴实验做准备的样品。

900℃间接还原性能检测实验结果以还原性即“RI”表示：

$$RI = \left[\frac{0.11B}{0.43A} + \frac{m_1 - m_t}{0.43A \times m_0} \times 100 \right] \times 100\%$$

式中：A、B 分别为试样的 TFe 和 FeO 含量（%）；

m₀ 为试样的质量（g）；

m₁, m_t 分别为还原开始前和还原到 t 分钟试样的质量（g）。

实验完毕，整理数据计算还原度，并画出还原度与还原时间的关系曲线图 3-，图 3-例和图 3-2。

时间 (分)	减重 (g)	Ri (%)	时间 (分)	减重 (g)	Ri (%)	时间 (分)	减重 (g)	Ri (%)
0	0.0	0.5	40	35.1	26.3	120	57.4	42.5
3	4.0	3.4	50	39.1	29.1	130	59.8	44.3
6	8.4	6.7	60	42.6	31.7	140	61.9	46.9
9	12.6	9.7	70	44.8	33.3	150	64.4	47.7
12	16.6	12.7	80	47.4	35.3	160	66.8	49.4
15	19.6	14.9	90	50.1	37.2	170	69.2	51.2
20	24.2	18.2	100	52.6	39.1	180	71.7	53.0
30	30.5	22.9	110	54.8	40.7			

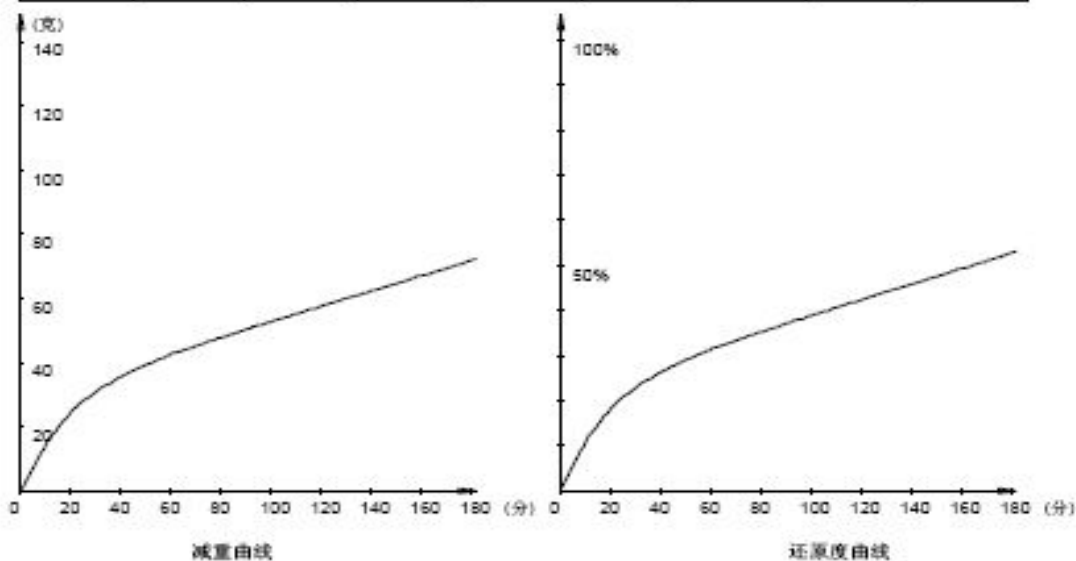


图 3-2: 实验结果示例

3.3.2 铁矿石 500℃低温还原粉化性能 RDI 检测实验

铁矿石发生低温还原粉化的原因是铁矿物 400~600℃低温还原时发生的晶型转变，再生的赤铁矿由 α Fe_2O_3 转变为 γ Fe_2O_3 ，前者为三方晶系六方晶格，后者为等轴晶系立方晶格，晶格的转变造成结构扭曲，产生极大的内应力，导致在机械作用下严重的碎裂。影响铁矿石低温还原粉化性能的因素是多方面的，包括铁矿石的化学成分、矿物组成、还原性等方面。

3.3.2.1 500℃低温还原粉化性能的试验方法及设备

采用《铁矿石低温粉化试验静态还原后使用冷转鼓方法》GB/T13242-91 标准方法。

实验设备与间接还原设备相同，见图 3-1。

3.3.2.2 实验步骤

(1) 将铁矿石样品在 105℃ 温度下烘干 120 分钟，以除去水分，铁矿石试样重 500 克，粒度为 10—12.5mm，为保证粒度需用 10—12.5mm 的标准筛进行试样筛分。

(2) 将试样置于还原反应管中，还原反应管用耐热钢制造，内径 75mm，中部有带空隔板，隔板上放试样，隔板下放高铝球，用于预热还原气体。

(3) 试样在 500℃ 温度下通过 15 升/分的还原气体，还原气体由 20%CO+20%CO₂+60%N₂ 组成，试样还原时间为 60 分钟。试样经还原后用纯 N₂ 气保护冷却至室温后称重，然后置于 Φ 130×200mm 的标准转鼓内以 30 转/分的速度转 10 分钟，倒出后用 6.3、3.15 和 0.5mm 的方孔标准筛过筛称重，试验结果分别以 “ $RDI_{+6.3}$ ”、“ $RDI_{+3.15}$ ” 和 “ $RDI_{-0.5}$ ” 表示

$$\text{低温还原强度指数: } RDI_{+6.3} = \frac{m_{D1}}{m_{D0}} \times 100\%$$

$$\text{低温还原粉化指数: } RDI_{+3.15} = \frac{m_{D1} + m_{D2}}{m_{D0}} \times 100\%$$

$$\text{低温还原抗磨指数: } RDI_{-0.5} = \frac{m_{D0} - (m_{D1} + m_{D2} + m_{D3})}{m_{D0}} \times 100\%$$

式中： m_{D0} 为还原后转鼓前试样的质量（g）；

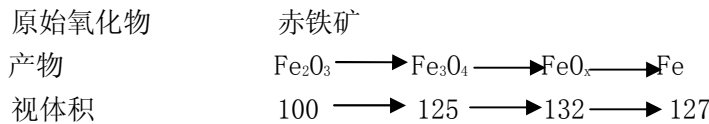
m_{D1} 、 m_{D2} 、 m_{D3} 分别为转鼓后留在6.3mm，3.15mm，0.5mm筛上试样的质量（g）；

其中 $RDI_{+3.15}$ 作为考核指标，要求 $RDI_{+3.15}$ 大于60%。

(4) 实验完毕，整理实验数据，计算铁矿石低温还原粉化性能各项指标，撰写实验报告。

3.3.3 球团矿 900℃还原膨胀 RSI 性能检测实验

高炉炼铁使用的球团矿为氧化球团矿，其主要成分为赤铁矿。球团矿在 900—1000℃还原时将发生体积变化。



体积膨胀，将造成球团矿的破碎。

3.3.3.1 900℃还原膨胀性能的实验方法及设备

采用国家标准《铁矿球团相对自由膨胀指数的测定方法》GB/T13240-91 标准方法进行，实验设备与间接还原设备相同，见图 3-1。

3.3.3.2 实验步骤

将球团矿样品在 105℃温度下烘干 120 分钟，以除去水分，取直径 ϕ 10.0-12.5mm 18 个球，分三层装入球团矿还原膨胀指数测定容器，置于反应管中，在 900℃温度下恒温还原 60 分钟，还原气体成份由 30%CO+70%N₂ 组成，流量为 15 升/分，测定球团矿在还原前后的体积变化，并计算它的百分率，用 RSI 表示。球团矿的体积采用累计直径法取测定 10 次的平均值计算。球团矿的 900℃还原膨胀率要求 <20%

实验完毕，整理实验数据，计算球团矿的 900℃还原膨胀率，撰写实验报告。

3.3.4 块矿热裂性能检测实验

由于部分赤铁矿或褐铁矿含有部分结晶水，在加入到高炉中后受到还原气体的高温作用，结晶水的分解和剧烈蒸发将造成铁矿石的碎裂，产生粉末，影响高炉的料层透气性。

块矿热裂性能的实验方法及设备：

参照 ISO8371 进行。实验设备与间接还原设备相同，见图 3-1。

3.3.4.1 实验步骤

实验试样 500g，10 份，粒度为 20—25mm，经过 105℃，2 小时烘干。将试样防入直径 75mm 的反应管，升温，升温速度为 30 分钟升到 700℃，升温过程通入纯氮，流量 15 升/分。到 700℃，断电冷却，并通入空气，流量 15 升/分，冷却到室温，取出过 6.3mm 筛子，以 <6.3mm 的所占比例作为热裂指数，以 DI 表示。实验结果取十组数据平均值。

实验完毕，整理实验数据，计算块矿的热裂性能，撰写实验报告。

3.3.5 铁矿石荷重还原软化温度测定实验

铁矿石（包括烧结矿、球团矿及天然富矿）加入到高炉后，在炉内下降过程中被逐渐加热，达到一定温度后，开始软化，变为半熔化状的粘稠物，随着温度的继续增加，最后变为液体。铁矿石软化后，其气孔度显著减小，一方面影响还原气体的扩散，不利于铁矿石的还原，未还原铁矿石的进一步还原将需要大量的热量，消耗更多的焦炭；另一方面将恶化高炉料柱的透气性，对高炉冶炼产生不利的影响。

同时，铁矿石开始软化温度及软化温度区间在相当大的程度上决定着初渣的性质和成渣带的大小。因此，铁矿石软化温度及软化温度区间的测定结果，对高炉配料及铁矿石评价具有重要意义。

本实验以实验样品在还原条件下由热膨胀到开始收缩 4%时的温度，定义为开始软化温度；样品剧烈收缩 40%时的温度，定义为软化終了温度；开始软化点及软化終了点之间的温度，定义为软化温度区间。不同种类的铁矿石在氧化条件下的软化温度要比在还原条件下高 100—300℃。

3.3.5.1 实验方法及设备

铁矿石的软化性能测定没有标准，采用北京科技大学设定的方法。实验设备包括：软化炉一台；DWK—702 可控硅温控电源一台及氮气瓶一只。实验装置示意图见图 3-3。

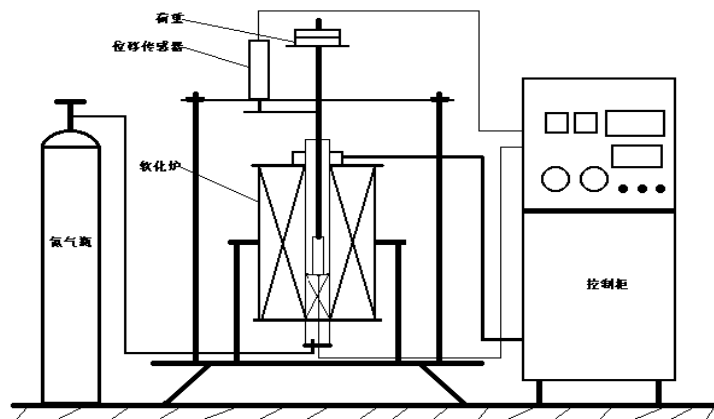


图 3-3：铁矿石荷重软化实验装置

3.3.5.2 实验步骤

(1) 接通电源，按照操作规程打开 DWK—702 温控电源和程序温度给定仪，根据自控曲线设定的升温速度（0—600℃，10℃/分；600℃—1000℃，5℃/分；1000℃以上，3℃/分）开始升温。

(2) 称取试样，装入反应管中并加以振动，使得试样在反应管内达到一定的高度，将带孔压盖放在试样上。

(3) 当软化炉温度达到 500℃时，从软化炉下部通入 N₂（流量为 1 升/分），将反应管放入软化炉，并插入刚玉压杆。刚玉压杆与带孔压盖连为一体，刚玉压杆上端与钢制压杆连接，反应管处于中心，压杆垂直作用在试样上。

(4) 在压杆上放置荷重，使试样处于 0.5kg/cm²的荷重下，将位移传感器与压杆连接。

(5) 当温度达到 600℃时，位移传感器校正零点，同时通入 30%CO+70%N₂的还原气体。或者使用预还原的试样，在 N₂气氛条件下进行实验。

(6) 从 600℃开始，每 50℃记录一次温度和位移传感器的指示数值。一般情况下，试样在 1000℃以下为膨胀阶段；1000℃以上开始收缩（即开始软化）；当收缩剧烈时，要及时记录温度。

(7) 实验完毕，关闭 DWK—702 温控电源和程序温度给定仪，切断电源。软化炉温度达到室温时，取出反应管，整理实验环境。

根据实验结果记录的数据，扣除空白膨胀软化实验结果，绘制铁矿石荷重软化曲线，并结合其它数据进行简要分析，得出恰当的结论。

铁矿石荷重软化曲线参考图见图 3-4。

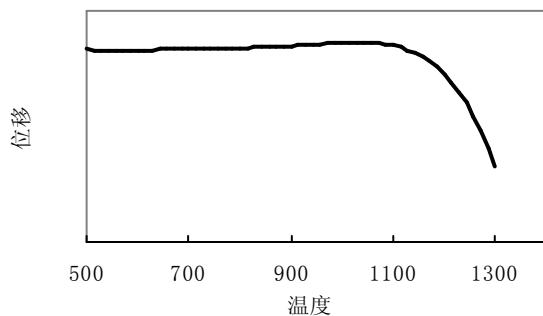


图4：铁矿石荷重软化曲线

3.3.6 焦炭反应性及反应后强度

焦炭是高炉炼铁的主要原料之一。它提供高炉炼铁还原过程中所需要的还原剂、发热剂；同时作为骨架起到支撑料柱的作用。良好的焦炭反应性能将使得焦炭具有优良的高温热强度，改善高炉下部透气性，强化冶炼操作，提高产量。

焦炭反应性是指高温条件下焦炭与 CO_2 的发生的碳素溶解反应，对于高炉炼铁生产来讲，希望反应性低一些，反应后强度高一些。

3.3.6.1 实验方法及设备

本实验按照《焦炭反应性及反应后强度实验方法》GB / T4000-1996 标准进行实验设备见图 3-5。

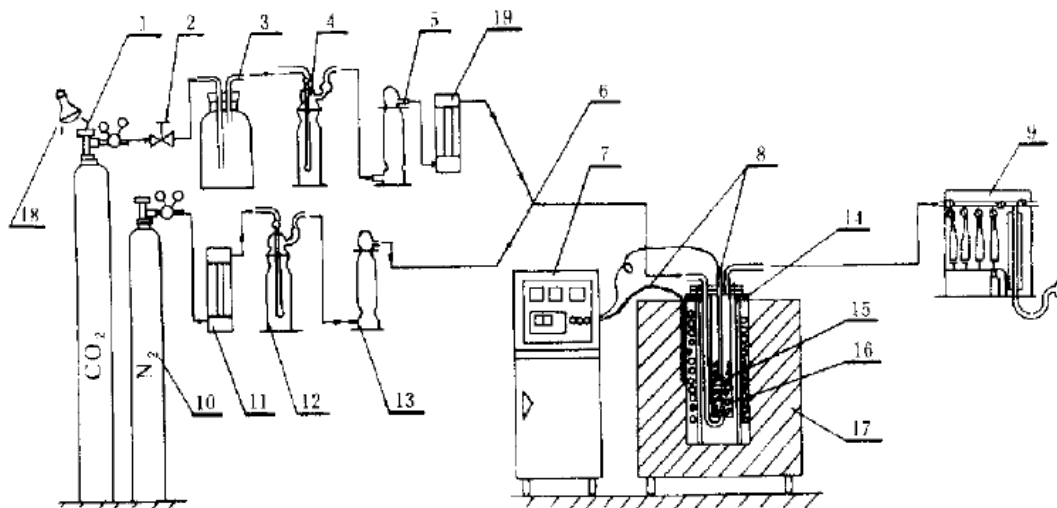


图 5 试验流程图

- 1—二氧化碳钢瓶；2—针形阀；3—缓冲瓶；4—浓硫酸洗气瓶；
 5、13—干燥塔；6—玻璃三通活塞；7—精密温度控制装置；
 8—热电偶；9—气体分析仪；10—氮气钢瓶；11、19—转子流量计；
 12—焦性没食子酸洗气瓶；14—托架；15—试样；16—反应器；

3.3.6.2 实验步骤

(1) 将焦炭制成粒度 21—25mm 试样，取 200g 在 105℃干燥 2 小时。然后放入反应管放入高温炉中。

(2) 接通电源，按照操作规程打开温控电源和程序温度给定仪，开始升温。

(3) 开始升温后，往反应管内通干燥的氮气作为保护气体，防止焦炭烧损。升温速度为 15℃/分，温度升至 1100℃，保温 30 分钟，停止氮气通入，然后在通入 CO₂，气体流量为 5 升/分，反应时间为 2 小时，反应结束，断电，停止 CO₂通入，然后通入氮气保护冷却试样冷却到室温。

(4) 从反应管中取出反应后的样品，称重，记录。将试样加入到 I 型转鼓，在 20rpm 条件下转动 30 分钟，取出样品，按 Φ18，Φ15 和 Φ10mm 三级园孔筛过筛分别称重，并记入实验记录

(5) 结果计算

焦炭反应性指标以损失的焦炭质量占反应前焦炭样总质量的百分数表示。焦炭反应性 CRI%按下式计算。

$$CRI = \frac{m - m_1}{m} \times 100\%$$

式中：m 为焦炭试样重量；m₁ 为反应后焦炭残存重量。

反应后强度指标以转鼓后大于 10mm 粒级焦炭占反应后残余焦炭的质量百分数表示，反应后强度 CSR%按下式计算。

$$CSR = \frac{m_2}{m_1} \times 100\%$$

式中：m₂ 为转鼓后大于 10mm 焦炭重量。

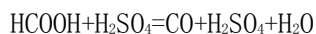
(6) 实验完毕，整理实验数据，根据数据计算焦炭反应性及反应后强度，撰写实验报告。

3.4 附：气体的制备与净化

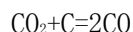
实验用气体有三种：CO、H₂和 N₂。

H₂、N₂有气体厂购来，瓶装 5m³，150 大气压。纯度为 99.9%。脱水处理一般用硅胶或用 Ca(OH)₂作吸水剂。有时也用浓硫酸脱水。

CO 的制备方法有两种：一是用硫酸作用于甲酸，反应式如下：



另一种方法是用二氧化碳与炽热的焦炭反应，反应式如下：



将粒度为 6.3—12.5mm 的焦炭煤气发生炉炉管内，升温到 1200 度，通入 CO₂，即按上式反应，CO₂转化为 CO。

比较这两种方法。第一种方法得到纯 CO，但价钱较贵；第二种方法价廉，但 CO 不纯经常混有 CO₂。CO 气体一般要经过氢氧化钾溶液或钠石灰，吸收其中多量 CO₂，在用浓硫酸或氢氧化钙等吸水。

3.5 铁矿石冶金性能实验报告要求

根据所完成的实验，撰写实验报告，实验报告内容包括相关实验的：

- (1) 实验目的；
- (2) 实验原理及设备；
- (3) 实验步骤；
- (4) 整理实验数据绘制曲线图 3-，计算实验结果，得到相应结论；
- (5) 分析影响铁矿石冶金性能的因素。

4 熔点粘度测定实验

【实验性质】 综合性实验；学时：4

4.1 实验目的

冶金熔体（包括金属和炉渣）的物理性质对冶金生产工艺过程的控制有重要作用，冶金熔体的主要物理性质包括粘度、密度、表面张力、熔化温度、倒电率等。炉渣的熔化温度（熔化区间）和粘度是冶金熔体的重要物理性质，对冶金过程的传热、传质及反应速率均有明显的影响，在生产中，熔渣与金属的分离，有害元素的去除，能否由炉内顺利排出以及对炉衬的侵蚀等问题均与其密切相关。因此需要了解掌握冶金熔体的特性。

冶金生产所用的渣系(如高炉渣，转炉渣，保护渣，电渣等)，无论是自然形成的还是人工配制的，其成分都很复杂，因此很难从理论上确定其熔化温度和粘度，经常需要由实验测定，以便对冶金生产提供一个参考依据。

- (1) 掌握测定熔体熔化温度和粘度的原理及方法；
- (2) 熟悉实验设备的使用方法和适用范围及操作技术；
- (3) 测定某炉渣粘度随温度的变化规律，并绘出温度—粘度曲线。
- (4) 分析造成实验误差的原因和提高实验精度的措施。

4.2 实验内容

4.2.1 炉渣熔化温度的测定

4.2.1.1 实验原理

按照热力学理论，熔点通常是指标准大气压下固—液二相平衡共存时的平衡温度。炉渣是复杂多元系，其平衡温度随固—液二相成分的改变而改变，实际上多元渣的熔化温度是一个温度范围，因此无确定的熔点。在降温过程中液相刚刚析出固相时的温度叫开始凝固温度(升温时称之为完全熔化温度)，即相图中液相线(或液相面上)的温度；液相完全变成固相时的温度叫完全凝固温度(或开始熔化温度)，此即相图4-中固相线(或固相面)上的温度；这两个温度称为炉渣的熔化区间。由于实际渣系的复杂性，一般没有适合的相图供查阅，生产中为了粗略地比较炉渣的熔化性质，采用一种半经验的简单方法，即试样变形法来测定炉渣的熔化温度区间。常用的方法有差热分析法、热丝法和半球法（试样变形法）等。

多元渣试样在升温过程中，超过开始熔化温度以后，随着液相量增加，试样形状会逐渐改变，试样变形法就是根据这一原理而制定的。如图 4-1 所示，随着温度升高，圆柱形试样

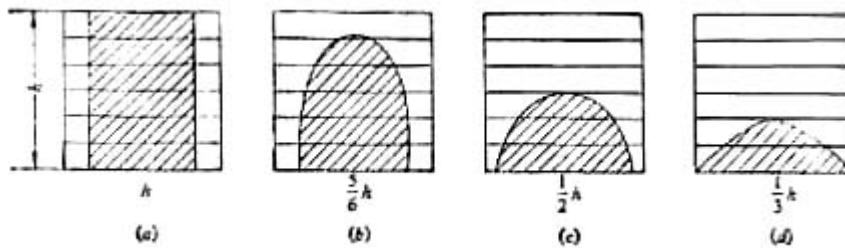


图 4-1 熔化过程试样高度的变化
(d) 准备试样；(b) 开始熔化温度；(c) 高度降低 1/2；
(d) 接近全部熔化

由(a)经过烧结收缩,然后逐步熔化,试样高度不断降低,如(b)、(c)所示,最后接近全部熔化时,试样完全塌下铺展在垫片上(d)。由此可见,只要规定一个高度标记,对应的温度就可以用于相对比较不同渣系熔化温度的高低,同时也可比较不同渣熔化的快慢,析出液相的流动性等。习惯上取试样高度降到1/2时的温度为熔化温度。用此法测得的熔化温度,既不是恒温的,又无平衡可言,绝不是热力学所指的熔点或熔化温度,而只是一种实用的相对比较的标准。

4.2.1.2 设备与操作

实验装置如图4-2所示,它可分为高温加热系统,测温系统和试样高度光路放大观测系统。试样加热用SiC管状炉、铂丝炉或钼丝炉。炉温用程序温度控制仪控制。样品温度用电位差计或数字高温表测定。试样放在垫片上,垫片材料是刚玉质,高纯氧化镁或贵金属,要求不与试样起反应。热电偶工作端须紧贴于试样垫片之下。有光学系统把试样投影到屏幕上以便观察其形状。(现在的多功能物性仪可将试样同时投影到照相机的底片和摄像机的硅片上,然后经过图4-象卡输入到计算机中,同时储存显示试样的形状、温度及实验的时间,这样不但可以测定样品的熔化温度而且可以精确地测定其熔化速度。)

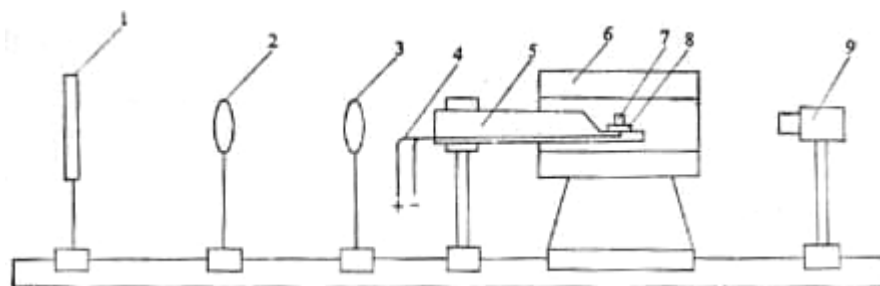


图4-2 熔化温度测定装置示意图4-

1—屏幕; 2—目镜; 3—物镜; 4—热电偶; 5—支撑管; 6—电炉;
7—试样; 8—垫片; 9—投光灯

(1) 渣样制备

- 1) 将渣料配好(最好经过预熔或至少经预烧结)在不锈钢研钵中研碎(粒度小于0.075mm)混匀成为渣粉待用;
- 2) 将渣粉置于蒸发皿内,加入少许糊精液,均匀研混,以便成型;
- 3) 将上述湿粉放在制样器中制成 $\Phi 3 \times 3$ (mm)的圆柱形试样。在制样过程中,用具有一定压力的弹簧压棒捣实,然后推出渣样;
- 4) 制好的渣样自然阴干,或放在烘箱内烘干。

(2) 熔化温度测定

- 1) 将垫片放在支撑管的一端,并且保持水平。再将试样放在垫片上,其位置正好处于热电偶工作端的上方。然后移动炉体(有些仪器移动支撑管架),置试样于炉体高温区中部;
- 2) 调整物镜、目镜位置,使试样在屏幕上呈清晰放大象,然后调整屏幕左右上下位置,使试样象位于屏幕的六条水平刻度线之间、便于判断熔化温度;
- 3) 用程序温控仪给电炉供电升温。接近熔化温度时,升温速度应控制在 $5 \sim 10^{\circ}\text{C} / \text{min}$ 间的某一固定值。升温速度将影响所测的温度值及数据的重现性;
- 4) 不断观察屏幕上试样高度的变化,同时不断记录温度数值,尤其是试样顶端开始变圆时的温度(开始熔化温度)、高度降低到1/2时的温度及试样中液相完全铺展时的温度(完全熔化温度)。取高度降到1/2时的温度为熔化温度;

- 5) 取试样顶端开始变圆时的温度（开始熔化温度）和试样中液相完全铺展时的温度（完全熔化温度）为熔化温度区间。一个试样测完后，降低炉温，移开炉体，取出垫片，再置一新垫片和新试样，进行重复实验，可重复 3—5 次，取其平均值。

4.2.2 熔体粘度测定

测定熔渣粘度的方法很多，最常用的有旋转法和扭摆法。前者适于测量粘度较大的熔体（如熔渣），后者适于测量粘度较小的熔体（如熔盐，液态金属）。

4.2.2.1 实验原理

(1) **粘度定义与单位。**根据牛顿内摩擦定律，流体内部各液层间的内摩擦力（粘滞阻力） F 与液层面积 S 和垂直于流动方向二液层间的速度梯度 dv/dy 成正比，即：

$$F = \eta \frac{dv}{dy} S \quad (4-1)$$

式中比例常数 η 为粘度系数，简称粘度，单位为 $\text{N} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}$ 或 $\text{Pa} \cdot \text{s}$ 。过去使用 CGS 制时，粘度的单位为 $\text{g} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ ，称为泊，符号为 P (0.01P 称为厘泊，符号为 cP)。两种粘度的换算关系为：

$$1\text{Pa} \cdot \text{s} = 10\text{P} = 10^3\text{cP}$$

熔体粘度与其组成和温度有关。组成一定的熔体，其粘度与温度的关系一般可表示为：

$$\eta = C \exp(E_\eta / RT) \quad (4-2)$$

式中 T ——热力学温度，K；

R ——摩尔气体常数， $R = 8.314\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}\text{K}^{-1}$ ；

E_η ——粘滞活化能， $\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$ ；

C ——常数。

(2) **粘度计工作原理。**根据上述粘度定义，粘度计的设计应解决下列三个基本问题：

- 1) 在液体内部液层之间产生一个稳定的相对运动和速度梯度；
- 2) 建立速度梯度与内摩擦力之间定量的、稳定的和单值的关系式；
- 3) 内摩擦力的定量显示。

4.2.2.2 粘度计种类

粘度计类型很多，目前，国内冶金院校常用的粘度计主要是旋转型和扭摆型二类，分别简述如下：

(1) **旋转型粘度计** 旋转型粘度计的基本结构是由二个同轴圆柱体构成的，如图 4-1(a)

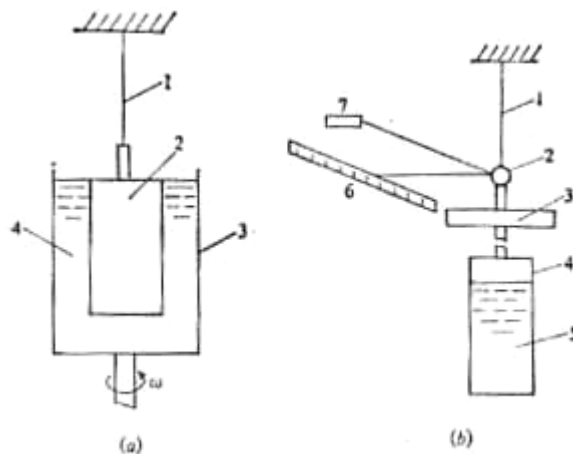


图 4-1 两类常见的粘度计

- (a) 外柱体旋转粘度计：1—悬丝；2—内柱体；3—外柱体；4—液体；
 (b) 坩埚扭摆粘度计：1—悬丝；2—反光镜；3—惯性体；4—坩埚；5—液体；
 6—标尺；7—光源

所示。用一坩埚，内盛待测液体，构成外柱体。在待测液体轴心处插入一个内柱体。内柱体用悬丝悬挂。实际工作时，既可以采用外柱体旋转（即坩埚旋转法粘度计，这时悬丝顶端固定），也可以采用内柱体旋转（即柱体旋转法粘度计，这时悬丝顶端联结马达轴）。现以外柱体旋转粘度计为例来分析其工作原理。当马达以恒定角速度 ω_0 带动坩埚旋转时，坩埚边缘处液层速度 $\omega_{R=R} = \omega_0$ ，坩埚中心处液层速度 $\omega_{R=0} = 0$ 。于是，液层之间的速度梯度为 $d\omega/dR$ ，线速度梯度为 $Rd\omega/dR$ 。代入牛顿内摩擦定律，得液层之间的内摩擦力为：

$$F = \eta 2\pi R h \cdot R \frac{d\omega}{dR} \quad (4-3)$$

此力最终对内柱体产生力矩为：

$$M = F \cdot R = \eta 2\pi R^3 h \frac{d\omega}{dR} \quad (4-4)$$

当旋转运动达到稳定状态时，可将上式分离变量积分，得：

$$\eta = \frac{M}{4\pi h \omega_0} \cdot \left(\frac{1}{R_1^2} - \frac{1}{R_2^2} \right) \quad (4-5)$$

内摩擦力作用在内柱体上的力矩 M ，用一弹性丝的扭转力矩来平衡：

$$M = G \cdot \theta \quad (4-6)$$

式中 G ——弹性丝切变模量；

θ ——弹性丝扭转角。

代入得

$$\eta = \frac{G}{4\pi h} \cdot \left(\frac{1}{R_1^2} - \frac{1}{R_2^2} \right) \cdot \frac{\theta}{\omega_0} \quad (4-7)$$

对于一定的实验装置， G 、 R_1 、 R_2 均为常数。如果内柱体插入待测液深度 h 恒定，则：

$$\eta = K \frac{\theta}{\omega_0} \quad (4-8)$$

式中 K ——装置常数，用已知粘度的标准液体标定。

(2) 扭摆型粘度计 其基本结构与旋转型粘度计相似，也可分为内柱体扭摆和外柱体（即坩埚）扭摆粘度计两种。扭摆型粘度计量程较窄，灵敏度较高，常用来测低粘度液体的粘度，如液态金属、熔盐等。现以坩埚扭摆粘度计为例说明其工作原理。由 6-3(b)，如果先用外力使坩埚由 0 位（平衡位置）往左扭转一个角度 θ ，则去掉外力后，在弹性悬丝的恢复力和系统惯性力作用下，坩埚就在平衡位置左右往复扭转摆动。与此同时，坩埚边缘处液层随坩埚一起以相同角速度扭摆，而中心处液层是不动的。于是，各液层之间存在速度梯度，因而产生内摩擦力。此内摩擦力最终传递给坩埚，成为坩埚扭摆的阻尼力，使扭摆振幅逐渐衰减。从理论上可以导出扭摆振幅衰减率与液体粘度等性质之间的关系式。但由于太复杂不便使用，故实际上仍用半经验公式，较常用的公式如：

$$\frac{\rho_t}{\rho_m} (\Delta - \Delta_0) = K \sqrt{\eta \rho_t \tau} \quad (4-9)$$

式中 η ——待测液体粘度；

ρ_t 、 ρ_m ——分别是测量温度下和熔点温度下熔体的密度；

τ ——扭摆周期;

K ——装置常数,对一定类型和几何尺寸的实验装置是一个常数,用已知粘度和密度的标准液体标定;

Δ , Δ_0 ——分别是由实验测得的有试样和空坩埚时振幅的对数衰减率:

$$\Delta = \frac{\ln \lambda_0 - \ln \lambda_N}{N} \quad (4-10)$$

λ_0 , λ_N ——分别是起始和第 N 次扭摆时的振幅。

4.2.2.3 粘度计性能的调整

随着试样不同,经常需要对粘度计的量程、灵敏度、稳定性(或精度)等性能作适当调整,这主要靠通过改变装置常数 K 的值来实现。因为常数 K 对仪器设备而言实际上起放大(或缩小)系数作用。以旋转型粘度计为例,若增大 K 值(如提高悬丝的切变模量 G 等),就可用较小扭转角测量较大的粘度值,因而扩大了仪器量程,提高了系统稳定性,但却降低了灵敏度。对扭摆型粘度计,由计算式可知,增大 K 可以提高仪器灵敏度,但却降低了量程和稳定性。因此,对具体试样,应综合考虑各项性能选取适当的装置常数。

提高粘度计的准确度,首先要提高系统稳定性。在此基础上再用高准确度的标准液体进行标定。

4.3 设备与操作

(1) 旋转型粘度计

设备图 4-2 是内柱体旋转粘度计的结构示意图。

图中的弹性悬丝 5 用来测量内柱体所受粘滞力矩,其两端用上、下卡头 3、6 卡住,下端通过杆 7 和内柱体 9 相连。在上下卡头上,分别固定上挡片 16 和下挡片 15。挡片不透光,用来遮挡上下光电门(13、14)的光路。当马达以 $12r/min$ 的转速旋转时,便带动阻尼盒与上卡头转动。悬丝将转动力矩传递到悬丝下端并带动内柱体转动。由于空气粘度与悬丝中的内耗均可忽略不计,此时尽管系统在旋转,但悬丝并未扭转。当内柱体 9 浸入待测液体一定深度后,由于液体的内摩擦力(粘滞阻力)对内柱体产生的粘滞力矩,使悬丝发生扭转。当扭矩与粘滞力矩平衡时,悬丝便保持一定的扭转角度 ϕ 。再由马达转速 ω 就可求出待测液体粘度:

$$\eta = K \frac{\phi}{\omega} \quad (4-11)$$

悬丝扭转角的准确测定是旋转法的技术关键。本实验采用光电计时法,当马达作匀速转动时,上下挡片分别经过由小灯泡 13 与光电二极管 14 组成的“光电门”。此二光电门处于常开状态。它们与记时装置——毫秒计相连。上挡片路过上光电门时,开始记时;下挡片路过下光电门时,停止记时。上下挡片分别路过上下光电门的时间差 t 与悬丝扭转角 ϕ 成比例。将此比例系数以及马达转速 ω 都并入装置常数 K 中,于是得

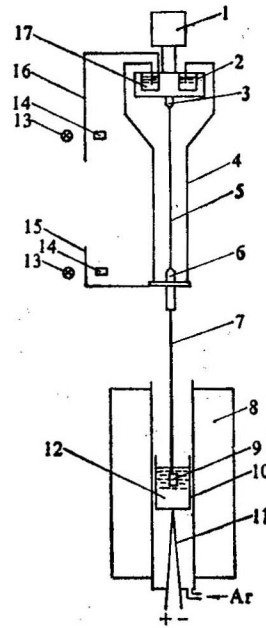


图 4-2 内柱体旋转粘度计结构示意图

1—马达; 2—阻尼盒; 3—上卡头; 4—阻尼架; 5—悬丝; 6—下卡头; 7—转杆; 8—电炉; 9—转头; 10—坩埚; 11—热电偶; 12—熔体; 13—小灯泡; 14—光电二极管; 15—下挡片; 16—上挡片; 17—阻尼介质

$$\eta = K(t - t_0) \quad (4-12)$$

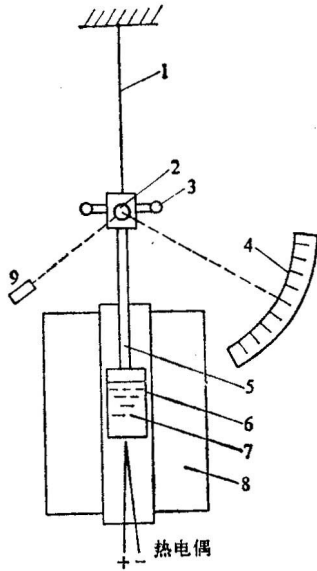
式中 t_0 ——旋转系统在空气中转动时，上下光电门的时间差。

(2) 粘度计装置常数的标定 将标准蓖麻油注入有机玻璃杯中，杯的内径与盛待测熔渣的坩埚内径一致。杯中蓖麻油的液面高度也与坩埚中熔渣液面大体相同。将此有机玻璃杯放在恒温槽里，使杯内蓖麻油温度恒定后，先测定系统空转时上下光电门的时间差 t_0 ，然后再将内柱体插入蓖麻油内，插入深度应与插入待测炉渣的深度相同。开动马达，测时间差 t 。将测得的 t_0 和 t 代入式 (6.3.2-12) 计算粘度计装置常数 K ：

$$K = \frac{\eta}{t - t_0}$$

式中的 η 是蓖麻油在杯内温度恒定时的粘度。

(3) 熔渣粘度测定 将待测渣试样装入坩埚在炉中熔化。当温度达到预期的实验温度时，恒温 20—30min。然后将内柱体插入熔渣液面以下一定深度，开动马达，测出上下光电门的时间差 t ，由式 (6.3.2-12) 及 K 值，便可算出熔渣粘度。然后改变温度，测各个温度下熔渣的粘度值。粘度测完后，停止马达转动，将炉温重新升高，使熔渣粘度下降，以便于将内柱体提出液面。若熔渣组成在测定过程中有某些变化，则在粘度测定后，须将坩埚中的渣样进行化学分析以确定其组成。



系统扭转一角度，再松开电磁铁。于是，系统自动作

图 4-3 坩埚扭摆粘度计结构示意图

1—悬丝；2—反光镜；3—吸铁；4—标尺；5—连杆；6—坩埚；7—熔体；8—电炉；9—光源

2. 扭摆型粘度计

(1) 设备 图 4-3 是坩埚扭摆粘度计结构示意图。图中灯光—反光镜—圆弧形标尺系统用来测量扭摆振幅 λ ，然后计算振幅对数衰减率 Δ 。如果有条件的话，此系统可改为磁—电转换系统。这样，振幅 λ 的大小就转换为电讯号，输入计算机数据采集板储存和处理，这样不仅可减轻工作量，而且可提高测量精度。

(2) 实验步骤 首先测定空坩埚时悬挂系统的振幅对数衰减率 Δ_0 。将空坩埚放入悬挂系统，稳定后调整好灯光—反光镜—标尺系统，然后用电磁铁将悬挂

扭转摆动。待光点进入标尺后，开始读取振幅值，同时记录扭摆次数，直到摆动到第 100 次为止，按下式计算 Δ_0 ：

$$\Delta_0 = \frac{\lg \lambda_0 - \lg \lambda_{100}}{100}$$

为了提高读数精度，可读取 10 个数，取平均值，即

$$\Delta_0 = \frac{(\lg \lambda_0 + \lg \lambda_1 + \dots + \lg \lambda_9) - (\lg \lambda_{100} + \lg \lambda_{101} + \dots + \lg \lambda_{109})}{100 + 10} \quad (4-13)$$

然后，测量装置常数 K 。由于水的粘度在 $10^{-3} \text{Pa} \cdot \text{s}$ 数量级，与液态金属、熔盐在同一数量级，故常用水作为标准液体。测定方法与测 Δ_0 相同。但是同时读取振幅值和记时记数。在读取最后一个振幅值(如第 30 次扭摆振幅值 λ_{30} 或第 50 次 λ_{50} ……)，

$$\Delta_{\text{水}} = \frac{(\lg \lambda_0 + \lg \lambda_1 + \cdots + \lg \lambda_9) - (\lg \lambda_{50} + \lg \lambda_{51} + \cdots + \lg \lambda_{59})}{50 + 10}$$

停止计时，记

下摆动 N 次的总时间 t ，由下式算出 $\Delta_{\text{水}}$ 和摆动周期 $\tau_{\text{水}}$ ：

$$\tau_{\text{水}} = \frac{t}{N} \quad (4-14)$$

代入下面的粘度计算式算出装置常数 K ：

$$(\Delta_{\text{水}} - \Delta_0) = K \sqrt{\eta_{\text{水}} \rho \tau}$$

此后就可以测熔体粘度。对于合金或非金属试样，应先经预熔使成分均匀和排除氧化膜及气体，再将试样根据实验温度下的密度准确称量，确保熔化后于实验温度下在坩埚内有相同液柱高度，然后将试样装入坩埚内，放入高温炉内升温熔化。如果实验温度接近熔点温度，则应先过热 $30^{\circ}\text{C} \sim 50^{\circ}\text{C}$ ，使液态结构转变完全，然后再降到实验温度恒温 $20 \sim 30\text{min}$ ，开始测量。测量方法与测定装置常数时相同。测完一个温度，改变温度，再恒温 $20 \sim 30\text{min}$ ，继续测量。

4.4 实验报告要求

- (1) 简述实验目的、原理和所用方法；
- (2) 列表给出实验测得的各项原始数据，求出平均值及误差；
- (3) 用计算机绘制温度—粘度曲线，求出熔化性温度；
- (4) 分析其对冶金生产过程的影响，给出适宜冶炼的实验结论；
- (5) 讨论造成实验误差的原因及提高实验准确度改进措施。

4.5 思考题

- (1) 用试样变形法测定炉渣熔化温度为什么要选择一定的升温速度？
- (2) 为什么不能用试样变形法测得的结果绘制相图 4-？
- (3) 熔化温度和熔化性温度有什么区别？
- (4) 如何选择标准液体来标定常数？

5 冶金过程水模拟

【实验性质】 综合性实验；学时：4

5.1 实验目的

中间包是炼钢连铸生产流程的中间环节，是连接钢包和结晶器之间的过渡容器，是由间歇操作转向连续操作的衔接点，随着连铸技术水平的不断提高，中间包对于精炼和提高铸坯质量方面的作用越来越明显，已经由普通的过渡容器发展为多功能连铸反应器。中间包现在的冶金作用不仅是储存和分配钢包钢水，而且还通过控流装置，调整钢液流动状态，从而达到均匀温度和促进非金属夹杂物上浮的效果。

中间包控流技术包括：增大中间包容量、挡墙挡坝及导流孔的应用、湍流抑制器、过滤装置、使用塞棒、中间包吹氩等。本实验通过改变中间包挡墙和坝大高度或位置来改变钢液流动状态，促进钢液中夹杂物的上浮去除，延长钢液在包内的平均停留时间，提高铸坯的质量。本实验要达到以下目的：

(1)用 KCl 作示踪剂，采用“刺激—响应”的方法测得不同控流装置条件下水的 RTD(Residence Time Distribution, 停留时间分布)曲线，通过分析该曲线，确定中包内控流装置的最佳配合，从而达到在实际生产中促进夹杂物上浮，均匀钢液温度的目的。

(2)用水模拟钢液，用墨水作示踪剂，直观地表现出钢液在中间包内的流动情况；

5.2 实验基本原理

本实验中用水模拟钢液，用有机玻璃模型模拟实际中间包。这是因为水易于操作且 20℃ 水的运动粘度与 1600℃ 钢液的运动粘度相当，其各自的物理性质如表 1.1

表 1 20℃水和 1600℃钢液的物性参数

物 质	密度 ρ (kg/m^3)	粘度 μ ($kg/m \cdot s$)	运动粘度 ν (m^2/s)	表面张力 σ (N/m)
水 (20℃)	1000	0.001	1.006×10^{-6}	0.073
钢水 (1600℃)	7014	0.0064	0.900×10^{-6}	1.600

本实验以相似原理为理论基础，要保证模型与实型的相似，必须满足几何相似，动力相似，才能保证运动相似。中间包内钢液的流动，是液体在重力作用下从大包水口流入中间包内，然后从中间包水口流出。在这种情况下，可视为粘性不可压缩稳态等温流动。中间包中的钢液流动主要受粘滞力、重力和惯性力的作用，为保证原型与模型的运动相似，需要采用雷诺数、弗鲁德数同时相等。

$$\text{雷诺数} \quad Re = \rho uL / \mu, \quad (1)$$

$$\text{弗鲁德数} \quad Fr = u^2 / gL, \quad (2)$$

其中： ρ ：密度；L：长度；u：流速； μ ：粘性系数；g：重力加速度。

5.2.1 相似准数分析

当 Re 数小于某一数值（第一临界值）时，流动处于层流状态。在层流状态范围内，流体的速度分布彼此相似，与 Re 数不再有关，这种现象便称为自模性，常将 $Re < 2000$ 的范围称为第一自模化区。当 $2000 < Re < 10^4$ 时，流体处于由层流向湍流的过渡状态，这时流动速度分布随 Re 变化较大；但是，当 $Re > 10^4$ 时，流动再次进入自模化状态，称为第二自模化区，只要原型设备的 Re 数处于自模化区以内。则模型和原型 Re 数就不必相等，只需处于同一自模化区就可以了。此时只考虑 Fr 数即可。下面以唐山港陆钢铁有限公司单流板坯 30t 连铸中间包为研究对象，进行 Re 准数分析。

模型与原型 Re 准数计算

根据系统流量相等，计算钢包出口钢液速度：

$$W_R = \frac{V_0 S \rho_s}{\frac{\pi}{4} D_R^2 \rho_l} \quad (3)$$

式中：

V_0 —拉坯速度，1.6m/min；

S —铸坯断面， $1.02 \times 0.16 \text{ m}^2$ ；

ρ_s —液固两相共存时钢的密度， $7.4 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ ；

D_R —钢包水口直径，0.07m；

ρ_l —钢液密度， $7.0 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ 。

代入计算：

$$W_R = \frac{V_0 S \rho_s}{\frac{\pi}{4} D_R^2 \rho_l} = \frac{1.6 \times 1.02 \times 0.16 \times 7.4 \times 10^3}{3.14/4 \times 0.07^2 \times 7.0 \times 10^3} = 1.196 \text{ m/s} \quad (4)$$

则原型 Re ：

$$(Re)_R = \frac{\rho_R V_R L_R}{\mu_R} = \frac{7.0 \times 10^3 \times 1.196 / 20 \times 1}{0.005} = 8.37 \times 10^4 \quad (5)$$

式中：

ρ_R —钢液密度 $7.0 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ ；

V_R —中间包流动特征速度，取 $W_R/20$ ；

L_R —特征长度，取中间包液面深度，1m；

μ_R —钢液的动力粘度， $0.005 \text{ kg/(m} \cdot \text{s)}$ 。

模型 Re:

$$(\text{Re})_m = \frac{\rho_m V_m L_m}{\mu_m} = \frac{1.0 \times 10^3 \times 0.6325 \times 1.196 / 20 \times 0.4}{0.0010} = 1.51 \times 10^4 \quad (6)$$

式中:

ρ_m —水的密度 $1.0 \times 10^3 \text{kg/m}^3$;

V_m —模型中间包流动特征速度, 本实验取 $\sqrt{\lambda} V_R$, λ 为比例因子, 1/2.5;

L_m —模型特征长度, 取模型液面深度, 0.4m;

μ_m —水的动力粘度, $0.0010 \text{kg}/(\text{m} \cdot \text{s})$ 。

根据计算结果, 本实验的 $(\text{Re})_R$ 和 $(\text{Re})_m$ 都处于 $10^4 \sim 10^5$ 之间同处于第二自模化区, 因此本实验只考虑 Fr 准数相等即可。

5.2.2 实验参数确定

根据 Fr 准数相等, 可以得到: $(\text{Fr})_{\text{模型}} = (\text{Fr})_{\text{原型}} \quad (7)$

即: $u_m^2 / g L_m = u_r^2 / g L_r \quad (8)$

则: $u_m / u_r = L_m^{1/2} / L_r^{1/2} = \lambda^{1/2} \quad (9)$

$Q_m / Q_R = u_m L_m^2 / u_r L_r^2 = \lambda^{5/2} \quad (6)$

式中, λ 为比例因子, 本实验中取 1:2.5。

中间包所需参数见表 2。

表 2 实际拉速与实验流量的换算表格

规格/mm	实际拉速 m/min	原型流量 m^3 / h	模型流量 m^3 / h
1020*160	1.5	14.688	1.486

实际流量 $Q_R = AV = 1.02 \times 0.16 \times 1.5 \times 60 = 14.688 \text{m}^3/\text{h}$

模型流量 $Q_M = Q_R * \lambda^{5/2} = 14.688 * (1/2.5)^{2.5} = 1.486 \text{m}^3/\text{h}$

工厂生产液位为 1m, 实验液位 400mm。

中间包模型中水体积为: $V = 0.267 \text{m}^3$, 取流量 $Q = 1.5 \text{m}^3 / \text{h}$

则理论停留时间为: $t = 10.68 \text{min} = 641 \text{s}$, 一般认为 2 倍理论停留时间之后采集到的 KCL 是由死区流量得到的, 所以实验采集应大于 2 倍的理论停留时间, 故取 1800s。

5.3 实验装置

本模拟系统由上水系统, 示踪剂加入系统, 数据采集系统和排水系统四部分组成, 具体包括大包, 有机玻璃中间包模型, 长水口, 中间包内控流装置(湍流抑制器, 挡墙, 挡坝, 塞

棒等), 示踪剂加入装置, 电导探头, 电导率仪和数据记录仪(DJ800)等, 装置示意图如下:

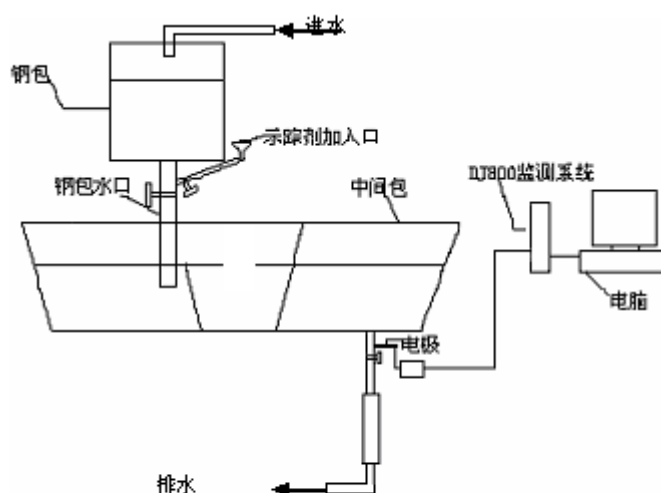


图1 中间包水模型实验设备装置图

5.4 实验方法

测量停留时间分布, 通常应用“刺激-响应”实验。其方法是: 在中间包注流处输入一个刺激信号(信号一般使用饱和氯化钾溶液来实现), 然后在中间包出口处测量该输入信号的输出, 即所谓响应, 从响应曲线得到流体在中间包内的停留时间分布。

本实验采用脉冲法加入示踪剂, 即瞬间把所有的示踪剂都注入到进口处的物流中, 在保持流量不变的条件下, 测定出口物流中示踪剂浓度 C 随时间的变化。本实验采用饱和的 KCl 溶液作示踪剂, 在大包水口支管处加入 150ml, 时间大约 1 秒。用电导率仪同时测量中间包水口处的 RTD (Residence Time Distribution 停留时间分布) 曲线, 见图 2, 并根据该曲线计算每个水口的平均停留时间、滞止时间和死区比例。

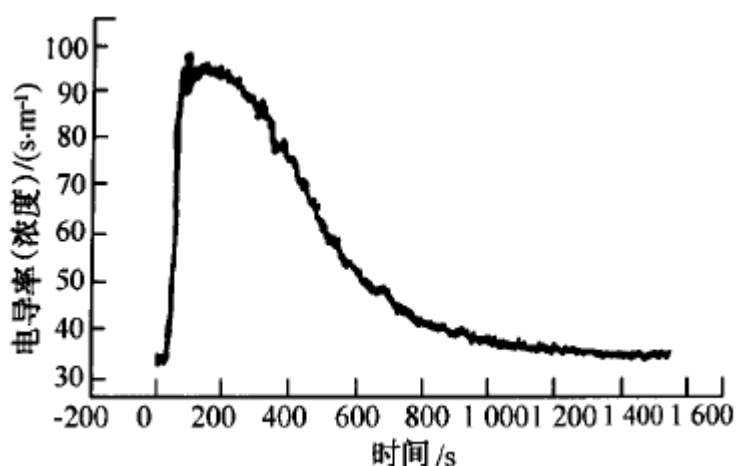


图2 RTD 曲线

5.5 流场显示技术

观察法在透明的有机玻璃模型内，直接观察液体的流动状态。为了得到定性结果，选择在模型的局部区域加入带色液体(如墨水)来进行观察，并进行录像分析，本次做流场观察实验采用高锰酸钾溶液作为显示剂。

5.6 中间包优化准则及实验方案

5.6.1 数据处理及优化准则

中间包内钢液流动主要有以下几种状态：

- ①活塞流区：又称层状流，钢液到达中间包后，依次向前推进，沿同一方向，以相同速度向前流动，所有流体微团在反应器内的停留时间是相等的。
- ②全混区：该区位于钢包注流附近，钢液与来自钢包的注流混合，在该区内，流体充分混合，成分、温度均匀且等于钢包出口处的成分和温度。
- ③死区：钢液运动的速度很低，与周围区域发生较少的物质和能量的交换，在该区内夹杂物有可能上浮或不运动。死区的存在相当于缩小了中间包的有效容积，使钢液的停留时间缩短，不利于夹杂物的上浮。

具体计算公式如下：

- (1) 理论平均停留时间 t_a ：

$$t_a = \frac{V}{Q} \quad (7)$$

其中 V 为模型水体积， Q 为流量。

(2) 实际平均停留时间 $\overline{t_f}$ ：停留时间的分布在一定程度上反映了液体流动特性。由响应曲线可知液体的最短停留时间、平均停留时间以及混合流区、活塞流区和死区各占的比例。对中间包内钢液流动，希望停留时间长些，使杂物有充分时间上浮。式(8)中 $C(t)$ 为 t 时刻 KCL 的电导率。

$$\overline{t_f} = \frac{\int_0^{\infty} tc(t)dt}{\int_0^{\infty} c(t)dt} = \frac{\sum_0^{2t_a} t_i c_i}{\sum_0^{2t_a} c_i} \quad (8)$$

(3) 滞止时间 t_{\min} ：从加入脉冲信号开始到出口得到相应时的最短时间，滞止时间延长，活塞区扩大。

(4) 峰值时间 t_{peak} ：获得最大电导率值的时间，峰值时间越长、峰值越小，曲线就越平缓，流场也就越合理。

(5) 活塞区比例 θ_p ：若同一时刻进入容器的流团均在同一时刻离开容器，它们不会和先或后于它们进入容器的流团相混合，此为活塞区。活塞区有利于夹杂物的上浮。

$$\theta_p = \frac{V_p}{V} = \frac{t_{\min} + t_{\text{peak}}}{2t_a} \quad (9)$$

其中： V_p 活塞区体积

(6) 死区比例 θ_d ：死区内流体无流动和扩散，相当于缩小了中间包的有效容积。死区的存在对大颗粒夹杂的上浮影响不是很大，但对于中小夹杂 ($<20\mu\text{m}$)，由于没有流体的流动，也就使中小夹杂没有机会碰撞聚集长大而较迅速的上浮。我们可以这样认为对于中小夹杂，在有限的滞留时间内，没有上浮的机会，因而死区对夹杂的去除效率（尤其是中小夹杂）可认为为零：

$$\theta_d = \frac{V_d}{V} = 1 - k \frac{\bar{t}_f}{t_a} \quad (10)$$

其中： V_d 死区体积， K 为活塞区与全混区流量与总流量的比， $k = \frac{Q_a}{Q} = \frac{\sum_0^{2t_a} c_i}{\sum_0^{1800} c_i}$ ，当 $k=1$

时说明死区流量为 0。

(7) 全混区比例 θ_m ：而当流团一进入容器立即与其它流团完全混合，分不出那个流团是先来和后来的，这种流动模式称为全混区：

$$\theta_m = \frac{V_m}{V} = 1 - \theta_p - \theta_d \quad (11)$$

其中： V_m 全混区体积

优化原则：

为了使中间包能够最大限度地去掉钢液中的夹杂物，在实验中达到一定的优化效果，应注意以下的优化原则：

- (1) 延长出水口的滞止时间 t_{\min} ；
- (2) 延长出水口的峰值时间 t_{\max} ；
- (3) 延长出水口的平均停留时间 \bar{t} ；

(4) 尽量增加活塞流 V_p 和全混流 V_m 的体积分数，减少死区比例 V_d ，提高活塞流区

与死区体积分数比 V_p/V_d ；

(5) 降低出水口的峰值浓度 C_{\max} ；

(6) RTD 曲线平滑。

5.6.2 实验方案：

本实验只考虑挡墙位置挡墙高度、挡坝高度等因素对流动状态的影响，分析两种情况下哪种控流装置更有利于钢中夹杂物上浮。

实验编号	墙距离 (mm)	墙高 (mm)	坝高 (mm)	相对距离 (mm)
A	300	120	80	180
B	300	40	160	180

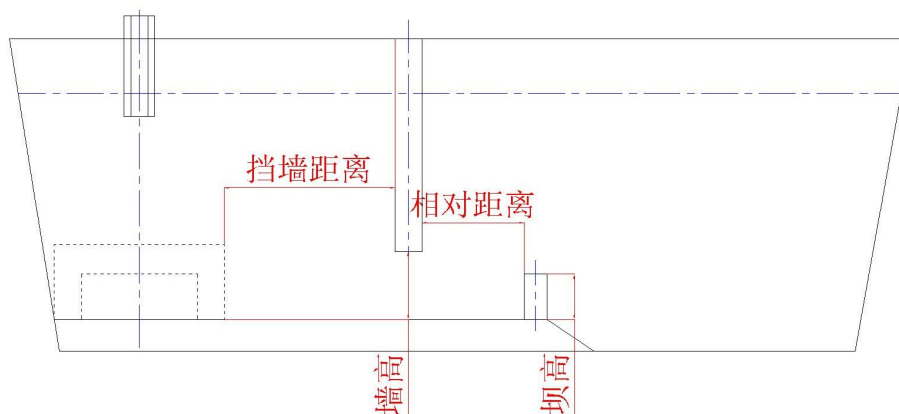


图3 中间包挡墙与挡坝位置高度示意图

5.7 实验步骤

5.7.1 测量仪器准备

- (1) 打开电脑和 DJ800 监测系统，预热 20 分钟；
- (2) 将电导率仪连接到 DJ800 的 24 通道，并将电极分别插入中间包一侧的出水口；
- (3) 按下电导率仪的“校正”键，调节“校准”旋钮，使屏幕显示值与电极标注值吻合，然后按下“测量 0-2”档按键；
- (4) Dos 版：打开电脑进入 dos 系统，进入 c:\2010 文件夹盘，启动 DJ800，即 c:\2010\dj800
- (5) 选择“采集”对各个选项卡进行设置：
 - “选项”：选择“多次平均后循环”；
 - “参数”：选择步骤 2 中连接了电导率仪的 1 个通道；采集间隔填“0.5”秒；测量时间为 30 分钟，即样本长度 3600 条。
 - “保存”：保存在默认路径下。

(6) 数据采集之前建立保存数据的文件名。

除此之外，全部保持默认值；

5.7.2 实验设备准备和数据采集

(1) 往钢包和中包内加水，使液面达到指定高度 400mm 左右；

(2) 调节中间包入口阀门和包出口阀门，调节流量达到指定流量，即中间包出口流量 $1.5\text{m}^3/\text{h}$ ，同时保证中间包液面在指定高度稳定不变。

(3) 将 150ml 饱和 KCl 溶液倒入大包水口支管漏斗中，打开支管阀门的同时，点击“DJ800 监测采集系统”界面的“开始采集”按钮，采集过程开始。注意：KCl 溶液流尽后，关闭支管阀门，防止吸气；

(4) 采集完毕后，记录电导率开始变化时的时间和峰值时的时间，保存通道数据，再保存格式数据（用来计算平均停留时间）。间歇几分钟后再次测量一次。

(5) 流场显示：在液位和流量均稳定的情况下，从钢包支口倒入适量墨水，打开阀门一次加入，流尽后关闭阀门。可用摄像机记录全过程的影像资料。

(6) 关闭上水，更换另一种方案，重复 (1) ~ (5) 操作。

5.7.3 数据处理

使用 EXCEL 软件计算平均停留时间，滞止时间、死区、活塞区、全混区比例，并在同一坐标下绘制 RTD 曲线，分析出最优工况。

5.8 实验报告要求

- (1) 实验原理及相关参数的确定；
- (2) 实验方法；
- (3) 实验装置及实验内容；
- (4) 数据处理；
- (5) 分析数据及流场比较，得出哪种方案为优化方案。

6 冶金过程数值模拟

【实验性质】 综合性实验 ; 学时: 4

6.1 实验目的

在冶金过程动力学中所研究的化学反应速度、反应器内流体的流动与传质等现象,原则上都能用数学方法正确描述,这样得到的数学方程称为数学模型。由于计算机的日益广泛应用,既对冶金过程的数学模拟提出了要求,又对数学方程的求解提供了有力手段,以此冶金过程数值模拟得到了广泛的发展。数值模拟不仅可以和其他模拟方法联合使用、彼此验证,还可以在其他方法模拟费用较或模拟高难度较大时单独使用数值模拟方法,来定性分析物理问题。

冶金过程多是在高温状态下完成,很难对冶金过程的进行直接的观察与测试,因此通常采用模拟实验的方法对冶金传输过程加以研究,随着计算机技术的不断发展,数值模拟法也应用得越来越普遍。目前的一些 CFD 商用软件为数值模拟提供了方便手段。使用者可以不必深究控制方程,只需搞清楚自己的物理问题,选择流体模型、设置边界条件、分析计算结果是否正确等。本实验通过使用计算机进行冶金设备—中间包中钢液稳态流动时流场和温度场的数值模拟,通过本实验能够认识到数值模拟是中间包冶金研究中的一个重要的研究方法。

6.2 实验原理及设备

由传输原理课程的学习可以看出,导热微分方程的分析解法过程严格,解的结果是一个温度分布 $t(x, y, z, \tau)$ 的函数关系式。它清楚地表示了各个变量对温度分布的影响。利用分析解可以求得任一时刻物体任一点的温度,即可求得一连续温度场。但是分析解法求解过程复杂,只能用于一些简单的问题。对于几何条件不规则、热物性参数随温度等因素变化的物体,以及辐射换热边界条件等问题,应用分析解法几乎是不可能的。

在这种情况下,建立在有限差分和有限元基础上的数值解法对于求解流体力学问题十分有效,随着计算机的普及,这种方法得到了越来越广泛的应用。在本实验中将使用基于有限元的有限体积法进行流场和温度场的数值求解。

CFX 作为商业软件,已经为用户提供了模拟计算平台,即 CFX 是用 Fortran 编写的现成的程序。用户的任务就是将 CFX 作为工具来解决自己所要研究的具体问题。具体来说,通过前处理软件建立问题的几何模型并进行网格划分,然后预处理模块选择物理模型并设置边界条件和初始条件,再通过求解模块对所研究的问题进行求解,最后通过后处理模块对所得计算结果进行可视化的图形显示。

在本实验中,CFX 所用的理论基础为:利用质量守恒方程、动量守恒方程、能量守恒方程和 $\kappa - \epsilon$ 方程求得流体空间的速度场;利用所得的速度场和能量守恒方程求得流体空间的温度场,在计算迭代过程中,将二者耦和起来计算,最终得到流体的速度和温度分布。

1) 质量守恒方程

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \frac{\partial(\rho v_j)}{\partial x_j} = 0 \quad (6-1)$$

2) 动量守恒方程

$$\rho \left(\frac{\partial v_i}{\partial t} + v_j \frac{\partial v_i}{\partial x_j} \right) = -\frac{\partial P}{\partial x_i} + \mu_e \left(\frac{\partial^2 v_i}{\partial x_j \partial x_j} \right) + \rho g_i \quad (6-2)$$

3) 能量守恒方程

$$\rho c_p \left(\frac{\partial T}{\partial t} + v_i \frac{\partial T}{\partial x_i} \right) = T\beta \frac{\partial P}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x_i} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x_i} \right) + \mu\Phi + q \quad (6-3)$$

4) $\kappa - \varepsilon$ 方程

湍动能方程

$$\rho \left(\frac{\partial K}{\partial t} + v_i \frac{\partial K}{\partial x_i} \right) = \frac{\partial}{\partial x_i} \left(\frac{\mu_e}{\sigma_k} \frac{\partial K}{\partial x_i} \right) + G - \rho\varepsilon \quad (6-4)$$

湍动能耗散方程

$$\rho \left(\frac{\partial \varepsilon}{\partial t} + v_j \frac{\partial \varepsilon}{\partial x_j} \right) = \frac{\partial}{\partial x_j} \left(\frac{\mu_e}{\sigma_\varepsilon} \frac{\partial \varepsilon}{\partial x_j} \right) + \frac{\varepsilon}{K} (C_{\varepsilon 1} G - C_{\varepsilon 2} \rho\varepsilon) \quad (6-5)$$

其中：

$$G = \mu_t \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right)$$

方程中采用冯·卡门系数： $C_{\varepsilon 1}=1.43$ ， $C_{\varepsilon 2}=1.93$ ， $\sigma_k=1$ ， $\sigma_\varepsilon=1.3$

以上各式中：

$v_{i,j}$ — 流体的流动速度，m/s；

ρ — 流体的密度， kg/m^3 ；

P — 压力，Pa；

T — 流体的温度，K；

β — 体积膨胀系数；

K — 湍流动能；w

ε — 湍流动能耗散率 W/s

装有 ANSYS ICEM CFD 和 ANSYS CFX 的商业软件的计算机，ANSYS ICEM CFD 用来建立流体流动的几何模型并划分网格，ANSYS CFX 用来进行 CFD 计算。

6.3 实验内容及步骤

本实验的模拟内容为：不同内部结构中间包内流场的数值模拟。

中间包中间包如图 6-1 所示，内部结构简化后如图 6-2 所示：中间包液面高度 1m、档墙尺寸见表 6.1

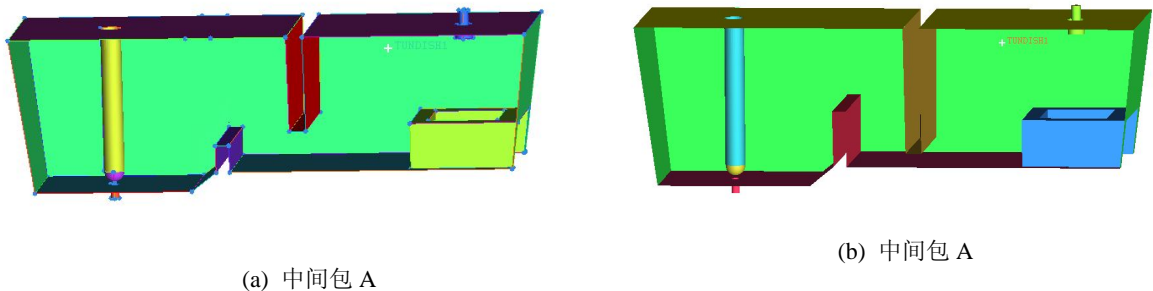


图 6-1 中间包外形及内部结构示意图

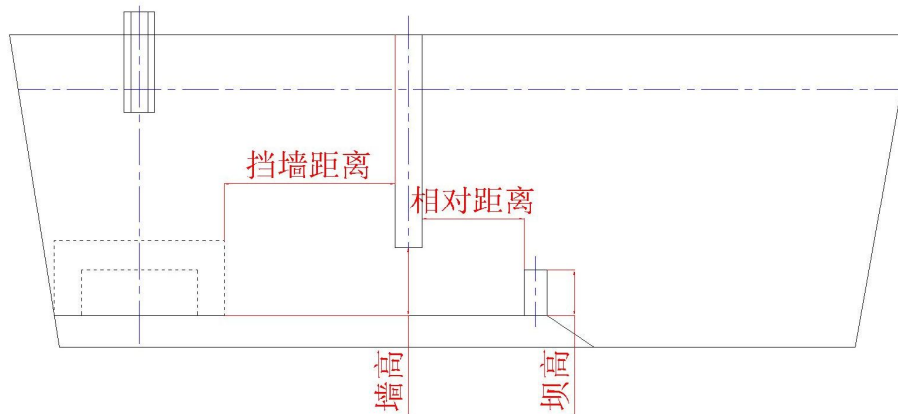


图 6-2 中间包内部结构简图

表 6.1 中间包挡墙尺寸

中间包	墙距离	墙高	坝高	相对距离
A	300	120	80	180
B	300	40	160	180

钢液所用参数为:摩尔质量(molar mass)=55.85kg/molar ;密度(density) $\rho=7010\text{kg/m}^3$;
比热 (specific heat capacity) =787w/(kg·K); 参考温度 (Ref Temperature) =1550°C;
粘度 (viscosity) $\mu=0.005\text{ kg/(m. s)}$; 传热系数 (thermal conductivity) $\lambda=41\text{w/m}\cdot\text{k}$;
实验步骤如下:

(1) 建立流体流动的空间域—几何模型

启动 ANSYS ICEM CFD 软件建立中间包几何模型, 点击 geometry 标签页, 首先根据坐标建立点, 再由点生成线, 由线生成面, 几何模型由所有面包围而成; 标记各个边界面, 并建立立体; 保存文件。

(2) 划分网格, 并输出网格文件

有两种网格形式, 一种是六面体 (Hextra) 网格, 一种是四面体 (Tetra) 网格, 本实验使用六面体 (Hextra) 网格。点击 mesh 标签页, 设置总体最大网格尺寸 50mm, 最小网格尺寸 2mm; 预览网格; 检查网格质量, 如果有的网格质量在 0.25 以下, 则进行网格光顺; 点击 output 标签页, 选择求解器 ANSYS CFX, 输出网格文件*. cfx5。

(3) 启动 CFD 软件 ANSYS CFX

1) 软件前处理 (Cfx-pre)

启动组件 Cfx-Pre, 新建模拟文件, 调入网格文件; 新建物料钢液, 输入物性参数; 建立流体域, 选择流体和物理模型, 即传热模型和 $\kappa-\epsilon$ 湍流模型; 建立边界条件: 入口边界 (inlet) 速度和温度、出口边界 (outlet) 压力、对称面 (symetry)、壁面边界 (wall) 热流; 选择差分格式、输入时间步长和收敛标准; 输出定义文件*. def。

2) 求解 (Cfx-Solver)

启动组件 Cfx-Solver, 调出定义文件, 点击 Start Run 按钮开始求解计算。并可通过求解器监视求解的全过程, 了解每个变量的收敛情况。计算时间与网格的多少有关, 网格越多求解时间就越长, 这也是只建立一半几何体的原因; 收敛后将结果保存在*. res 文件中。

3) 后处理 (Cfx-Post)

启动组件 Cfx-Post, 调出结果文件*.res, 观察不同剖面上流体计算结果的图形显示, 用速度场、流线等分析比较哪种中间包控流装置更有利于钢中夹杂物上浮, 并保存图形;

(4) 退出 CFX 软件, 关闭计算机。

6.4 实验报告

简述实验原理及实验步骤, 根据本次实验的模拟结果, 并结合水模型实验, 分析哪种中间包控流装置更有利于钢中夹杂物上浮。并写出完整的实验报告。

7 粉体综合性能实验

【实验性质】 综合性实验；学时：4

7.1 实验目的

粉体物性主要分为4种①形态学的物性②力学的物性③表面化学的物性④其他机能的特性。掌握测定粉体各种性能对方法、对粉体性能作出综合评价在冶金生产中有十分重要对意义。本实验测定了煤粉的各种性能，涉及到材料、燃烧等学科知识，通过本实验希望达到如下目的：

- (1) 了解煤的可磨性标志着粉碎煤的难易程度；
- (2) 掌握煤的爆炸性检测，以便在生产中采取必要的安全措施是极为重要；
- (3) 了解散状物料的主要性能，对其作出综合评价并了解它们对冶金过程的影响；
- (4) 了解煤的着火点与挥发分有着重要的关系；
- (5) 了解煤粉的流动性能及喷流性能；
- (6) 了解比表面及孔隙分布测定仪的工作原理；
- (7) 掌握用 AUTOSORB-1 仪器测定材料比表面积的方法和步骤，掌握相关软件的使用；
- (8) 提高学生的动手能力、综合运用知识的能力。

7.2 实验内容

7.2.1 煤的可磨性指数测定方法（哈德格罗夫法）

煤的可磨性标志着粉碎煤的难易程度。煤的组成比较复杂，不同的煤种有着不同的可磨性。因此，它在现代工业生产和科研中有着重要的作用。对于设计和改造粉煤制备系统、估计磨煤机的产率和耗电量等，都需要进行煤的可磨指数的测定。

7.2.1.1 实验方法

目前，在世界许多国家普遍采用的实验方法主要有两种：一种是前苏联全苏热工研究所法（简称BTN法）；一种是哈德格罗夫法（简称哈氏法）。

虽然测定煤炭可磨性方法有较大差别，但它们的理论依据则完全相同，即根据磨碎定律：在研磨煤粉时所消耗的功（能量）与煤所产生的新表面面积成正比。

我们所采用的方法为哈德格罗夫法，此方法的操作简便，再现性较好，而且最适合测烟煤和无烟煤（因我国高炉喷吹的煤粉为烟煤和无烟煤两种）。

7.2.1.2 实验设备

(1) 哈德格罗夫（简称哈氏）磨煤机。测定哈德格罗夫可磨性系数的磨煤机的结构如图7-1所示。电动机通过蜗轮减速后带动主轴和研磨机以 $(20 \pm 1) / \text{r}/\text{min}$ 的速运转，研磨环驱动研磨碗内的8个钢球转动，钢球直径为25.4mm，由重块、齿轮、主轴和研磨环施加在钢球上的总垂直力为 $(284 \pm 2) \text{N}$ ，约 $(29 \pm 0.2) \text{kgf}$ 。

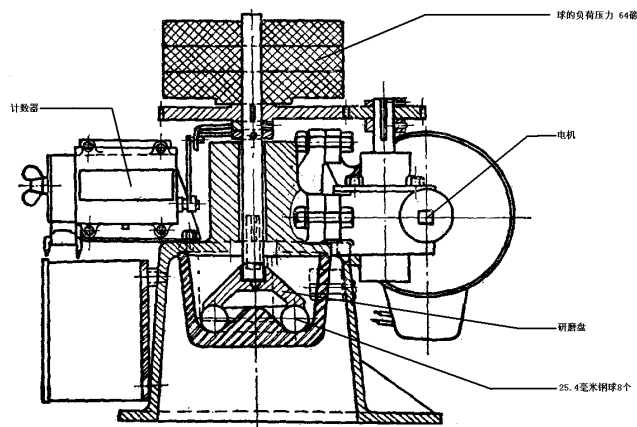


图 7-1 哈德格罗夫磨煤机结构图

- (2) 实验筛：孔径为 0.074、0.59、1.19mm 并配有筛底、筛盖。
- (3) 振筛机：可以容纳外径为 200mm 的一组垂直套叠的筛子，垂直振击频率为 149/min，水平回转频率为 221/min，回转半径为 12.5mm。
- (4) 天平：最大称量 100g，感量 1g。
- (5) 破碎机：滚式或圆盘式破碎机。滚式盘的间距可调，能将粒度 6mm 的煤样破碎到 1.19mm，而只生成最小量的，小于 0.59mm 的煤粉。
- (6) 烘箱：带鼓风的干燥箱一台。
- (7) 板刷、样铲各一个。

7.2.1.3 测定步骤

- (1) 将制好的试样在天平上称取 50g 放入研磨碗内，用板刷将落在钢球上和研磨碗凸起部分的煤样清扫到钢球周围，然后将研磨环放在研磨碗内。
- (2) 将研磨碗端起，使研磨环的十字槽对准主轴下端的十字头，同时将研磨碗挂在机座两侧的螺栓上（要两边同时挂）拧紧固定，以确保总垂直力均匀施加在 8 个钢球上。
- (3) 将计数器调到零位，启动电机。仪器运转 60 ± 0.25 转后自动停止，卸下研磨碗。
- (4) 将 0.074mm 的筛子和底套叠好，把沾在研磨环上的煤粉用板刷刷到筛子上，再将每个球用手拿起，逐个将上面的煤粉刷到筛子上。最后将碗内的煤粉倒入筛上，并将碗内煤粉全部刷到筛子上，将筛盖盖好。
- (5) 将筛子放到枕筛机上振动 10min，取下筛子和盖，用板刷将沾在筛子底下的煤粉刷干净，重新放到枕筛机上振 5min，取下再刷筛底一次，再振筛 5min 后全部取下。
- (6) 将 0.074mm 筛上物倒入天平托盘上进行称重。
- (7) 数据处理：哈德格罗夫法可磨性系数用下列公式计算： $KHG=13+6.93G$
式中：KHG——哈氏可磨性指数；G——50g 减去筛上物的重量。

7.2.2 煤粉的爆炸性测定

对煤粉进行爆炸性检测是高炉喷吹煤粉前所必须做的一项测试内容（特别是烟煤和褐煤）。高炉喷吹用煤粉的粒度 80%以上都为小于 0.074mm 的细粉。这样细的粉尘悬浮在空气中达到一定浓度或长期堆放在密闭容器内（储煤罐）一旦遇到火源就有着火和爆炸的危险，特别是烟煤粉和褐煤，危险性更大，随着煤质的不同，其爆炸性的强弱也不同。因此，在选用煤种前对起爆炸性进行检测，以便在生产中采取必要的安全措施是极为重要的。

7.2.2.1 实验方法及设备

目前，我们所采用的是长管式实验装置，如图 7-24 所示。此设备是我们根据前苏联马克耶夫科学研究所设计的长管式实验装置于 1977 年开始先后两次对其进行了改进。改进后的实验装置操作简便，而且清扫也很方便，并使火源固定。火源温度采用自动控制，火焰长度用光电管测视，并配有数码管，可自动显示火焰长度。而且使测量数据更为准确可靠。（如图所示）



图 7-2 长管式实验装置

7.2.2.2 实验步骤

(1) 将制备好的煤粉（粒度为小于 0.074mm）放入烘箱中进行干燥（一般控制在 $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下干燥 1 小时）。

(2) 打开仪器电源，将温度自动升至 1050°C 。

(3) 用天平（感量为 1g）称取干燥后的煤粉 1g。

(4) 取下测定仪上的试样管，将漏斗放入试样管大口处。然后将称好的煤粉倒入试样管内。

(5) 将试样管轻轻插入仪器的喷射管内，拧紧。

(6) 按动电磁阀开关，这时打气筒迅速将筒内空气压至试样管，使其煤粉即刻喷到爆炸管内的火源上。如系爆炸性煤则在火源产生火焰。以火焰返回的长度作为爆炸性强弱的标志。一般在火源处出现稀少 $<5\text{mm}$ 的火星或无火星的属于无爆炸性煤（如无烟煤）；返回火焰长度 $<400\text{mm}$ 的为易燃并具有爆炸性的煤；返回火焰长度 $>400\text{mm}$ 的为强爆炸性煤。测定的每种试样测 5 次。

7.2.3 煤炭着火点的测定

将煤加热到开始燃烧的温度叫做煤的着火点（也叫着火温度或燃点）。着火点是煤的特性之一。煤的着火点与煤的变质程度有很明显的关系，变质程度低的煤粉着火点低，反之着火点就高。因此，煤的着火点与挥发分有着重要的关系，即煤的挥发分高的，着火点就低，反之着火点就高。但挥发分相同的褐煤和烟煤，其着火点则是褐煤比烟煤低的多。

煤的着火点的另一种特点就是煤氧化以后，煤的着火点就明显降低。因此，人们利用测定原煤着火点和氧化煤着火点降低的数值来推测煤的着火点降低的数值来推测煤的自然倾向，以便在储存煤和输送系统中采取必要的安全措施。

7.2.3.1 实验方法和设备

目前，我们采用的是光电控制法，即一种直接加热煤样使其发生爆燃。它的优点是操作简便，测量时间短（每测一次只需 3~5 分钟）。误差小，而且重现性好，并有光电系统自动显示计数。



图 7-3 煤的着火点测定仪

- (1) 煤的着火点测定仪（如图 7-3 所示）。
- (2) 天平，感量为 0.01g。
- (3) 玻璃或瓷研钵一套

7.2.3.2 实验步骤

- (1) 取制备好的(粒度为小于 0.074mm)并经过干燥后的煤样与氧化剂亚硝酸钠以 1:0.75 的质量比（即 1g 煤粉配 0.75g 的亚硝酸钠）放入研钵中混合均匀备用。
- (2) 用专用刀片将试样放入仪器的加热源（铂金片中间的试样槽）内然后把刀片竖起，将煤样轻轻刮平再将多余的煤粉用毛刷清扫干净后将装有光电控制的盖子盖好。
- (3) 起动一起的升温压开关，使其仪器开始工作，随着电压的不断加大温度也随之升高。
- (4) 当煤样爆燃的同时，电压表也停止工作。这时，温度也即刻自动记录下来并显示在数码管上。
- (5) 按动复位键，将一起恢复到初始位置。
- (6) 用药用棉沾上酒精或水，将铂金片清洗干净后再进行测定。同一试样连续测定 3 次，取起平均数，允许误差为 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

7.2.4 粉体的粒度分析

散状物料的粒度为物料颗粒的大小。物料粒度的大小可以分为若干级别，各粒度的相对含量称为粒度组成，对物料粒度组成测定称为粒度分析。钢铁冶金使用对散状物料粒度范围从 0.01~80mm，目前没有一种可适应全部粒度范围对粒度分析方法。根据粒度大小，散状物料对粒度分析可以采用筛分法、激光粒度分析（计数法）、沉降分析及比表面积法。本实验中使用激光粒度分析法。

Winner2000 型激光粒度分布测定仪主要是测定粉体的形态学的物性，主要是同粉粒体的外观或者固有特性有关的物性。如：形状、粒径、密度、细孔径、比表面积、表面粗糙度等。Winner2000 型激光粒度分布测定仪主要用于粒度为 0.1—300 μm 的金属、非金属矿粉、煤粉及各类粉体的粒径、粒度分布、比表面积、过程分散情况等性能测定。测定时间短，数据由计算机进行处理，数据稳定准确。适用于高炉喷吹粉料、烧结球团性能、环保、粉末冶金及食品、医药、化工等多种领域。

7.2.4.1 实验设备及原理



图 7-4 Winner2000 型激光粒度分析仪

Winner2000 型是以激光衍射法和散射法为基本原理的粒度分布测定装置。激光衍射技术基于以下现象：粒子在各个方向产生的衍射光而形成的光线强度取决于粒子的大小。在一定的限度内，系列粒子的散射图形等同于各个粒子散射图形的叠加。通过运用数学叠合法程序使用光学模型计算单位体积颗粒在所选粒度区间的散射图，就可以计算出颗粒的体积粒度分布。

一个有代表性的试样，在装有适当液体或者气体的容器中分散成适当的浓度，然后使其通过单色光束（通常是激光），光遇到颗粒后以各种角度散射，由多元探测器测量这些光束，并且记录散射图上相应的数值用于随后的分析。然后通过适当的光学模型和数学程序转化记录下来的散射光数据，计算某一粒度颗粒相对于总体积的百分比，从而得出粒度的体积分布。

7.2.4.2 测定步骤

- (1) 启动同激光粒度设备相连接的计算机；
- (2) 启动计算机中的 Windows 操作系统；
- (3) 启动 Winner2000 型激光衍射粒度分布测定仪；
- (4) 在已经启动的计算机 Windows 操作系统中启动激光衍射粒度分布测定仪的操作控制软件；
- (5) 通过 Winner2000 型配套软件输入测定的条件，包括试料的名称、测定者、测定单位并选择测定的条件；
- (6) 进行空白测定；
- (7) 投入试料；
- (8) 进行监控测定，检查分散和数据安定状态的监控测定；
- (9) 手动测定，通过监控测定确认数据稳定后，进行手动的测定和数据的保存、打印；
- (10) 实验完毕，清洗试料槽；
- (11) 循环槽的清洗，由于反复的测定使用，循环槽的透镜会粘上粉尘形成的污斑，使得空白的测定无法通过。此时，应将循环槽卸下进行清洗。

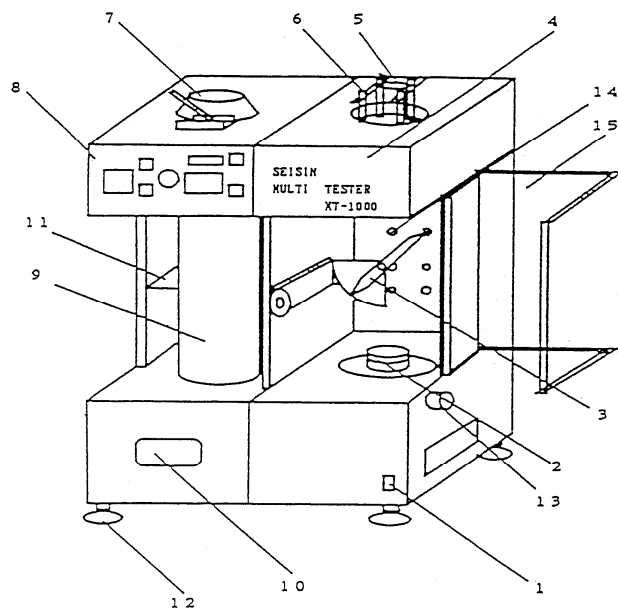
7.2.5 粉体流动性指数及喷流性指数测定

MT-1000 型多功能粉体物性测定仪主要用于测量粉体的力学物性性能：主要是同单一粒子或者粒子群在静止或者流动时，所表现出的同物理、化学特性有关的物性。如：安息角（自然坡度角）、摩擦角（内摩擦角、外摩擦角）、抗拉强度、抗压强度、流动性等。

多功能粉体物性测定仪用于测试粉体、煤粉、及其它各种粉体的松装密度、定容量和定重量振实密度、自然坡角度、板勺角、崩溃角、分散度、凝集度、金属粉流动性等 13 种粉体物性，可以求出粉体流动性的好坏和附着力大小，以及卡尔流动性指数和喷流性指数。物性测定方法和测定条件可自由变更，再现性好，误差小，测定结果稳定。该测试对高炉喷煤、环保、喷射冶金，粉体输送等装置的设计制造极为重要。

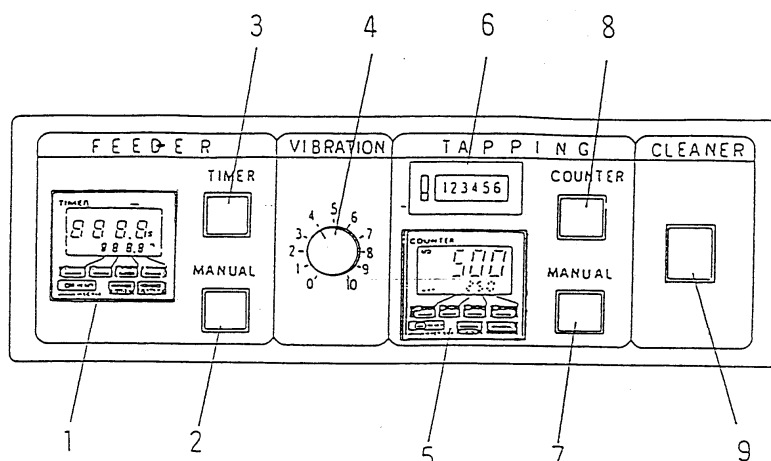
7.2.5.1 实验设备及原理

MT-1000 型多功能粉体物性测定仪是由日本株式会社清新企业制造，用来测定在粉体评价、粒子设计、粉碎系统和粉体输送系统的设计上，多项重要的粉体物性的测定装置。



- 1, 电源开关; 2, 试料振动台; 3, 角度测定器; 4, 加料装置; 5, 筛子隔板;
6, 压板; 7, 分散度测定用试料投入器; 8, 操作盘; 9, 分散度测定用有机玻璃筒; 10, 分散度测定用箱;
11, 零件架; 12, 调节器; 13, 吸尘器接口; 14, 漏斗吊架安装螺丝; 15, 透明有机玻璃门

图 7-5 设备主体示意图



- 1, 加料器定时器; 2, 加料器手动开关; 3, 加料器计时开关; 4, 振动强度调节; 5, 数字计时器; 6, 累计
计时器; 7, 试料台振动手动开关; 8, 计数器启动开关; 9, 吸尘器电源开关;

图 7-6 设备操作盘示意图

(1) 静松装密度 (ρ_0)

静松装密度是在一定体积的容器中，尽可能以缓慢地充填状态下得到的密度（包括粉体间的空气混入、含有空隙的状态），因而静松装密度是表示粉体充填时的容量和重量的关系。在一定容积的容器中缓慢地填充粉末，将刮去溢出部分后的粉体重量和粉体体积的比，定义为静松装密度（ ρ_0 ）。设容器重量为 W_0 。充填后的重量为 W_1 、容器的容积为 V 。

静松装密度（ ρ_0 ）用下式表示：

$$\rho_0 = \frac{(W_1 - W_0)}{V}$$

（2）振实密度（ ρ_p ）

振实密度是在一定体积的容器中，缓慢地充填粉体后使其上下震动，破坏粉体间的空隙紧密充填后的表现松装密度。测量振实密度，可以得到粉体粒子的流动性或者容积变化率、空隙率变化等的有关数据。

振实密度可以分为：1，定重量法；2，定容积法。而定重量法又可以分为抹刮定重量法和完全定重量法。

MT-1000 型多功能粉体物性测定仪的振实密度的测定结果，可以按照各种振动的压缩公式进行解析，但是通常是根据川北公式进行解析的。

川北公式是关于粉体振实密度的实验公式，是表示震动次数与容积变化率之比同震动次数的关系式。进行振动测定可以得到初期空隙率、最终空隙率、最终振实密度等各种数据。

川北公式为：

$$N/C = (1/ab) + (1/a) \times N$$

式中：b—常数；

N—振动次数

C—容积变化率（ $= 1 - V_N/V_0$ ）

V_0 —初期容积， V_N —N 次振动后的粉体容积。

（3）空隙率（ ϵ_N ）

在容器中充填粉体时，将空隙度与充填粉体所占容积的比，称做空隙率。空隙率可用下式计算：

$$\epsilon_N = \frac{V_N - \{(W_1 - W_0)/\rho\}}{V_N}$$

式中： V_N —N 次振动后的粉体容积；

ρ —粉体的真密度；

W_1 —粉体充填后的重量；

W_0 —容器重量。

N=0 时，为初期空隙度

N= ∞ 时，为最终空隙度

（4）卡尔（Carr）指数

卡尔教授为了表示粉体的综合物性特性，由几个物性值研究了粉体的流动性和喷流性，并就每个特性进行了指数化处理，从而发明了卡尔指数。卡尔指数由于可以综合判断粉体物性，已经在各种粉体系统设计和新开发的粉体评价上得到应用。流动性指数和喷流性指数对每个项目的测定值来说是个别的设定指数，将这几个个别的指数累加后的值，定义为卡尔指数。

用于求流动性指数（Fw）的测定项目有：

自然坡度角（ θ_r ）、压缩率（Cp）、板勺角（ θ_s ）、均匀度（Uf）或者凝集度（Ch）。

用于求喷流性指数 (F0) 的测定项目有：
流动性指数 (Fw)、崩溃角 (θ_f)、差角 (θ_d)、分散度 (Ds)

(5) 自然坡度角 (θ_r)

自然坡度角的测定方法可大致分为注入角法、排出角法，倾斜角法。该仪器采用了注入角法。由上部漏斗落下的粉体，在平台上堆积成粉体山状的底角，定义为自然坡度角 (θ_r)。粉体的流动性越好，自然坡度角的值越小。

(6) 松散松装密度 (ρ_a)

把粉体缓慢地充填到一定容积的容器中，将刮去溢出部分后的粉体重量和粉体的体积的比定义为松散松装密度 (ρ_a)。

静松装密度与松散松装密度的意义是相同的，可是在该仪器中，将用于求卡尔指数的松散松装密度与静松装密度区别开来。

设容器重量为 W。充填后的重量为 W1，容器的容量 V 时，松散松装密度可以用下式表示：

$$\rho_a = (W_1 - W_0) / V$$

(7) 振实松装密度 (ρ_p)

将充填粉体试样的容器上下振动。经一定次数振动后取出试料容器，将刮平试料后的密度定义为振实松装密度。振实松装密度和用定容积法测定的振实密度具有相同的意义，而在本设备中，为了求卡尔指数一般称为振实松装密度。

松散松装密度 (ρ_a) 和振实松装密度 (ρ_p) 存有如下的关系：

$$\rho_a < \rho_p$$

(8) 压缩率 (Cp)

压缩率可以从松散松装密度 (ρ_a) 和振实松装密度 (ρ_p) 中求出。

$$Cp = 100 \times (\rho_p - \rho_a) / \rho_p$$

压缩率越大，流动性越差。

(9) 板勺角 (θ_s)

将埋在粉体中的板勺 (22mm×100mm) 向上方提起，在板勺上堆积成粉体山状的底角，定义为板勺角。但是板勺角是以板勺提起后的角度 θ_{s1} ，和板勺受到冲击后除掉不稳定粉体的角度 θ_{s2} 的平均值来表示的。

$$\theta_s = (\theta_{s1} + \theta_{s2}) / 2$$

板勺角 (θ_s) > 自然坡度角 (θ_r)

(10) 凝聚度 (Ch) 和均匀度 (Uf)

凝聚度 (Ch) 和均匀度 (Uf) 是代表粉体流动的特性，凝聚度适用于微粉或者可以测定凝集力的粉体，与此相反，均匀度适用于颗粒或者表面凝集力不能测定的粉末化颗粒。

凝聚度 (Ch)

凝聚度 (Ch) 不是原子间的作用力，而是粉体微粒子表面上显现出的相互凝集力。干燥的颗粒表面凝集力小，多数粒子凝集时凝集力变大。

均匀度 (Uf)

从粒度分布所得到的累计数据的 10% 径 (X_{10}) 和 60% 径 (X_{60}) 中，可求得均匀度 (Uf)。

$$Uf = X_{60} / X_{10}$$

(11) 崩溃角 (θ_f)

给自然坡度角以一定的冲击，表面层崩溃后的倾斜角被称为崩溃角 (θ_f)。

(12) 差角 (θ_d)

自然坡度角 (θ_r) 和崩溃角 (θ_f) 的差定义为差角 (θ_d)。差角越大，喷流性越差。

$$\theta_d = \theta_r - \theta_f$$

(13) 分散度 (D_s)

将一定重量的试料从一定高度落下，由放置在底部的抛物状玻璃容器中的残留试料量，计算出百分率，定义为分散度 (D_s)。分散度是与分散性、发尘性和放电性有关的因素这个值超过 50% 的粉体具有很强的放电倾向。

7.2.5.2 测定步骤

(1) 用抹刮定重量方法测定振实密度的方法

- ① 选定容器
- ② 将选定好的容器放入天平中，称其重量 W_0 (g)
- ③ 将已知重量的容器安装到振动台上套上溢流环形杯，安装到振动台上。
- ④ 在试料加料器上部安装筛子底板和一个筛子，筛子根据试料的粒度适当选定。
- ⑤ 在筛子上面装上筛子隔板。
- ⑥ 用筛子压板固定筛子和隔板。
- ⑦ 向试料加料器投入试料（注意不要让试料从是筛子隔板边漏出）。
- ⑧ 按加料器手动开关，一边不断加料，一边进行充填，直到试料装满并溢出为止。加料器的振动强度可以根据试料的充填状态随时调整。此外，振动强度最初强一点没有关系，当试料充填时，将强度调弱。振动强度要缓慢变化。
- ⑨ 充填结束后，关闭加料器开关。
- ⑩ 卸下溢流环形杯，盖上试料容器盖子。
- ⑪ 按下计数器启动开关，使其在规定的振动次数下进行振动。振动结束后卸下容器盖子，擦去容器上沾附的试料并测定其重量 W_1 (g)。

(2) 静松装密度（最松充填松装密度）的测定方法

- ① 将静松装密度测定用的 20cc 容器安装到静松装密度测定用容器保持器上。
- ② 测定试料容器的重量 W_0 (g)。
- ③ 将静松装密度测定用的 20cc 容器罩安装到试料容器上，并放置到振动台上。
- ④ 关闭前面的有机玻璃门打开加料器开关。
- ⑤ 充填结束后，关闭加料器开关。
- ⑥ 用抹刮板刮平容器口。
- ⑦ 卸下容器及容器罩，擦去容器上沾附的试料，并测量其重量 W_1 (g)。

(3) 自然坡度角 (θ_r) 的测定方法

- ① 在试料加料器出口上安装漏斗附件。
- ② 将自然坡度角测定部件安放到试料槽中的圆形标记位置上。
- ③ 关闭有机玻璃门打开加料器开关。
- ④ 不断加料，使其堆积在自然坡度角测定平台上。当试料堆积起来的时候，为了自然坡度角稳定，要将振动强度调弱。
- ⑤ 角度成型稳定后，关闭加料器开关。
- ⑥ 缓慢地转动角度指示的指针，确定角度指针的位置。调整角度指示针使其与堆积成山的斜面平行。

- ⑦ 转动自然坡度角测定平台，读取三个部位的角度，将它们相加后的平均值作为自然坡度角；
- (4) 崩溃角 (θ_f) 的测定方法
- ① 在自然坡度角测量完毕后将自然坡度角测定平台下面的重块，慢慢提到最高的位置，并使其落下。
 - ② 用测定自然坡度角的方法，读取三个部位以上的角度，将它们相加后的平均值作为崩溃角。
- (5) 差角 (θ_d) 的测定方法
- ① 将自然坡度角 (θ_r) 和崩溃角 (θ_f) 的差定义为差角 (θ_d)。
- (6) 松散松装密度 (ρ_a) 的测定方法
- ① 将 100cc 容器放入天平中称其重量 W_0 (g)。
 - ② 将已知重量的容器安装到振动台上套上溢流环形杯。
 - ③ 关闭有机玻璃门。
 - ④ 按加料器手动开关。
 - ⑤ 充填结束后，关闭加料器开关。
 - ⑥ 用抹刮板刮平容器口。
 - ⑦ 卸下容器，擦去容器上沾附的试料，放入天平中称其重量 W_1 (g)。
- (7) 振实松装密度 (ρ_p) 的测定方法
- ① 将测定后的松散松装密度再安装到振动台上。
 - ② 在振动台下面安装隔板。根据 Carr 教授的文献振动距离为 18mm，所以将 18mm 作为标准。
 - ③ 在装有试料的试料容器上，再套上 100cc 容器罩
 - ④ 按动加料器开关。
 - ⑤ 将试料容器罩内加满试料。
 - ⑥ 充填结束后，关闭加料器开关，打开有机玻璃门。
 - ⑦ 在试料容器的上方紧紧套上 100cc 容器盖。
 - ⑧ 将振动计数器定位在 180 次。
 - ⑨ 按下计数器启动开关，开始振动。
 - ⑩ 振动结束后，从容器上卸下容器罩和容器盖用抹刮板刮平容器口。
 - ⑪ 卸下容器，擦去容器上沾附的试料，放入天平中测量其重量 W_2 (g)
- (8) 压缩率 (C_p) 的测定方法
- ① 测定松散松装密度 (ρ_a) 和振实松装密度 (ρ_p)。
 - ② 计算压缩率 (C_p)。
- (9) 板勺角 (θ_s) 的测定方法
- ① 打开有机玻璃门。
 - ② 在试料槽台上，装上板勺角测量部件。
 - ③ 将试料倒入到试料槽中。
 - ④ 将埋在粉体中的板勺向上方提起，由于限位器的作用板勺会在一定的高度上停止。这时不要再往上提升。
 - ⑤ 沿板勺的长度方向测量其三个部位以上的粉堆角度。取其相加平均值作为 (θ_s)。然后让重块一次落下冲击板勺，再以同样的方法测量三个角度，将其相加平均值作为 θ_{s_2} 。

⑥ 将 θ_{s_1} 和 θ_{s_2} 的平均值定义为板勺角 (θ_s)。

(10) 分散度 (D_s) 的测定方法

- ① 测定抛物状玻璃容器的重量 W_1 (g)。
- ② 将抛物状玻璃容器放入到工具箱的固定位置上。
- ③ 往分散度测定用试料投入器内, 投入 10g (± 0.1 g) 的试料。
- ④ 打开进料口的闸门, 让试料落下。
- ⑤ 取出容器, 并测量其重量 W_2 (g)。
- ⑥ 计算分散度 (D_s)。

(11) 凝集度 (Ch) 的测量方法

- ① 由松散松装密度 (ρ_a)、振实松装密度 (ρ_p) 和压缩率 (C_p), 计算动态松装密度 (ρ_w)

动态松装密度的计算方法:

$$\begin{aligned}\rho_w &= \{(\rho_p - \rho_a) \times C_p / 100\} + \rho_a \\ &= \{(\rho_p - \rho_a)^2 / \rho_p\} + \rho_a\end{aligned}$$

- ② 由下式求出筛子的振动时间 T (s)

$$T = 20 + \{(1.6 - \rho_w) / 0.016\} \quad (\text{当 } \rho_w > 1.6 \text{ 时, 取 } \rho_w = 1.6)$$

- ③ 选择出 3 个筛子。
- ④ 分别测定筛子的重量 W_{11} (g)、 W_{12} (g)、 W_{13} (g)。
- ⑤ 在试料加料器上放入筛子底版, 其上按照筛目从上到下减少的顺序, 重合放置选定的 3 个筛子, 用筛子压板固定筛子。
- ⑥ 将振动强度调节器调整至 1 的位置, 之后不要再变更。
- ⑦ 将加料器的定时器定到筛子的振动时间上。
- ⑧ 在最上层的筛子里加入重量 W (g) 的试料 (通常为 2g)。
- ⑨ 筛分完后, 卸下筛子。
- ⑩ 分别测定各个层上残留的残留试料和筛子的重量 W_{01} (g)、 W_{02} (g)、 W_{03} (g)。
- ⑪ 分别计算各层筛子残留的试样重量 W_1 (g)、 W_2 (g)、 W_3 (g)。
- ⑫ 计算凝集度。

$$\begin{aligned}Ch &= \{(W_1 / W) \times 100\} + \{(W_2 / W) \times 100 \times 0.6\} + \{(W_3 / W) \times 100 \times 0.2\} \\ &= \{(5 \times W_1 + 3 \times W_2 + W_3) / W\} \times 20 \quad \%\end{aligned}$$

式中: Ch —凝集度;

W_N —各层筛子上残留的试料重量 ($n=1\sim 3$)

W —投入试料的总重量 (约 2g)

(12) 均匀度 (U_f) 的测量方法

- ① 用粒度分布测定试料的粒度分布。
- ② 由累计分布曲线求出 10%径 (X_{10}) 和 60%径 (X_{60})
- ③ 求均匀度 (U_f)。

7.3 实验报告

- (1) 写出实验内容，试样名称、重量，计算出可磨指数；
- (2) 画出表格将所做试样的名称、试样粒度、试样重量、实验数据（每次）算出平均值。

7.4 思考题

- (1) 煤粉着火点的高低与什么有关？
- (2) 为什么要必须测出可磨系数？
- (3) 煤粉的爆炸性如何，就煤粉本身哪些因素有关？
- (4) 对于具有爆炸性的煤，如果高炉准备喷吹，那么应该采取哪些措施？
- (5) 影响粒度的因素是什么？
- (6) 影响粉体流动性及喷流性的因素是什么？

8 电化学综合实验

【实验性质】 综合性实验；学时：4

8.1 实验目的

- (1) 掌握用恒电位法测量阳极极化曲线的基本原理和测试方法。
- (2) 掌握恒电位仪的基本使用方法。
- (3) 了解交流阻抗的基本原理和测试方法。
- (4) 测定不同成分的耐候钢在 0.05M 的 NaHSO_4 电解液中的交流阻抗与阳极极化曲线。
- (5) 通过实验加深对电极钝化与活化过程的理解，并分析不同成分的耐候钢的耐腐蚀性能。
- (6) 了解交流阻抗的等效电路图的拟合方法。
- (7) 理解掌握恒电位法与恒电流法的区别。

8.2 实验原理和设备

浸在电解液中的金属（即电极）具有一定的电极电位。当外电流通过此电极时，电极电位发生变化。电极为阳极时，电位移向正方向，电极为阴极时，电位移向负方向。这种电极电位的变化称为极化。通过电极的电流密度不同，电极的过电位也不同。电极电位（或过电位）与电流密度的关系曲线叫极化曲线。极化曲线常以过电位 η 与电流密度的对数 $\log i$ 来表示。

恒电位法也叫控制电位法，就是控制电位使其依次恒定在不同的电位下，同时测量相应的稳态电流密度。然后把测得的一系列不同电位下的稳态电流密度画成曲线，就是恒电位稳态极化曲线。在这种情况下，电位是自变量，电流是因变量，极化曲线表示稳态电流密度（即反应速度）与电位之间的函数关系： $i = f(\varphi)$ 。

维持电位恒定的方法有两种，一是用经典恒电位器，一是用恒电位仪。现在一般都使用国际上先进的恒电位仪。用恒电位仪控制电位，不但精度高，频响快，输入阻抗高，输出电流大，而且可实现自动测试，因此得到了广泛应用。恒电位仪实质上是利用运算放大器经过运算使得参比电极与研究电极之间的电位差严格等于输入的指令信号电压。恒电位仪原理上可分为两类：一是差分输入式，一是反向串联式。用运算放大器构成的恒电位仪在电解池、电流取样电阻及指令信号的联接方式上有很大灵活性，可以根据电化学测量的要求选择或设计各种类型恒电位仪电路。

恒电位法即可测定阴极极化曲线，也可测定阳极极化曲线。特别适用于测定电极表面状态有特殊变化的极化曲线，如测定具有阳极钝化行为的阳极极化曲线。

用恒电位法测得的阳极极化曲线如图 8-1 的曲线 ABCDE 所示。整个曲线可分为四个区域：AB 段为活性溶解区，此时金属进行正常的阳极溶解，阳极电流随电位改变服从 Tafel 公式的半对数关系；BC 段为过渡钝化区，此时由于金属开始发生钝化，随电位的正移，金属的溶解速度反而减小了；CD 段为稳定钝化区，在该区域中金属的溶解速度基本上不随电位而改变；DE 段为过渡钝化区，此时金属溶解速度重新随电位的正移而增大，为氧的析出或高价金属离子的产生。

从这种阳极极化曲线上可得到下列一些参数： φ_C —临界钝化电位； i_C —临界钝化电流； φ_P — φ_P' —稳定钝态的电位区； i_P —稳定钝态下金属的溶解电流。这些参数用恒电流法是测不出来的。可见，恒电位极化对金属与溶液相互作用过程的描述是相当详尽的。

从上述极化曲线可以看出，具有钝化行为的阳极极化曲线的一个重要特点是存在着所谓“负坡度”区域，即曲线的 BCD 段。由于这种极化曲线上每一个电流值对应着几个不同的电位值，故具有这样特性的极化曲线是无法用恒电流法测得的。因而恒电位是研究金属钝化的重要手段，用恒电位阳极极化曲线可以研究影响金属钝化的各种因素。

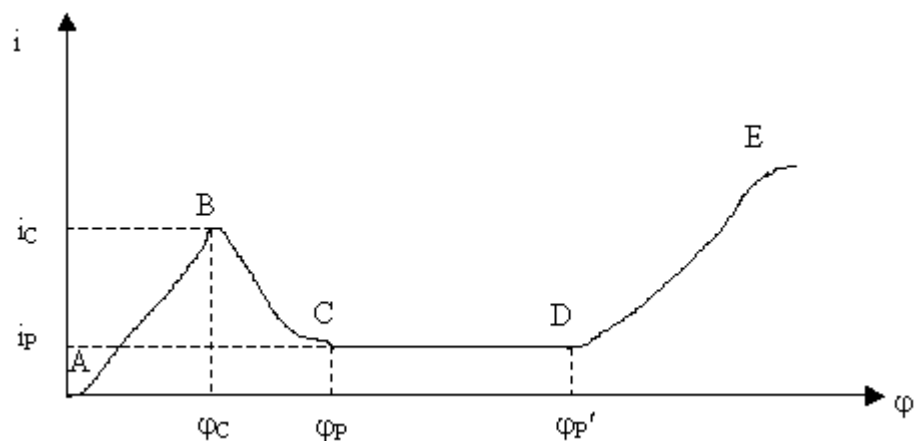


图 8-1 Ni 在 1M H₂SO₄ 溶液中阳极极化曲线

影响金属钝化的因素很多，主要有：

(1) 溶液的组成

溶液中存在的 H⁺ 离子、卤素离子以及某些具有氧化性的阴离子，对金属的钝化行为起着显著的影响。在酸性和中性溶液中随着 H⁺ 离子浓度的降低，临界钝化电流减小，临界钝化电位也向负移。卤素离子，尤其是 Cl⁻ 离子则妨碍金属的钝化过程，并能破坏金属的钝态，使溶解速度大大增加。某些具有氧化性的阴离子（如 CrO₄⁻ 等）则可促进金属的钝化。

(2) 金属的组成和结构

各种钝金属的钝化能力不同。以铁族金属为例，其钝化能的顺序为 Cr>Ni>Fe。在金属中加入其它组分可以改变金属的钝化行为。如在铁中加入镍和铬可以大大提高铁的钝化倾向及钝态的稳定性。

(3) 外界条件

温度、搅拌对钝化有影响。一般来说，提高温度和加强搅拌都不利于钝化过程的发生。

8.3 实验步骤

- (1) 阳极极化曲线的测量
- (2) 研究电极表面为 1.0cm²(单面)，另一面用石蜡封住，将待测的一面预先做好周期侵蚀实验，使其表面生满锈层，放入电解池中。电解池中的辅助电极为铂电极，参比电极为饱和 KCl 溶液的甘汞电极，电解池中注入 0.05M 的 NaH₂SO₄ 溶液；
- (3) 打开恒电位仪（1287A 与 1255B）或 8 通道恒电位仪（1480A）；
- (4) 打开计算机，等待计算机进入 Window 界面；
- (5) 按下图接好实验线路（要求无挥发性和腐蚀性气体产生）；

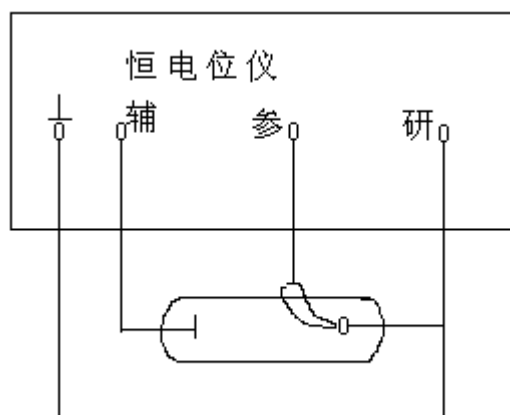


图 8-2 实验线路图

- (6) 在计算机上选择 Corrware 程序进行恒电位实验，或 CellTest 进行 8 通道恒电位测试；
- (7) 在相应程序界面上设置 实验参数和条件；
- (8) 按“MEASURE…”开始实验，在实验中严格禁止触摸电解池接线；
- (9) 耐候钢的阳极极化曲线与交流阻抗，条件同上。
- (10) 实验过程中和结束后，可用 Corrview 或 Zview 程序进行数据分析；
- (11) 关闭计算机电源；
- (12) 关闭恒电位仪等电源。

8.4 实验报告

- (1) 恒电位法测阳极极化曲线的实验原理。
- (2) 作极化曲线与交流阻抗图。
- (3) 比较两条曲线，并讨论所得实验结果及曲线的意义。
- (4) 分析恒电流法与恒电位法的区别。

8.5 思考题

- (1) 为什么金属的阳极钝化曲线不能用恒电流法测得？何时选用恒电流法？
- (2) 两种耐候钢的耐腐蚀性哪种最好？

9 差热分析

【实验性质】 设计性实验；学时：4

1977年，国际热分析协会(International Confederation for Thermal Analysis, 简称ICTA)的命名委员会(Committee On Nomenclature)对热分析的定义是：热分析是在程序控制温度下测量物质的物理性质与温度关系的一类技术。程序控制温度是指线性升温线、线性降温和等(恒)温。物质包括原始试样和在测量过程中由化学变化生成的中间产物及最终产物。物理性质主要包括：质量，温度，热焓变化，尺寸，力学特性，光学特性，电学特性和分子化合物；热分析主要应用在测量(1)无机化合物；(2)金属，合金，矿物，粘土；(3)高分子化合物；(4)有机化合物；(5)电器，电子产品；(6)陶瓷，水泥，玻璃，耐火材料等材料的反应热、分解和降解、相变、结晶化、脱水、热力学常数和熔点等。

热分析主要设备有TG(Thermogravimetry 热重)、DTA(Differential Thermal Analysis 差热分析)、DSC(Differential Scanning Calorimeter 差式扫描量热)、DIL(Dilatometer 热膨胀)、TMA(Thermal Mechanical Analysis 热机械)、DMA(Dynamic Mechanical Analysis 动态热机械)、联用(热分析与红外，与质谱)等。最常见的应用有：DTA 测量合金的相变点；DSC 测量合金的相变点和相变热焓、测量材料的比热和二级相变，还可测量反应的动力学过程与机理分析；TGA 测量化合物的温度和纯度分析，还可测量磁性材料的居里点以及较高级的TGA和DTA(或TGA和DSC)联用等。

9.1 实验目的

- (1) 了解TG、DTA及TG-DTA联用热分析仪的原理和实验技术；
- (2) 掌握试样化学反应过程中热分解温度的测量方法；
- (3) 掌握试样化学反应过程中质量变化的测量方法；
- (4) 通过热分析数据的处理计算，从而研究材料的反应过程；
- (5) 提高学生的动手能力和创新能力。

9.2 实验原理和设备

9.2.1 实验原理

热重法(Thermogravimetry 简称TG)是指：在程序控制温度下，测量物质的质量与温度的关系的一种技术。为了能够实时并自动地测量和记录试样质量随温度的变化，一台热重分析仪至少应由以下几部分组成：

- (1) 装有样品支持器并能实现实时记录的自动称量系统；
- (2) 记录器；
- (3) 炉子和炉温程序控制器。

其中装有样品支持器并能实时记录的自动称量系统是热天平最为重要的部分。热天平按试样与天平刀线之间的相对位置划分，有上皿式，下皿式和水平式三种。现在大多数的热天平都是根据天平梁的倾斜与重量变化的关系进行测定的。通常测定重量变化的方法有变位法和零位法两种。热天平以上皿式零位型的天平应用最为广泛。这种热天平在加热过程中试样

无质量变化时仍能保持初始平衡状态；当试样有质量变化时，天平就失去平衡，发生倾斜，立即由传感器检测并输出天平失衡信号，这一信号经测重系统放大用以自动改变平衡复位器中的电流，使天平重又回到平衡状态，即所谓的零位。平衡复位器的线圈电流与试样质量变化成正比，因此，记录电流的变化即能得到加热过程中试样质量连续变化的信息。而试样温度同时由测温热电偶测定并记录。于是得到试样质量与温度（或时间）关系的曲线。

物质在加热或冷却过程中会发生物理变化或化学变化，与此同时，往往还伴随吸热或放热现象。伴随热效应的变化，有晶型转变、沸腾、升华、蒸发、熔融等物理变化，以及氧化还原分解、脱水和离解等化学变化。另有一些物理变化，虽无热效应发生，但比热容等某些物理性质也会发生改变，这类变化如玻璃化转变等。物质发生焓变时质量不一定改变，但温度是必定会变化的，差热分析正是在物质这类性质基础上建立的一种技术。往往能给出比热重法（TG）更多关于试样的信息，是应用最广的一种热分析技术。

差热分析（differential thermal analysis 简称 DTA）是指：在程序控制温度下，测量物质和参比物之间的温度差与温度（或时间）关系的一种技术。用数学式表达为 $\Delta T = T_s - T_r$ （ T 或 t ），式中 T_s , T_r 分别代表试样及参比物温度， T 是程序温度； t 是时间。试样和参比物的温度差主要取决于试样的温度变化。DTA 仪由以下几部分组成：

- （1）样品支持器；
- （2）程序控温的炉子；
- （3）记录器；
- （4）检测差热电偶产生的热电势的检测器和测量系统；
- （5）气氛控制系统。

若将呈热稳定的已知物质（即参比物）和试样一起放入一个加热系统中，并以线性程序温度对它们加热。在试样没有发生吸热或放热变化且与程序温度间不存在温度滞后时，试样和参比物的温度与线性程序温度是一致的，即 $T_s - T_r$ （ ΔT ）为零时，两温度线重合，在 ΔT 曲线上则为一条水平基线。若试样发生放热变化，由于热量不可能从试样瞬间导出，于是试样温度偏离线性升温线，且向高温方向移动。而参比物的温度始终与程序温度一致， $\Delta T > 0$ ，在 ΔT 曲线上是一个向上的放热峰。反之，在试样发生吸热变化时，由于试样不可能从环境瞬间吸收足够的热量，从而使试样温度低于程序温度。 $\Delta T < 0$ ，在 ΔT 曲线上是一个向下的吸热峰。只有经历一个传热过程，试样才能回复到与程序温度相同的温度，由于是线性升温，得到的 $\Delta T - t$ （或 T ）图即是差热曲线或 DTA 曲线，表示试样和参比物之间的温度差随时间或温度变化的关系。

测量温度差的系统是 DTA 仪中的一个基本组成部分。试样和参比物分别装在两只坩埚内，其温度差是两付相同热电偶反接构成的差热电偶测定的，用毫克级试样时， ΔT 通常是一个很小的值，产生的热电势为几十至数百微伏。由差势电偶输出的微伏级直流电势，需经电子放大器放大后与测温热电偶测得的温度信号同时由记录器记录下来，于是得到差热曲线。

一般来说，每种热分析技术只能了解物质性质及其变化的某一或某些方面，在解释得到的结果时往往也有局限性。现在广泛采用的联用技术就是以多种热分析技术联合使用为主的一种新技术。最常见的联用技术是 TG-DTA（或 DSC）联用，使用这种兼有两种功能的热分析仪器，在同一次测量中利用同一样品可同步得到热重与差热信息，使 TG 和 DTA（或 DSC）曲线对应性更佳，有助于判别物质热效应是由物理过程引起，还是由化学过程引起。因此综合运用多种热分析技术，能获得有关物质及其变化的更多知识，还可以相互补充和相互印证，对所得实验结果的认识也就全面深入和可靠得多。

9.2.2 实验设备

本实验采用的是国产北京光学仪器厂生产的 WCT-2C 型微机差热天平, 是热重法与差热法联用型热分析仪器。由于上皿式热天平存在许多优点, 所以当 TG 和 DTA 联用时, 多采用这种方式。它把原有的 TG 样品支持器换成了能同时适用于 TG 和 DTA 测试的样品支持器, 实现了同时记录质量、温度和温度差。不仅能自动实时处理 TG 和 DTA 数据, 还能利用分析软件得到外推起始温度、差热峰的峰项温度、峰面积等数据, 对 TG 曲线进行一次微分计算可得到热重微分曲线 (DTG 曲线)。图 9-1 和图 9-2 分别为本实验设备的示意图和 TG-DTA 联用型热分析仪器的原理构造图。

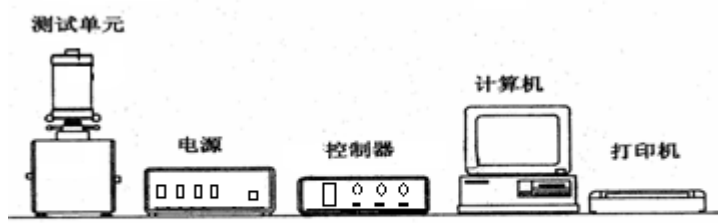
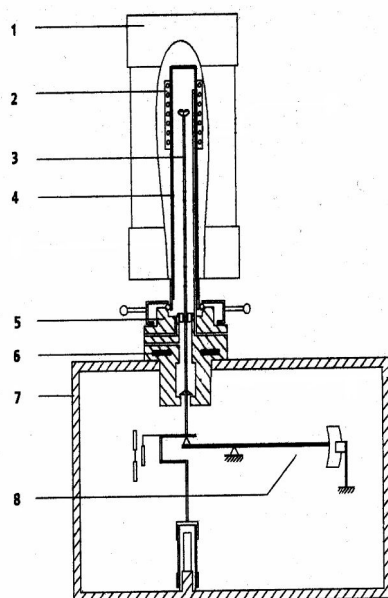


图 9-1 设备示意图

图 9-1 和图 9-2 分别为本实验设备的示意图和 TG-DTA 联用型热分析仪器的原理构造图。



- | | | |
|----------|---------|--------|
| 1. 炉子 | 4. 保护管 | 7. 箱体 |
| 2. 加热元件 | 5. 连接头 | 8. 热天平 |
| 3. 样品支持器 | 6. 恒温控制 | |

图 9-2 TG-DTA 联用型热分析仪器的原理构造图

9.3 实验内容

- (1) 用 TG-DTA 法测量含水草酸钙在加热过程中质量变化及热分解温度;
- (2) 通过分析软件, 计算反应的几个阶段的失重量, 几个阶段的起始反应温度, 几个阶段的热效应的变化, 并输出测量数据;
- (3) 根据数据处理计算结果, 判断含水草酸钙含几个结晶水, 并写出几个阶段的化学反应方程式。

9.4 实验步骤

(1) 实验设计

根据实验的目的与要求，设计合理的实验方案，如：样品的名称、重量；起始温度、终止温度、升温速率；反应气氛的设置及样品坩锅类型的选择等。

(2) 预热与样品准备

测量前，打开总电源、控制器和计算机，并打开冷却循环水，预热 30 分钟。用电子天平精确称量含水草酸钙样品。

(3) 装样

打开测量部分，上移并旋转炉子，分别把空坩锅和装有样品的坩锅放在支架座内；旋转并下移炉子，关闭测量部分。打开天平保护气体 Ar 50ml/min 和载气阀门。

(4) 软件操作

打开 RSZ 热分析数据采集分析系统，选择新采集，设置样品文件名称、序号和重量，设置 DTA 和 TG 的取值范围，以及采样间隔和反应气氛，设置初始、终止温度、升温速率。等 TG 信号稳定达到预热时间后，选择确定，仪器自动开始测量。

(5) 数据处理

测量过程中可从计算机屏幕上直接观察样品重量、样品吸（放）热与温度关系曲线，可点击 RSZ 热分析数据采集分析系统中的曲线分析，进行即时分析、计算。达到最终温度后，样品测量完毕，计算机控制自动断开加热电源，自动开始降温。通过分析软件进行修正和处理，计算反应的几个阶段的失重量，几个阶段的起始反应温度，输出测量数据。

(6) 结束操作

等炉子降到低于 250℃时，打开测量部分，并旋转炉子，取出样品。关掉保护气阀门，关掉计算机和冷却循环水，及控制器和电源开关，实验结束。

9.5 实验报告

(1) 绘出实验设备示意图和 TG-DTA 联用分析仪的原理图，并简述其原理。

(2) 列出全部的实验条件、原始数据及结果，如：样品的名称、重量；起始温度、终止温度、升温速率；反应气氛；坩锅尺寸和材料等。

(3) TG 曲线计算反应过程中的反应失重量，通过 DTA 曲线计算反应的起始反应温度。

(4) 结合以上计算结果判断各级反应中的产物，写出各级反应的化学反应方程式。

9.6 思考题

(1) 如果升温速度增大，每阶段草酸钙分解重量会发生怎样的变化？

(2) 如果升温速度增大，草酸钙分解温度会发生怎样的变化？

(3) 如果样品室内混有氧气，DTA 曲线会发生怎样的变化？

(4) 分析误差的来源。

10 高炉气体力学电模拟试验

【实验性质】 综合性实验；学时：4

10.1 实验目的

1. 了解高炉不同软融带对煤气流分布规律的影响；
2. 掌握高炉电模拟实验的原理、方法和设备。

10.2 实验原理及设备

10.2.1 电模拟研究的基本概念

一个日产数千吨生铁的炼铁高炉，炉体高达30米，每日吞吐着上万吨原料（矿石、焦炭）和产品。在炉身下部鼓入高温热风。由于焦炭的燃烧，在炉内进行着高温物理化学反应。将铁矿石还原。最终冶炼出优质生铁和排出炉外。其原理示意图见图10.1。

高炉是一个密闭体，相当一个黑匣子，欲研究高炉内的冶炼进程是相当困难。这个进程的关键是炉料顺行下降以及热气流（煤气）上升时合理的分布，从而使能量利用最佳和加快还原反应。在这当中，煤气流的分布影响着冶炼的进行，所以近些年来对高炉气体力学的研究，成了一项新的课题。

这样一个复杂浩大的生产问题，能否用电子技术进行模拟研究，需要分析高炉生产具有如下特征：

- (1) 高炉是一个多节圆锥与圆柱的组合物（见图10.1），在炉形上具有几何轴对称性。
- (2) 当冶炼生产正常时，炉内煤气流分布及炉料软融状态，也具有轴对称特点。
- (3) 因此研究高炉冶炼状态可以采用圆柱坐标，即满足 $\frac{\partial}{\partial \theta} = 0$ ，将原来是三维状态简化成只有径向(R)和纵向(Z)二维的问题来研究。
- (4) 以中等高炉为例，炉料下降速度约为0.001m/s，而煤气流上升速度高达4.5m/s，两者相比非常悬殊。当取一小段时间来研究，可将炉内系统（场）近似地视为单流向反应过程。

可见，根据相似原理，应用二维电模拟技术，是可以对高炉气体力学加以研究的。

电模拟方法的正确性，是基于相似类比理论。一个是庞大复杂的生产系统，另一个是容易测试的模拟系统，尽管两者的内容实质不同，但只要他们动态过程的微分方程相似，即具有相同的数学描述形式（数学模型相似），就可以用后者来研究前者。所谓相似类比，是指这两个系统（场）各自的物理参数、边界条件等，虽然两场的量纲不同，但都存在严格的对应关系，有统一的数学表达式，例如表10-1所示。

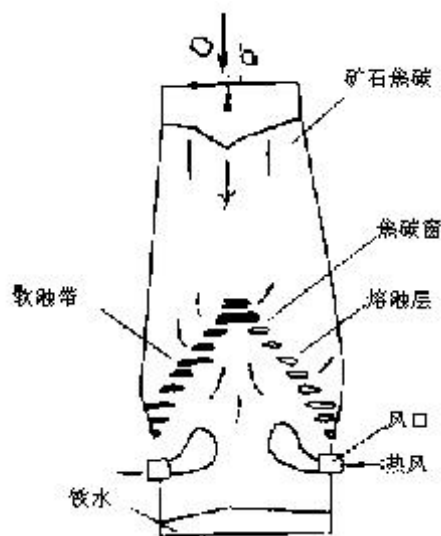


图 10.1 高炉内状况示意图

表 10-1 电流场与流体动力势场的类比

导电介质中的电流场	理想流体的动力势场
$\bar{E} = -gradu$	$\bar{W} = -gradP$
$\int_s \bar{\delta} ds = i$	$\int_s \rho \bar{W} ds = G$
$div \bar{\delta} = i$	$div \rho \bar{W} = 0$
$rot \bar{E} = 0$	$rot \bar{W} = 0$

表中：u---电位； \bar{E} ---电场强度向量； $\bar{\delta}$ ---电流密度向量；i---电流；P---流体动力速度势； \bar{W} ---速度向量； $\rho \bar{W}$ ---流体密度向量； ρ ---流体密度；G---流量；grad---梯度；div---散度；rot---旋度

上表所列举两个场的数学方程式，都是一一对应，皆服从于同一物理规律，证明这两种场相似，这就在理论上阐明了用电流场来模拟高炉气体动力势场的正确性。

电模拟方法的优点在于模型制作简单、电路参数改变容易及各电量测试方便，并且准确度也较好。

10.2.2 实验原理

考虑到影响高炉内煤气流运动的主要因素是物料的阻力。适用与气体通过散料层的 Ergun 方程，其向量形式为：

$$\bar{V} = -\frac{1}{K} gradP \quad (10-1)$$

式中 \bar{V} ---气体空炉速度；

K ---炉料阻力系数。

为了模拟煤气流受到的阻力，在电模型中需突出电阻这个参数。同理可以推导出相对应的稳定电流场的向量方程：

$$\bar{\delta} = -\frac{1}{r} grad u \quad (10-2)$$

式中 r ---电阻率。

由于上述两个场的运动方程相似，只要根据炉内阻力状态（K 值的大小）来改变电模型中的电阻率 r，就可以用电模型来研究具体的高炉了。

10.2.3 实验设备

电模型的材质是采用电阻纸，其电阻值为 $11K\Omega/mm^2$ （方阻）。电模型结构如图 10.2 所示。用电阻纸依高炉形状按比例缩小来制作模型。因炉形轴对称，为了简化只取半边来研究便可。在二维电模型中，将等势边界接上良导体（压上铜片），在变势边界造成绝缘状态（即不接铜片），R1 及 R2 为可调电阻，它们的电阻最大值为 $2K\Omega$ 。可采用精密电阻箱来代替 R1 及 R2。电源部分为直流稳压电源。

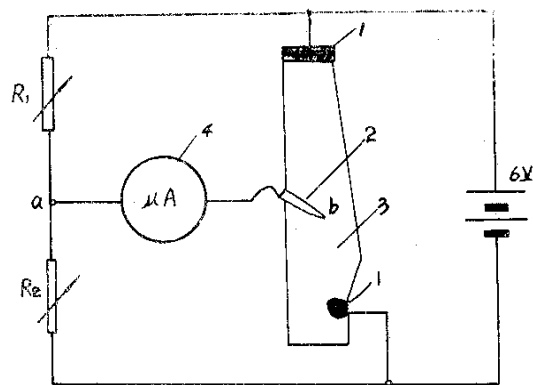


图 10.2 电模型结构

1---铂铜片（压紧） 2---可移动金属测针
3---电阻纸 4---检流计（微安表）

10.3 实验步骤

电模型的结构原理（图 10.2）实质上是一个电桥电路，它的等效电路见图 10.3。图中 b 点是测针对电阻值的触点，它将电阻纸的电阻值分成两部分 R_{x1} 和 R_{x2} 。在移动触点 b 时，将有不同的 R_{x1} 和 R_{x2} 产生。

1. 等势线的测试

当 R_1 及 R_2 已确定后，只要移动测针使 R_{x1} 和 R_{x2} 同时改变，必能找到电桥的平衡点，即满足下列电桥平衡方程：

$$R_1 \cdot R_{x2} = R_2 \cdot R_{x1} \quad (10-3)$$

或
$$\frac{R_1}{R_2} = \frac{R_{x1}}{R_{x2}}$$

此时检流计（微安表）指示为零。由于电模型是二维平面，所以能满足式（3）的平衡点（b）；不只是一个而是有无限多个，将这些点连起来便是一条线。如果是研究炉内的气流压力，这就是等势线，将此结果应用到实际高炉中去就成了炉内的等势面。当改变 R_1 与 R_2 的比例，便能测试出一系列不同的等势线（面），如图 4 所示。图中各等势线分别为 $\phi=0.1, \phi=0.2, \dots, \phi=0.9$ ，可记作 ϕ_x ，称为势函数：

$$\phi_x = \frac{R_1}{R_1 + R_2} = \frac{R_{x1}}{R_{x1} + R_{x2}}$$

式中 R_1 和 R_2 为电桥两个桥臂，它们的电阻值是预先给定的。测针触点 b 使电阻值模型分成 R_{x1} 和 R_{x2} 。当 R_2 固定式（ $1K\Omega$ ），适当改变 R_1 可得到势函数 $\phi_x=0.1-0.5$ 的等势线；当固定 R_1 （ $1.0 K\Omega$ ）适当改变 R_2 ，测得到 $\phi_x=0.6-0.9$ 的等势线（见图 10.4）。 ϕ_x 与 R_1 、 R_2 的数值如表 10-2。

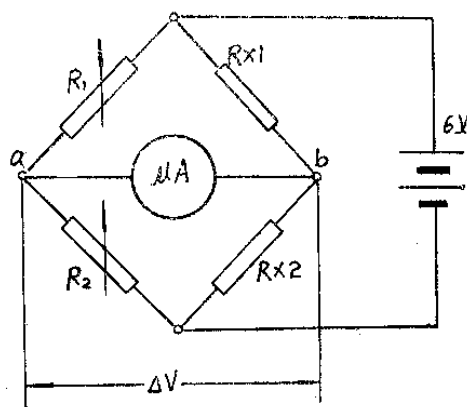


图 10.3 电模型电路

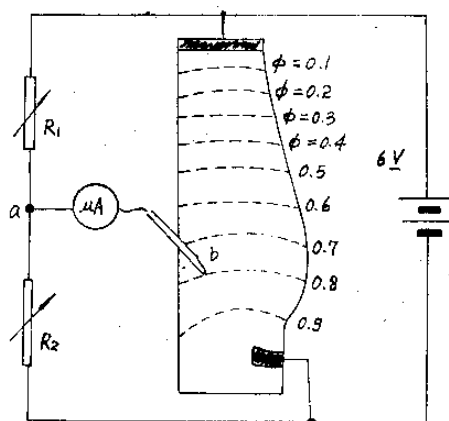


图 10.4 炉内气流等势线示意图

表 10-2 势函数 ϕ_x 与 R_1 、 R_2 的数值

ϕ_x	$R_1 (\Omega)$	$R_2 (\Omega)$
0.1	111.1	1000.0
0.2	250.0	1000.0
0.3	428.5	1000.0
0.4	666.6	1000.0
0.5	1000.0	1000.0
0.6	1000.0	666.6
0.7	1000.0	428.5
0.8	1000.0	250.5
0.9	1000.0	111.1

2. 炉内气体流线的测试

流场中流体各质点的速度向量所形成的连线，称为流线。由于流线方向与速度方向一致，而速度方向又与上述等势线互相垂直。所以流线方向与等势线互相垂直，即这两种线处处相正交。因此当已测试有了等势线便可以求出流线，反之亦然。

只要将上述电模型改装一下，就能测试出一系列流线：在用导体（铜片）和绝缘体（无铜片）所剪制的炉型电阻纸上，将其边界导体改变为绝缘体，再将边界绝缘体改变成导体。这便实现了正交变换。再按上述方法调整 R_1 或 R_2 ，移动测针触点 b ，则有一束流线被测试出来，如图 10.5 所示。

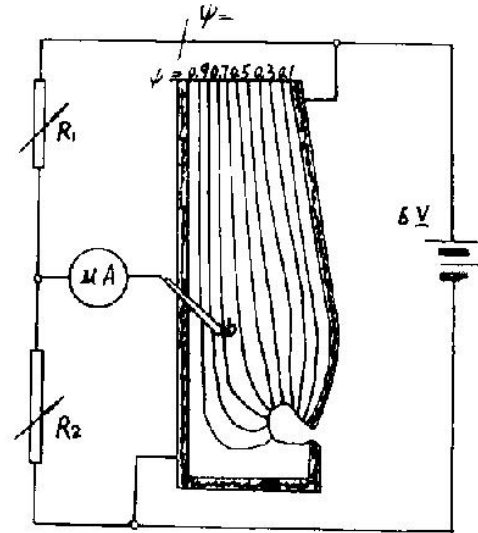


图 10.5 炉内气流流线分布

图中各流线分别为 $\psi = 0.1$ ， $\psi = 0.2$ ……， $\psi = 0.9$ ，可记作 ψ_x ，成为流函数。流函数 ψ_x 与 R_1 、 R_2 的关系可参照表 2 来应用。每一条流线都由一个 ψ 值，它表示通过流量的大小。例如图 10.5 中 $\psi = 0.7$ 的流线，则表示在该流线右边通过 0.7（即 70%）的流量，在左边为 0.3（即 30%）的流量。在图 10.5 的流束中，流线密集的区域表示通过的流体多，流线稀疏则表示流体通过少。

随着对高炉生产过程的深入研究，发现在炉内（炉身下部）存在铁矿石软融带（见图 10.1）。在块状铁矿石的空隙中煤气流本来是能通过的，但在软融带这些空隙被熔融物堵塞了，气流便无法通过，只好流经焦炭部分，因焦炭不发生软融现象，透气性较好。

炉内软融带的形状有 V 型、 \wedge 型（即倒 V 型）及 W 型。如图 10.6 所示。不同形状的软融带对高炉冶炼效果有着非常重要的影响，关键是要弄清楚各种软融带气体的流线及等势线。现用电模拟方法，对首都钢铁公司某号高炉不同形状软融带的等势线和流线进行测试，如图 10.7 及图 10.8 所示，它们由电阻纸模型制作。电模型的大小是依据该高炉实际炉型及尺寸按比例缩小来制作。

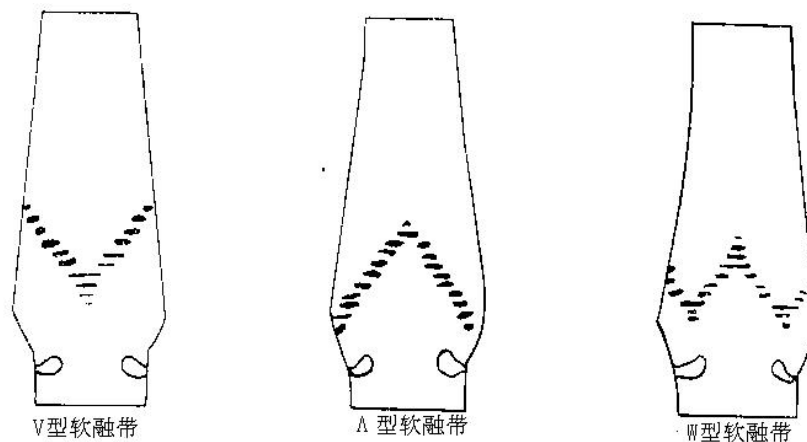


图 10.6 高炉内三种软融带

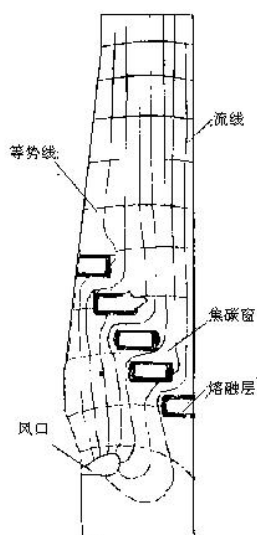


图 10.7 V 型软融带等势线及流

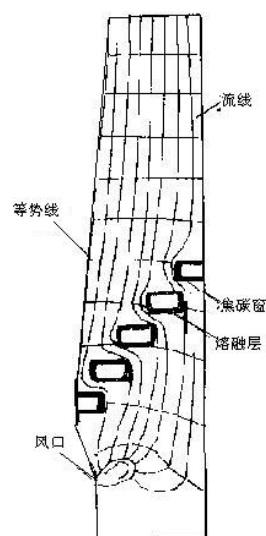


图 10.8 ^ 型软融带等势线及流

(1) V 型软融带的气流分布

从图 10.7 测试结果可看出，从炉身下不至风口循环区，热气流从风口鼓入开始是涌向炉衬，在这段是高温气流向炉内边缘偏移，使高炉热损失增大，并且炉衬也较容易损坏。气流在上升过程通过焦炭窗（焦炭透气性号相当于能透气的窗口），流向高炉上部并逐渐趋于分布均匀。V 型软融带下部中心高温气流不足，即热容量不够，将影响炉内冶炼反应的顺利进行。它的气流等势线在图 10.7 中也清楚地表现出来。

(2) ^ 型（倒 V 型）软融带的气流分布

倒 V 型软融带流线分布见图 10.8，从炉身下部至风口循环区高温气流向中心流去，经过软融带焦炭窗流向高炉上部件趋于分布均匀。由于中心气流活跃热量充足，有利于高炉冶炼的强化，而且高温气流偏离炉衬，能减小这部位的热损失，同时对延长炉衬寿命也有利。它的等势线分布也在图中表现出来。

经过上述电模拟测试与分析，倒 V 型软融带对高炉冶炼最有利，生产效果最好。W 型软融带介于 V 型与倒 V 型之间。所以钢铁工作者一直在追求倒 V 型软融带的冶炼条件。在装料过程中，采用正装（先装矿石后装焦炭）的方法，容易形成倒 V 型软融带。

10.4 实验报告要求

- (1) 简述实验目的及意义；
- (2) 简述实验原理及实验方法；
- (3) 简单画出实验设备及原理图；
- (4) 分析高炉不同软融带下的气流分布规律，并画出气流曲线图；
- (5) 分析不同软融带下气流分别对高炉生产的影响。

11 有色金属电解综合实验

【实验性质】 综合性实验 ; 学时: 4

11.1 实验目的

现代冶金工业通常把金属分为黑色金属和有色金属两大类。除铁、铬、锰外,其他金属均称为有色金属。有色金属的提取方法包括火法冶金、湿法冶金、电化学冶金、真空冶金、生物冶金等等。通过有色冶金实验,使学生对有色冶金的原料、工艺、设备及过程的物理化学变化规律有一定的认识,从而掌握有色冶金实验的基本方法和操作技能,为将来从事有色冶金事业奠定基础。

本实验主要介绍电化学冶金方法,电化学冶金又称电解,是使直流电能通过电解池转化为化学能将金属离子还原称金属的过程,是利用电极反应而进行电一种冶炼方法。电化学冶金分为溶液电解和熔盐电解,本实验中电解锌、铝要用到这两种方法。本实验涉及物理、化学、有色冶金工艺等综合知识,通过本实验希望达到以下目的:

- (1) 熟悉熔盐电解、溶液电解的实验研究方法;
- (2) 掌握标准电极电位、平衡电极电位,过电位, Nernst 方程等电化学基本概念;
- (3) 电解工业过程中槽电压、电流效率、电压效率、电能效率、电能单耗等主要指标的概念及计算方法;分析影响这些指标的主要工艺因素。

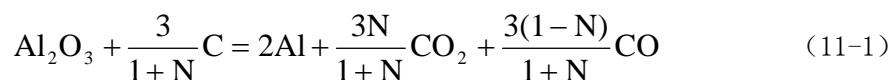
11.2 实验内容

11.2.1 铝电解实验

铝电解属于熔盐电解。

11.2.1.1 电解原理

工业铝电解生产,一直以来采用的都是冰晶石-氧化铝熔盐电解法(即 Hall-Heroult 法)。其阳极采用炭素材料。在电解过程中,阳极不断消耗,并且产生 CO_2 和 CO ; 阴极上则析出铝。电解过程的总反应可表达为:



式中, N —— CO_2 占 CO_2 与 CO 总和的体积百分数。

从理论上说,电解过程的一次气体为 CO_2 , CO 由副反应产生。所以电流效率可由阳极气体分析法得到。但受实验中多种因素的制约,实际当中通常是用阴极铝的实际产量在理论产量中所占的质量百分数来计算电解过程的电流效率。

根据法拉第定律,通过 1 法拉第电量,理论上应析出 1mol 铝,即相当于 1A 电流通过 1h 产生 0.3356g 金属铝。当电流强度为 I , 电解时间为 t , 实际铝产量为 m 时, 电流效率为:

$$\eta_{\text{电流}} = \frac{m}{0.3356I \cdot t} \times 100\% \quad (11-2)$$

式中, t 的单位为 h; I 的单位为 A; m 的单位为 g。

电能效率为生产一定量铝时, 理论耗电量与实际耗电量之比。

理论耗电量取: $W_{\text{理}} = 6320 \text{ kW} \cdot \text{h}/t_{\text{铝}}$

每吨铝实际耗电量用下式计算:

$$W_{\text{实}} = \frac{V}{0.3356\eta} \times 10^3 \quad \text{kW} \cdot \text{h/t}_{\text{铝}} \quad (11-3)$$

式中， V ——电解槽电压，单位 V 。

则电能效率为

$$\eta_{\text{电能}} = \frac{W_{\text{理}}}{W_{\text{实}}} \times 100\% \quad (11-4)$$

阳极消耗是指单位铝产量消耗的阳极炭，其计算式为：

$$M_A = \frac{\omega_0 - \omega_t}{m} \quad (11-5)$$

式中， M_A 为阳极单耗； ω_0 、 ω_t 为电解前后阳极炭块质量； m 为实际铝产量。

本实验用直流电源给出电解用直流电，用直流安培小时计记录累计电量，同时用化学综合测试仪测量和记录电解过程的 $I-E$ 曲线。电化学综合测试仪的另一个作用是测量和记录阳极炭块的极化曲线。实验电解槽采用内衬刚玉的石墨坩埚，用刚玉管套住石墨棒作阳极。由于电解时电解质的发热量不足以维持电解过程的持续进行，所以电解槽要置于电阻炉内，并由控温仪控制电阻炉温度；电解进行过程中，还要在电解槽周围通入惰性气体，保护坩埚免遭氧化。电解时，采用工业纯铝作阴极，在电解质熔化后加入。

实验中用到的原料有：工业级 Al_2O_3 ，工业级冰晶石，工业级氟化铝，工业级氟化钠，工业级氟化钙，工业纯铝，氮气。

电解过程控制的条件是：电解温度 $940 \sim 950^\circ\text{C}$ ，极距 $4 \sim 5\text{cm}$ ，电流强度 $10 \sim 30\text{A}$ ，电解时间 $1 \sim 2\text{h}$ 。电解质分子比 $2.2 \sim 2.4$ ， $w(\text{CaF}_2) = 4\%$ ， $w(\text{Al}_2\text{O}_3) = 5\%$ 。每次装电解质 $200 \sim 500\text{g}$ ，金属铝 $30 \sim 100\text{g}$ （要求精确到 10^{-3} ）。

11.2.1.2 实验设备

- (1) 高温电阻炉
- (2) 石墨坩埚、刚玉坩埚、氮气
- (3) 电化学分析仪、直流电源、直流安培小时计、数字万用表
- (4) Al_2O_3 、 CaF_2 、 AlF_3 、 Na_3AlF_6

11.2.1.3 实验步骤

- (1) 按要求背好石墨坩埚，阳极石墨棒；
- (2) 连接设备，选择量程，检查各部件连接是否正确；
- (3) 电阻炉通电升温，升温时自在 500°C 恒温 30min；
- (4) 配电解质，先计算好各物质如入量，调整电解质分直比到指定值，用电子天平准确称取各试剂，混合均匀；
- (5) 通氮气于炉内，把装有电解质氮坩埚入炉中，升温至要电解温度，恒温 30min；
- (6) 把称量好的铝（准确至 0.001g ）放入溶化了的电解质中；
- (7) 检查系统导通情况，并确定好阳极插入深度；
- (8) 把阳极插入电解质，装好炉子；
- (9) 接通电解电源，开始记录，X-Y 函数记录仪开始工作；记录电压、电流随时间的变化情况；（电解过程中可适当调整阳极位置，并在电解中途加入 Al_2O_3 ）
- (10) 到指定时间停止电解，停止作业顺序为：停止电解电源—停 X-Y 函数仪—停加热电源—开炉—取出阳极—取出石墨坩埚—取出金属铝；
- (11) 待冷却后准确称量金属铝质量和阳极碳棒质量；
- (12) 检查整个实验记录情况，并把实验设备和仪器恢复原样。

11.2.2 锌的电极电位测定

11.2.2.1 实验原理

当金属浸在含有该金属离子的可溶性盐溶液中可组成金属/阳离子可逆电极，该可逆电极的平衡电位与金属离子的种类、活度以及介质的温度有关，可由 Nernst 方程求出

$$\varphi_{M/M^{z+}} = \varphi_{M/M^{z+}}^0 + \frac{RT}{zF} \ln \frac{a_{M^{z+}}}{a_M} \quad (11-6)$$

式中： $\varphi_{M/M^{z+}}^0$ —反应 $M \rightleftharpoons M^{z+} + ze$ 的标准电极电位，表示标准状态下的平衡电位；

$a_{M^{z+}}$, a_M —溶液中离子 M^{z+} 及电极中金属 M 的活度。

标准电极电位仅与温度和电极的种类有关，除了标准氢电极电位被人为规定为 0 外，其它电极的标准电极电位通常都用氢标电位表示。

当被测电极与参比电极组成测量原电池时，参比电极作为电池的正极（阴极）时，电池的电动势 E 为

$$E = \varphi_R - \varphi_{M/M^{z+}} \quad (11-7)$$

则被测电极的平衡电位为：

$$\varphi_{M/M^{z+}} = \varphi_R - E \quad (11-8)$$

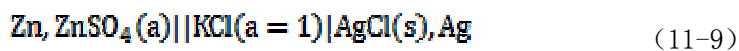
上述平衡电位表示电化学反应在净反应速度（外电流）无限小的情况下的电极电位。当有电流通过电极时，电极的电位将偏离平衡电位，这种现象叫电极的极化。实验表明，在电化学体系中发生电极极化时，阴极的电极电位总是变得比平衡电位更负，而阳极的电极电位总是变得比平衡电位更正。在一定电流密度下，电极电位与平衡电位的差值为该电流密度下

的过电位 η ，习惯上取正值。则阴极极化时， $\varphi_c = \varphi_{c \mp} - \eta_c$ ；阳极极化时， $\varphi_a = \varphi_{a \mp} + \eta_a$ 。

在溶液中，如果同时存在几种可能导电的离子，则决定它们放电次序的先后的，不仅是它们的可逆电位，而且需要考虑各离子在电极上的超电位。其反应的顺序是：电位愈正的离子愈先在阴极上反应，电位愈负的离子则愈先在阳极上反应。

11.2.2.2 实验步骤

按照图 11-1 的实验装置安装电池，按照下列操作顺序测定电极电位，求出溶液中 Zn^{2+} 的活度。



- (1) 使用金相砂纸将纯锌板研磨后洗净，干燥；
- (2) 将纯锌板浸入 0.01M 的 $ZnSO_4$ 水溶液中，溶液中的溶解氧可采用预先充 $N_2-5\%H_2$ 气体将其赶走；
- (3) 检查确认 Ag/AgCl 参比电极；将 $ZnSO_4$ 水溶液与 KCl 水溶液通过盐桥连接，注意防止两种溶液的混合并确认电路的连接；
- (4) 使用数字万用表测量纯锌板相对于 Ag/AgCl 参比电极的电位；
- (5) 对 0.10M 和 1.00M 的 $ZnSO_4$ 水溶液，按照 (1) - (5) 进行相同的操作；

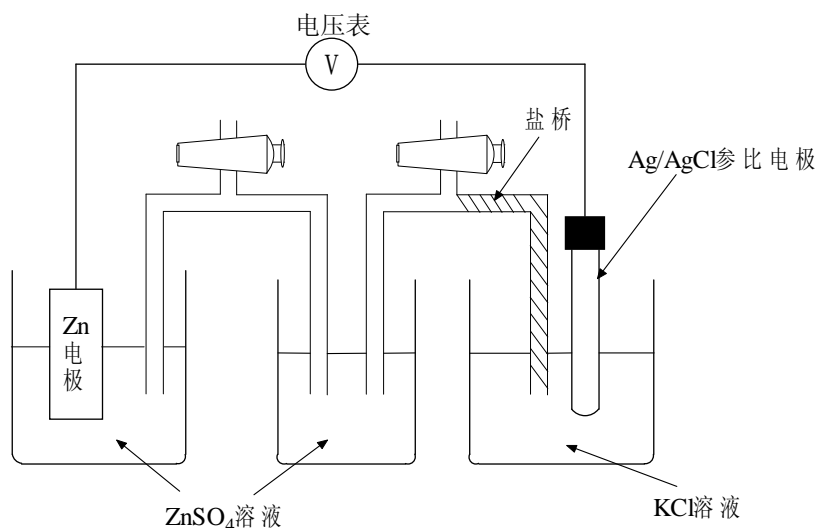
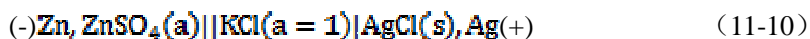


图 11-1 电极电位测定装置

11.2.2.3 整理实验数据

对于下列原电池



当参比电极的电位为 φ_R ，测量得到该原电池的电动势为 E ，则

$$E = \varphi_R - \varphi_{\text{Zn}/\text{Zn}^{2+}} \quad (11-11)$$

被测 Zn/Zn^{2+} 电极的电位为：

$$\varphi_{\text{Zn}/\text{Zn}^{2+}} = \varphi_R - E \quad (11-12)$$

由 Nernst 方程

$$\varphi_{\text{Zn}/\text{Zn}^{2+}} = \varphi_{\text{Zn}/\text{Zn}^{2+}}^0 + \frac{RT}{2F} \ln \frac{a_{\text{Zn}^{2+}}}{a_{\text{Zn}}} \quad (11-13)$$

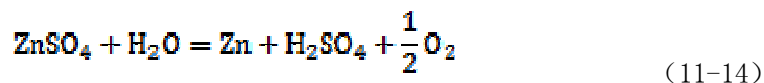
可求出硫酸锌水溶液中 Zn^{2+} 的活度 $a_{\text{Zn}^{2+}}$ ，进而求出 Zn^{2+} 的活度系数。

11.2.3 硫酸锌溶液电沉积

硫酸锌溶液电沉积是从溶液中提取金属锌的过程。

11.2.3.1. 实验原理

电解液为 ZnSO_4 和 H_2SO_4 的水溶液，以铝板为阴极，铅银合金 (0.5~1wt.%Ag) 板为阳极。当通直流电时，在阴极上析出金属锌，在阳极上放出氧气。其总反应为：



在阳极，电解时发生的主要反应为



此外，还会发生阳极板上 PbSO_4 和 PbO_2 的生成反应以及电解液中 Mn^{2+} ， Cl^- 的放电反应。

在阴极，电解时主要发生

- (1) 锌与氢的析出：正常电解时，电解液中 Zn^{2+} 浓度为 50~60g/L, H_2SO_4 浓度为 120~150g/L。虽然锌的平衡电位(约-0.77V)较氢的平衡电位(约 0.02V)更负，但由于 H^+ 在金属电极上有很高的超电位，而 Zn^{2+} 的超电位很小，这样 Zn^{2+} 和 H^+ 的实际析出电位分别为-0.80V 和-1.07V 左右。因此，在锌电解过程中，阴极主要是 Zn^{2+} 放电析出。
- (2) 杂质在阴极上放电析出。电解液中 As、Sb、Ge、Ni、Cu、Co、Cd、Se 等杂质可以在阴极上析出，在阴极表面局部生成微电池反应，如 Cu-Zn、Sb-Zn 等，造成 Zn 的溶解；同时，这些杂质还可降低 H^+ 的超电压使得 H_2 在阴极析出，这两方面都会造成阴极电流效率的降低。

电解时的重要的技术参数包括：

电流密度：电流密度一般指每平方米阴极表面通过的电流，单位为 A/m^2 。在设备规格不变的情况下，提高电流密度可增加产量，但同时增大槽电压与电能消耗。

槽电压：槽电压指阴阳极板之间的电压降，主要包括：1)理论分解电压；2)超电压；3)欧姆电压降。

$$\text{槽电压 } E = \text{理论分解电压} + \text{过电位} + \text{欧姆电压降} = E_r + \eta + IR$$

阴阳极的电极电位差值为 $(\varphi_{a,平} + \eta_a) - (\varphi_{c,平} - \eta_c) = (\varphi_{a,平} - \varphi_{c,平}) + (\eta_a + \eta_c)$ ，其中

$\varphi_{a,平} - \varphi_{c,平}$ 称为理论分解电压 E_r ，可等于断电瞬间测量的阴阳极开路电压差值； $\eta_a + \eta_c$ 称为

超电压 η ，等于通电时阴阳极之间电极电位差值减去理论分解电压。欧姆电压降包括电解液、电路中阳极泥、接触点和导体电阻等导致的电压降(IR)。槽电压的大小直接影响电能消耗。

电流效率：指阴极实际析出锌量与按照法拉第定律理论析出锌量之比(%)。影响电流效率的主要因素有电流密度和杂质元素在阴极析出，此外漏电、阴阳极短路、以及阴极产物的重新溶解等也会造成电流效率的降低。

电压效率：指理论分解电压与槽电压的比值(%)。

电能消耗：指每生产 1 吨阴极锌所需要消耗的电能，其与槽电压成正比而与电流效率成反比，可用下列公式计算：

$$W = \frac{96500 \times 1000}{65.37 \times 3600} \times \frac{E}{\eta} = 820 \times \frac{E}{\eta} \quad \text{kW} \cdot \text{h/t 阴极锌} \quad (11-16)$$

其中：E 为槽电压，V； η 为阴极电流效率。

11.2.3.2.实验步骤

与工业锌电解生产相同，实验采用 Pb-1%Ag 板作为阳极（正极），Al 板作为阴极（负极），在 $ZnSO_4-H_2SO_4$ 水溶液中通过电沉积获得金属锌。实验中研究电解液组成对过电压、电流效率、电压效率以及电能效率的影响。电极的尺寸为 50×50mm，电解液组成为：

- I: $ZnSO_4$ 250g/L, H_2SO_4 10 g/L
 II: $ZnSO_4$ 250 g/L, H_2SO_4 50 g/L
 III: $ZnSO_4$ 250 g/L, H_2SO_4 250 g/L

- (1) 使用金相砂纸将铝板阴极研磨后洗净，干燥，称量铝板阴极的初始质量；

- (2) 按照图 11-2 将铅板阳极及铝板阴极装入盛有电解液 I 的电解槽中；
- (3) 按照图 11-2 将 Ag/AgCl 参比电极通过盐桥与电解溶液连接，使用数字万用表分别测量阴、阳极与参比电极之间的电压，以及槽电压；
- (4) 使用导线按照图 11-2 将阴、阳极与直流电源、电量计，电压表连接；
- (5) 控制直流电源输出 2A 电流开始电解；
- (6) 电解 10 分钟后，测量通电电解时阴、阳极与参比电极之间的电压，并同时记录槽电压；将直流电源切断后再次测量电流切断瞬间阴、阳极与参比电极之间的电压，并同时记录槽电压；
- (7) 继续通电电解，在 20 分钟、30 分钟重复步骤 (6)；
- (8) 电解结束后，将铝板阴极取出后用蒸馏水洗净，干燥后称量其质量；
- (9) 按照 (1) - (8) 相同的步骤，对电解液 II、III 进行相同的电解实验。

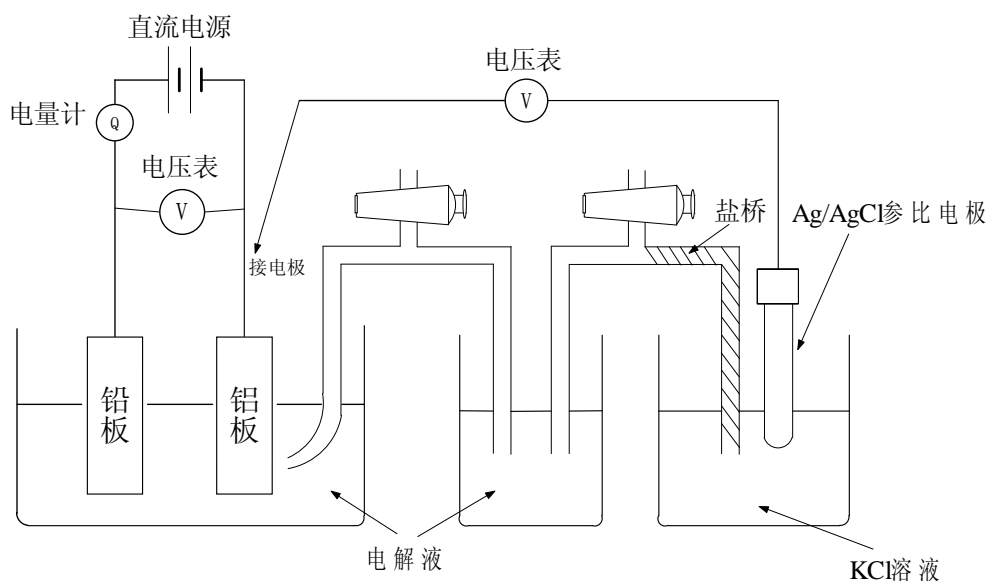


图 11-2 硫酸锌水溶液电解装置示意图

11.2.3.3 整理实验数据

由实验记录，可以计算电解过程电流效率 (η_{eff})，槽电压 (E) 各部分组成，电压效率 (V_{eff})，电能效率 (ϵ_{eff}) 以及直流电单耗 (W)。

电流效率：

$$\eta_{\text{eff}} = \frac{\text{阴极上实际金属产物质量}}{\text{按照法拉第定律计算的产物质量}} \times 100\% \quad (11-17)$$

其中，阴极产物的质量可通过称量电解前后铝阴极板获得；电解过程所消耗的电量可通过电量计测得，按照法拉第定律可计算出该电量所能生成金属锌的理论质量。

槽电压：

槽电压 $E = \text{理论分解电压} + \text{过电位} + \text{欧姆电压降} = E_r + \eta + IR$ ，主要构成为：理论

分解电压 $E_r = \varphi_a - \varphi_c$ ；过电压 $\eta (= \eta_a + \eta_c)$ ；欧姆电压降 (溶液电阻 R 以及电流密度) 有关。其中，槽电压可以通过电压表测得；理论分解电压 E_r 可等于电解进行一段时间后断电瞬间阴、阳极开路电位差值；阴、阳极的过电位为通电时测量的电极电位与断电瞬间测量的开路电位

的差值；而欧姆电压降可通过上述的表达式最后求得。

电压效率：

$$\eta_{\text{eff}} = \frac{\text{理论分解电压}}{\text{槽电压}} \times 100\% = \frac{E_r}{E} \times 100\% \quad (11-18)$$

电能效率：

$$\eta_{\text{eff}} = \frac{\text{生成阴极产物理论需要电能}}{\text{实际消耗的电能}} \times 100\% = \eta_{\text{eff}} \times \eta_{\text{eff}} \times 100\% \quad (11-19)$$

电能单耗：

获得电流效率 η 及槽电压 E 后，可用下列公式计算：

$$W = \frac{96500 \times 1000}{z \times 3600} \times \frac{E}{\eta} = 820 \times \frac{E}{\eta} \quad \text{kW} \cdot \text{h/t 阴极锌} \quad (11-20)$$

11.3 实验报告要求

- (1) 画出铝电解槽示意图，简述铝电解基本原理；
- (2) 简述铝电解过程中，电流效率和电能效率的测定原理；
- (3) 根据测定的实验数据，计算铝电解的电流效率、电能效率和阳极单耗；
- (4) 简述铝电解过程中，金属损失的原因；根据测定结果，计算金属损失量；并分析如何提高铝电解过程中的电流效率。
- (5) 利用 Nernst 方程计算 ZnSO_4 水溶液中 Zn^{2+} 的活度及活度系数；
- (6) 写出硫酸锌水溶液电解沉积过程中的阴、阳极反应；
- (7) 计算锌电解沉积的电流效率；
- (8) 计算槽电压各部分电压的组成；
- (9) 计算电压效率、电能效率及电解锌的直流电能单耗。
- (10) 讨论电解液组成对于锌电解过程中电流效率、槽电压以及电能单耗的影响。

11.4 讨论

- (1) 参比电极需要具有哪些性质？
- (2) 中间液 KCl 溶液的作用是什么？
- (3) 电解过程中每次测量电位的物理意义及随电解进行时的变化；理论分解电压测量的原理。
- (4) 槽电压的主要影响因素；
- (5) 电解液成分对槽电压的影响。

12 X 射线衍射分析实验

【实验性质】 综合实验；学时：4

12.1 实验目的

1. 了解和掌握 X 射线衍射的原理和实验方法。
2. 基本了解物相鉴定方法。

12.2 实验原理及设备

1. 实验原理

利用 X 射线在晶体中产生的衍射现象来研究晶体结构中的各类问题，实质上是大量的原子散射波互相干涉的结果。而每种晶体中所产生的花样都反映出晶体内部的原子分布规律。一个衍射花样的特征，可以认为由两部分组成，一方面是衍射在空间的分布规律，另一方面是衍射线束的强度。衍射线的分布规律是由晶胞的大小、形状和位向决定的，而衍射线的强度则取决于原子的品种和他们在晶胞中的位置。为了通过衍射现象来分析晶体结构之间建立起定性和定量的关系，这就是 X 射线衍射理论所要解决的中心问题。因为在一定波长的 X 射线照射下，每种物质都给出了自己特有的衍射花样（衍射花样位置及强度），每种晶体物质和它的衍射花样都有一一对应的关系，不可能出现两种晶体物质有完全相同的衍射花样。如果在试样中存在两种以上不同结构的物质时，每种物质所特有的衍射花样不变，多相试样的衍射花样只是由它所含物质的衍射花样机械叠加而成。

2. 实验设备

(1) 高温 X 射线衍射仪简介：

本仪器是日本玛珂科学仪器公司 (MAC Science Co. Ltd) M21X 超大功率 X 射线衍射仪，最大功率 21KW，额定管电压 20~60KV，最大额定电流 500mA，它有两个立式广角测角仪，测角仪半径 185mm， 2θ 测角范围 $0 \sim 130^\circ$ ，右侧测定室温样品，左测用于高温附件，有一个自动旋转阳极 (SAR)，振动小于 $0.2\mu\text{m}$ ，自动可调节缝隙装置；稳定度小于 0.005%；高温附件 (最高温度 1500°C)，在真空、空气、惰性气氛中使用，循环水冷却，计算机系统，数据采集和数据解析软件，PDF2 数据库等。

(2) 自动旋转阳极 (SRA)：是 X 射线发生器的心脏。也是发生 X 射线的装置，它的基本工作原理是：高速运动的电子与物体碰撞时，发生能量转换，电子的运动受阻失去动能，其中一小部分能量转变为 X 射线，而绝大部分能量转变成热能使物体温度升高。
阴极—灯丝：一般绕成螺旋形，使用时加热灯丝以发射电子。

阳极—靶：阳极是 X 射线管中高速电子流撞击目标，通常称为靶。本仪器的靶为铜靶，工作时进行旋转。

12.3 实验步骤

1. 实验前的准备工作

- (1) 合上 X 射线总闸门，连接电流保护装置，接通电源；
- (2) 启动水循环系统，通冷却水；
- (3) 抽真空至 2×10^{-6} Torr 以上方可开动转靶；

- (4) 打开计算机;
- (5) 打开控制柜开关;
- (6) 启动 XG, 调出 XG Control, 对电流、电压进行设制。以上步骤完成后可进行样品的检测;

2. 室温样品的检测

- (1) 首先把粉末状样品装在样品架里 (如图 1 所示), 用玻璃片把样品压平, 然后把室温室的样品盖打开, 把样品架放在右侧样品室中待测, 再把盖子盖上;
- (2) 对 A(室温) 进行测量参数的设制: 设制电压一般为 35KV、电流一般 3 00mA、以及扫描角度 10~90 度、扫描速度 8 度/分等参数;
- (3) 按 masure, 输入文件名、输入参数、选择号、然后分别按 apply 、run、start, 这时样品开始扫描。数分钟后扫描结束;
- (4) 把扫描出的图通过打印机打印出来;

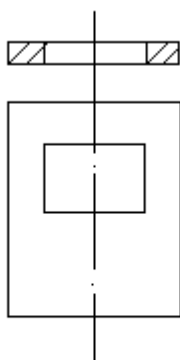


图1:样品架

3. 高温样品检测:

- (1) 样品装入高温室后, 要通入保护气氛进行保护 (如空气、氮气或氩气);
- (2) 把铅玻璃挡在高温室前面, 以防 X 射线伤人;
- (3) 对 B (高温室) 进行参数的设制:
 - 1) 对设备参数进行编辑: 按 info 、seting up 、附件、对 PID 进行设制;
 - 2) 对温度参数进行编辑: 设制扫描角度 8 度/分、电压 35KV、电流 3 00mA、温度参数根据需要设定;
 - 3) 对测量参数进行编辑: 按 measure 、clear、设制温度、文件名、选择号等;
 - 4) 分别按 apply、run、start;

以上设制完成后仪器按设定的温度开始升温, 然后按设定的扫描速度进行扫描。扫描结束后, 仪器自动降温, 降至室温后实验结束。

4. 关机步骤:

- (1) 关气
- (2) 关 XG 旋转阳极, 待电压降至 20KV、电流 10mA, 上边顶灯停后方可关机;
- (3) 关计算机、关控制柜等;
- (4) 关水;

12.4 实验报告

了解 X 射线衍射全过程, 扫描出样品衍射花样图, copy 出数据, 用计算机打印出结果。有可能的情况下, 计算出 d 值, 进行定性分析。

12.5 思考题

1. 为什么一种物质只能有唯一的衍射花样?
3. 如何在 SiO_2 、 ZrO_2 混合样品中鉴别第三种未知物存在?
4. 根据所学知识简述高温 X 射线衍射仪在冶金和材料领域中的用途?

13 炼钢工艺实验

【实验性质】 综合实验；学时：4

13.1 实验目的

- (1) 掌握感应炉炼钢基本原理。
- (2) 熟悉炼钢生产过程。
- (3) 观察感应炉内钢水的流动状态。
- (4) 了解钢中成分的光谱法测定方法。

13.2 实验原理

目前炼钢生产主要有以下三种生产方式：转炉炼钢、电弧炉炼钢和感应炉炼钢。其中大规模生产通常采用转炉炼钢，生产规模相对较小，或以高合金钢为主的生产主要采用电弧炉炼钢，而生产规模小，以废钢为主的生产则以感应炉炼钢为主。其中实验室研究多以感应炉炼钢为主。

感应炉是利用振荡电流通过一个感应加热线圈，被加热的金属导体在交变电磁场作用下产生感应电流，由于导体的电阻感应电流很快转化为热能，使物体加热到高温。它是一种非接触式的加热装置，温度高，升温快，易控制，液态金属样品在电磁力作用下能自动搅拌，温度、成分均匀。因此在实验室得到广泛的使用。

无芯感应炉是利用电磁感应在被加热的金属内部形成感应电流来加热和熔化金属的。感应线圈是用铜管绕成的螺旋形线圈，铜管内通水进行冷却。交变电流通过感应线圈时使坩锅中的金属炉料因电磁感应而产生感生电流。感生电流通过坩锅内的金属炉料时，产生热量，可将金属熔化。在电磁力的作用下，坩锅内已熔化的钢液将产生运动。钢液的运动可以带来一些有益和有害的作用。有益的作用有：(1) 均匀钢液温度；(2) 均匀钢液成分；(3) 改善反应动力学条件。有害的作用有：(1) 冲刷炉衬；(2) 增加空气中氧对钢液的氧化；(3) 将炉渣推向坩锅壁，使炉壁增厚，降低了电效率。

使钢液产生电磁搅拌的电磁力大小可由下式计算：

$$F = K \cdot \frac{P}{\sqrt{f}} \quad (41-1)$$

式中：P—炉料吸收的功率 W

f—电流频率 Hz

K—常数。

常用的感应炉有：

(1) 工频感应炉 它是直接采用工频(50Hz)作电源的感应炉。容量为0.5~20吨，它是一种应用较广泛的实验冶炼装置，用来进行中间扩大实验或工业实验。

(2) 中频感应炉 电源频率在150~10000Hz之间称为中频感应炉。容量从几千克到几吨。中频电源有三种：中频发电机组、可控硅静止变频器和倍频器。与工频相比，有如下优点：

- 1) 中频功率密度大，熔化速度快；
- 2) 适应性强，使用灵活，启动操作方便；
- 3) 中频炉搅拌力(与频率平方根成反比)比工频弱，使金属、炉渣对炉衬的侵蚀减轻。

由于上述优点，国内许多冶金实验室配备了5~150Kg的中频感应炉，用于氧气吹炼、喷射冶金、钢液精炼、铁水预处理等各种热模拟实验研究。

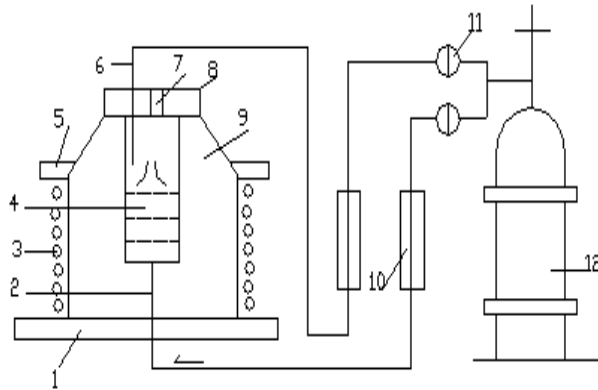
(3) 高频感应炉 使用的电源频率在10~300KHz之间，由高频电子振荡器产生高压、

高频交变电源，由于电源功率限制，容量在 100Kg 以下。多用于科学实验。高频感应炉的电源设备复杂，工作电压较高，正逐步被中频感应炉取代。

(4) 真空感应炉 真空感应炉的电压与中频感应炉基本相同。它的感应线圈、坩锅均安装在密封的炉壳内，经抽气后，真空度可达 1.34~0.134Pa 范围之内。主要用于真空冶金。

13.3 实验装置和实验步骤

感应炉炼钢的实验装置如图 13-1 所示。



1. 炉体底座 2. 低吹喷嘴 3. 感应圈 4. 熔池 5. 炉台 6. 保护气吹管
7. 测温取样孔 8. 保护盖 9. 炉衬 10. 流量计 11. 压力表 12. 氩气瓶

图 13-1 中频感应炉及其附属设备示意图

实验步骤：

1、坩锅的捣制和烘干

- a) 镁砂的配制。镁砂总量 40Kg，其中 3~5mm，20%，1~3mm，50%，<1mm，30%。
- b) 混匀。将上述镁砂充分混合均匀后，向镁砂中添加硼酸 0.8%，继续混匀，确保镁砂中无大颗粒的硼酸。然后添加水，使镁砂潮湿，无明显水渍。
- c) 坩锅的捣制。先将坩锅底部分层打实，当底部打到第四个感应圈时，将木芯置于感应圈内，注意要放在正中心，在感应圈与木芯间填充镁砂，打实。完成后拔出木芯，打制炉口和出钢口，注意此时要向镁砂中添加水玻璃。最后向坩锅上部淋上经稀释的水玻璃，常温干燥 24 小时。
- d) 坩锅的烘干。将铁芯调挂在坩锅内，通电干燥。注意要逐步干燥，不能一次烘干完成，一般需间断性烘干 8 小时。
- e) 钢包的捣制。用粘土和镁砂混成耐火材料捣制钢包，逐步干燥。

2、炼钢实验

- (1) 实验前准备。用称称量定量的废钢（一般为 25Kg）、脱碳用烧结矿（或球团矿）（根据要冶炼的钢种计算得出）、脱氧用铝粉（根据要冶炼的钢种计算得出）、铁合金（根据要冶炼的钢种计算得出）、造渣用干燥的活性石灰（根据要冶炼的钢种计算得出）；将测温热电偶和定氧探头干燥；干燥后的钢锭模；调整氧温测定仪至工作状态；干燥后的钢包用煤气烘烤至 800℃ 以上。
- (2) 打开电源设备的冷却水和炉体冷却水，注意控制冷却水流量。
- (3) 装料。根据冶炼钢水重量将称量好的废钢加入坩锅内，如果废钢一次不能全部加完，可分批加入。通电开始废钢的熔化。如实验要求有气体保护，需将炉口用耐火砖封上，通入相关气体。需要注意的是要控制好气体的流量和压力。（注意中频电流不要超过

125A)。

- (4) 待废钢全部熔化后，将样勺内加入铝粉，用取样勺取原始钢样。加入造渣材料造渣。有关取样要求参照实验室钢样的取样办法操作。测定钢水温度和氧含量。注意取样、测温时要断电进行操作。
- (5) 脱碳。测温取样完成后，将脱碳用的烧结矿（或球团矿）分批加入炉内进行脱碳，要注意控制烧结矿（或球团矿）的加入速度，严禁一次将矿石全部加入炉内。待脱碳完成后，将样勺内加入铝粉，取钢样并测温定氧。注意取样、测温时要断电进行操作。
- (6) 脱氧。取样、测温完成后，通电加入铝粉进行脱氧。完成后取样测温。
- (7) 合金化。将称量好的铁合金加入炉内进行合金化。如果合金是易氧化和熔化的合金，则需在脱氧完成后加入；如果合金是不易氧化或难熔化的合金，则需在废钢加入时一同加入到炉内熔化。测温取样。如实验需进行脱硫、脱磷研究，在合金化完成后可将脱硫剂（或脱磷材料）加入，并设定取样时间间隔，一般自脱磷剂加入起计时，每隔3分钟测温取样一次。
- (8) 出钢。全部实验完成后，最后测温、取样。然后出钢，将烘烤至800℃以上的钢包内底部加入铝粉抬至炉前，将用于保护气氛的装置撤出，关闭炉体中频电源，倾动炉体出钢至钢包；将钢包内的钢水倒入钢锭模内浇铸成钢锭。
- (9) 关闭电源冷却水，继续通入炉体冷却水，至炉体冷却至室温。关闭炉体冷却水电源。
- (10) 打扫实验室卫生，将实验室恢复至实验前状态。
- (11) 从取样器中将试样取出。备检测使用。

3、钢样成分的检测

- (1) 将直读光谱仪事先预热8小时以上，确保设备的温度和真空度在规定的范围内。
- (2) 切样。用切样机将试样头部切除，注意切出平面不能有缩孔。
- (3) 磨样。用磨样机将试样切出平面磨平，有关磨样办法，参照金相试样的磨制方法金相操作。注意试样磨面不能有划痕和凹坑。最后一次磨样完成后不能用手触摸已磨表面，将磨好的试样放在干燥器内冷却至常温。
- (4) 成分的检测。打开氩气和氦气净化器，运行直读光谱仪的检测软件，设定检测范围和要检测元素的通道。
- (5) 将试样平放在试样台上，注意试样平面要严格覆盖试样台上的激发孔，不能有漏气现象。用相关软件测定钢种成分。注意一个试样要在平面的不同点上打多点，确保实验误差在规定的范围内。

13.4 实验报告要求

- (1) 根据实验原理，写出实验目的、原理和实验步骤。
- (2) 对钢样成分检测数据进行分析，分析炼钢过程随时间变化钢中成分的变化规律。
- (3) 分析钢水温度对钢中成分的影响。
- (4) 根据要研究的内容写出相关的实验数据分析结果。

13.5 实验中要注意的问题

- (1) 本实验是钢水的热模拟实验，实验中要穿戴好劳动保护品，注意不要被烫伤。
- (2) 注意实验中的用电安全。
- (3) 实验中要注意炉体冷却水的温度不要超过70℃，否则会造成炉体感应圈的烧损或漏钢现象。
- (4) 严格按用电、高温设备的操作规程操作。
- (5) 注意渣料的加入方法。

13.6 思考题

- (1) 脱碳时为什么烧结矿不能一次加入，而要分批缓慢加入？
- (2) 取样时为什么要在取样器内加入铝粉？
- (3) 出钢时为什么要在钢包内加入铝粉？
- (4) 常规炼钢生产中铁合金加入的原则是什么？

14 扫描电镜物相分析

【实验性质】 演示实验；学时：2

14.1 实验目的

- 1) 了解扫描电镜及能谱仪进行物相工作的原理。
- 2) 利用扫描电镜进行钢中物相分析

14.2 扫描电镜的构造和工作原理

(1) 电子光学系统

电子光学系统包括电子枪、电磁透镜、扫描线圈和样品室。

(2) 信号的收集和图像显示系统

二次电子、背散射电子和投射电子的信号都可采用闪烁计数器来进行检测。信号电子进入闪烁体后即引起电离，当离子和自由电子复合后就产生可见光。可见光信号通过光导管送入光电倍增器，光信号放大，即又转化成电流信号输出，电流信号经视频放大器放大后就成为调制信号。由于镜筒中的电子束和显象管中电子束是同步扫描的，而荧光屏上每个点的亮度是根据样品上被激发出来的信号强度来调制的，因样品上各点的状态各不相同，所以接收到的信号也不相同，于是就可以在显象管上看到一幅反映试样各点状态的扫描电子显微图像。

本实验所有设备：扫描电子显微镜 JSM-6480LV（日本电子）；能谱仪 Noran Osix（美国热电）。

14.3 实验内容

- (1) 在扫描电子显微镜下进行二次电子和有散射图像的观察；
- (2) 利用能谱仪结合扫描电子显微镜对钢及矿中各类物相进行分析及测定；

14.4 实验步骤

- (1) 将磨制好的金相样品放入扫描电镜样品室；
- (2) 电镜进行抽真空，使样品室 10^{-4} 托；
- (3) 达到真空后，加入电镜高压，电镜图像出现；
- (4) 寻找样品中夹杂物，判定其形状和大小；
- (5) 找到夹杂物后，利用能谱仪判定其为哪种类型的夹杂物、或为空洞及外来物。

14.5 实验报告要求

- (1) 简要说明扫描电镜及能谱仪的工作原理；
- (2) 简述钢中夹杂物分析全过程；
- (3) 通过实验结果总结出扫描电子显微镜及能谱仪在材料分析中及钢中物相测定时的作用和体会。