

自编实验指导书（2019-2020-2、2020-2021-1 学期）

2018 级科学、成型、金材专业

《实 验 指 导 书》

编写人：李文博、张皓、孙青竹、张利民、闫月娥

（排名不分先后）

编 辑：杨 成

钒钛学院实验教学中心

2020 年 3 月

目录

伯努利方程实验.....	2
煤的挥发分的测定.....	6
碳钢热侵渗铝实验.....	9
碳钢拉伸实验及断口分析.....	11
金属硬度的测试.....	19
金属材料冲击实验.....	37
热处理炉、熔炼炉的参观实践.....	41
导热系数的测定.....	43
板带钢冷轧及轧制质量控制.....	45
类零件选材及热处理综合实验.....	47
合金零件固溶时效处理.....	51
弹簧类零件选材及热处理.....	54
TG-DSC 热分析.....	57
XRD 物相测定实验.....	62
试样制备及 SEM 形貌观测与能谱分析.....	65
原子吸收光谱分析.....	69

01 伯努利方程实验

计划学时：4学时

【实验目的】

1. 验证流体静压原理；
2. 通过观察流体在管道中的运动规律，加深对伯努利方程的理解；
3. 验证管道流动中，摩擦损失与流速平方成正比的关系；
4. 验证毕托管的测速原理。

【实验原理】

1. 在流体静止时，等压面是水平面，自由液面也是水平面。在重力势函数的微分 $dW = -gdz$ 时，有 $dp = -\rho g dz$ ，即等压与等高程同时存在。
2. 对于一个恒定的不可压缩管流，在流动方向上的两个渐变流段，流体的能量关系由伯努利方程给出：

$$z_1 + \frac{P_1}{\gamma} + \frac{\alpha_1 v_1^2}{2g} = z_2 + \frac{P_2}{\gamma} + \frac{\alpha_2 v_2^2}{2g} + h_{1-2}$$

3. 管道内的摩擦损失与流体流速的关系服从达西公式：

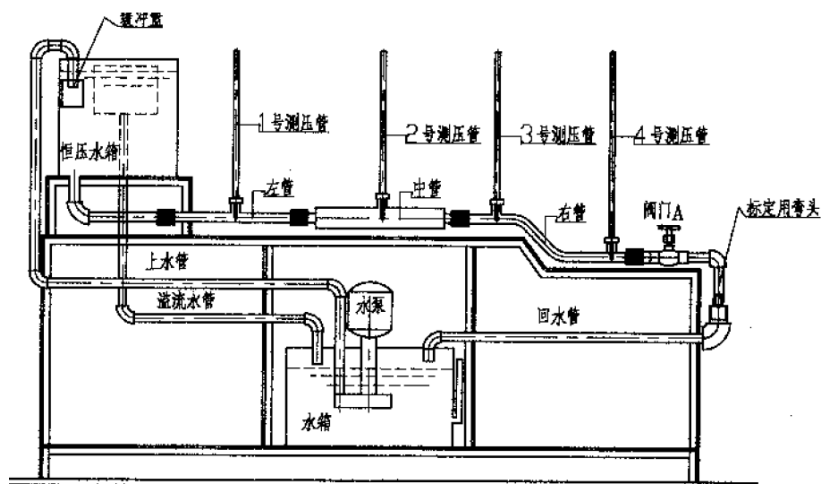
$$h_{1-2} = \left(\lambda \frac{L}{d} + \sum \zeta \right) \frac{v^2}{2g}$$

4. 毕托管能测量出来滞止点（全压）和管侧点（静压）之压力差 h_v ，于是测点流速可由下式确定：

$v = \varphi \sqrt{2gh_v}$ ，式中， φ ——毕托管校正系数，近似等于1。

【实验装置】

伯努利方程仪由玻璃管、活动测头、测压管、上水槽和循环水泵等部分组成。实验装置如图所示。



活动测头的小管端部封闭，管身开有小孔。小孔中心位置与玻璃管中心平齐，小管与玻璃测压管相通，用小扳手转动活动测头，就可以测量流体的静动压水头。

由于玻璃管前后直径不同（管道直径经测量标注在管段上），位置也有高低，测点有前有后，可以十分方便地测量出不同流速下不同管段的位能、压力能和动能的数值，去验证伯努利方程的结论。

【实验方法】

1. 测点静压水头的测量：

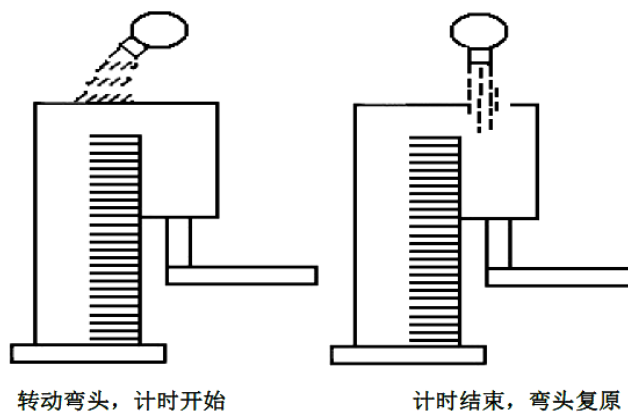
开动循环水泵，将出口阀门A 关闭，这时观察各测压管内自由液面的高度，记录在表格中。观察在转动活动测头时，自由液面有无变化。如果发现各测点自由液面高度不相等，或者发现转动活动测头时自由液面发生变化，应试图找出产生误差的原因，并作出记录。

各测点静压水头的的数据记录在表1中。

2. 验证摩擦损失与流速平方成正比（达西公式）：

使各测头的小孔对准来流方向，然后打开出口阀门A（不全开，保持小流量）。这时测压管液位代表各测点的总压力水头，记下各测点总压力水头数值；与此同时，用量筒（大于1000 mL）和秒表来标定管道中流体的流量，记录在表2中。继续开大阀门A，使流量增加，记录下各测点的总压力水头数值；并用同样方法标定在此阀门开度下的流体流量值，记录在表2中。

标定流量的方法如下图：



3. 验证伯努利方程：

重复上面的实验步骤，在每一个流量（一样要进行流量标定）工况下，不但测量各个测点的总压力水头（活动测头小孔向着来流方向），还应测量各个测点的静压水头（活动测头的小孔垂直与来流方向），与此同时记录各个测点的中心高度 z ，记录各个测点的玻璃管内径。将以上数据记录在表3中。根据标定的流量计算各个测点的平均流速，计算各个测点的机械能总和，验证伯努利方程。

4. 验证毕托管原理：

将以上表3中各个测点的动压实验数据代入毕托管速度计算式中，计算各个测点管道中心线上的线速度 U_{max} 。

【数据整理】

表 1

测点编号	1	2	3	4
静止水头 (m)				

表 2

测点编号 计算项目	1	2	3	4	标定流量 Q (m ³ /s)	损失水头 h (mH ₂ O)
全压水头 (mH ₂ O)						
平均流速 (m/s)						
全压水头 (mH ₂ O)						
平均流速 (m/s)						

表 3

数据组 序号	测点编号 计算项目	1	2	3	4	标定流量 Q (m ³ /s)	备注
		管段内径 (m)					
I	全压水头 (mH ₂ O)						
	静压水头 (mH ₂ O)						
	位压水头 (mH ₂ O)						
	动压水头 (mH ₂ O)						
	毕托管中 心线速度 (m/s)						

	实测管段 平均流速 (m/s)						
	机械能头 (mH ₂ O)						
II	全压水头 (mH ₂ O)						
	静压水头 (mH ₂ O)						
	位压水头 (mH ₂ O)						
	动压水头 (mH ₂ O)						
	毕托管中 心线速度 (m/s)						
	实测管段 平均流速 (m/s)						
	机械能头 (mH ₂ O)						

思考题

- 1.说明伯努利方程中各个物理量的意义。
- 2.试述流体流过管道时各种能量是如何变化的？

02 煤的挥发分的测定

(学时：4 学时)

一、实验目的

- (1) 掌握煤的挥发分的测定原理及方法。
- (2) 初步了解挥发分指标的应用。

二、实验原理

称取一定量的分析试验煤样，放在带盖的瓷坩埚中，在 (900 ± 10) $^{\circ}\text{C}$ 下，隔绝空气加热 7 min。以减少的质量占煤样质量的质量分数减去该煤样的水分含量作为煤样的挥发分。

三、实验仪器和设备

- (1) 挥发分坩埚：带有配合严密盖的瓷坩埚，总质量为 15~20 g。
- (2) 马弗炉：带有高温计和调温装置，能保持温度在 (900 ± 10) $^{\circ}\text{C}$ ，并有足够的 (900 ± 10) $^{\circ}\text{C}$ 的恒温区。马弗炉的热容量为：当起始温度为 920 $^{\circ}\text{C}$ 时，放入室温下的坩埚架和若干坩埚，关闭炉门后，能在 3 min 内恢复到 (900 ± 10) $^{\circ}\text{C}$ 。炉后壁有一个排气孔和一个插热电偶的小孔。小孔位置应使热电偶插入炉内后其热接点在坩埚底和炉底之间，距炉底 20~30 mm 处。
- (3) 坩埚架：用镍络丝或其他耐热金属丝制成。其规格尺寸以能使所有的坩埚都在马弗炉恒温区内，并且坩埚底部紧邻热电偶接点上方。
- (4) 坩埚架夹。
- (5) 干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。
- (6) 分析天平：感量 0.0001 g。
- (7) 压饼机：螺旋式或杠杆式压饼机，能压制直径约为 10 mm 的煤饼。
- (8) 秒表。

四、实验步骤

(1) 在预先于 900 $^{\circ}\text{C}$ 温度下灼烧至质量恒定的带盖的瓷坩埚中，称取粒度小于 0.2 mm 且搅拌均匀的空气干燥的煤样 (1 ± 0.01) g，称准至 0.0002 g，然后轻轻振动坩埚，使煤样摊平，盖上盖，放在坩埚架上；褐煤和长焰煤应预先压饼，并切成约 3 mm 的小块。

(2) 空气干燥煤样的水分质量分数 M_{ad} 的测定：准备容器称质量，然后取出煤样放入容器内称总质量（包括容器和煤样），把容器（包含煤粉）放入烘箱中，在 $102\sim 105^{\circ}\text{C}$ 下加热至干燥状态。[学生或老师可提前准备测定]

备注：如果准备的煤样已经是干燥过的样品，可根据厂家提供的信息确定 M_{ad} 值或假设 $M_{ad}=3.3\%$ 。

(3) 挥发分测定：将马弗炉预先加热至 920°C 左右。打开炉门，迅速将放有坩埚的架子送入恒温区，立即关上炉门并计时，准确加热 7 min。坩埚及架子放入后，要求炉温在 3 min 内恢复至 $(900\pm 10)^{\circ}\text{C}$ ，此后保持在 $(900\pm 10)^{\circ}\text{C}$ ，否则此次试验作废。

备注：加热时间包括温度恢复时间在内。

(4) 从炉中取出坩埚，放在空气中冷却 5 min 左右，移入干燥器中冷却至室温(约 20 min)后称量。

五、实验记录和结果计算

1、煤的挥发分产率测定

煤样名称	煤	
重复测定	第一次	第二次
坩埚编号	1	2
坩埚质量 / g		
煤样+坩埚质量 / g		
煤样质量 / g		
焦渣+坩埚质量 / g		
煤样加热后减轻的质量 / g		
$M_{ad} / \%$		
$V_{ad} / \%$		
$V_{ad}(\text{平均值}) / \%$		

2、计算结果

空气干燥样的挥发分的质量分数按下式计算

$$V_{ad}=(m_1/m_2)\times 100 - M_{ad}$$

式中， V_{ad} —空气干燥煤样的挥发分质量分数，%

m_1 —煤加热后减少的质量，g

m_2 —空气干燥煤样的质量，g

M_{ad} —空气干燥煤样的水分质量分数，%

六、注意事项

- 1、为使马弗炉测定温度严格控制在 (900 ± 10) $^{\circ}\text{C}$ ，需定期对热电偶及毫伏计进行严格校正。校准和使用热电偶时，其冷端可放入冰水、将零点调至室温或采用冷端补偿器。此外，还需定期测定马弗炉恒温区，测定时坩埚必须放在恒温区。
- 2、为使装有煤样的坩埚放入马弗炉后，炉温能在 3min 内恢复到 (900 ± 10) $^{\circ}\text{C}$ ，应经常验证马弗炉温度的恢复速度是否符合要求，或手动控制以保证符合要求。每次试验最好放入同样数目的坩埚，以保证坩埚及其支架的热容量基本一致。
- 3、总加热时间要严格控制在 7min，用秒表计时。
- 4、坩埚应带有严密盖的瓷坩埚。
- 5、耐热金属做的坩埚架受热时不能掉皮，若沾在坩埚上会影响测定结果。
- 6、坩埚从马弗炉取出后，在空气中冷却时间不宜过长，以防焦渣吸水。坩埚在称量前不能开盖。
- 7、褐煤、长焰煤的水分和挥发份很高，若以松散状态放入 900°C 炉中加热，挥发份骤然大量释放，会把坩埚盖顶打开的同时带走部分碳粒，导致测定结果偏高，且重复性差。若将煤样压饼后再切成 3mm 小块，可减缓挥发份的释放速度，进而有效防止煤样爆燃或喷溅，使测定结果稳定可靠。

七、思考题

- (1) 测定低煤化煤的挥发分时，为什么要压饼？
- (2) 煤的挥发分指标为什么不能称为挥发分含量？

03 碳钢热浸渗铝实验

一、实验目的：

了解低碳钢表面渗铝的特点：提高钢的耐蚀性能，提高钢的抗高温氧化性能，改善钢的耐磨性能。同时比不锈钢生产工艺简单，成本低廉，而硬度和强度高于纯铝材料。

二、实验方法和内容

内容 1：主要分为表面处理。钢试样表面处理的目的是除油、除锈和助镀

1. 除油：出去低碳钢试样表面的油污。

(a) 将低碳钢试样放入 4 mol/L 的 NaOH 水溶液中刷洗，后放入 80°C 左右的热水中刷洗；

(b) 将经 (a) 步的试样放如 50°C 左右的碱性液中精洗，然后在 80°C 左右的热水中刷洗。

(c) 将上述碱洗后的试样放入无水乙醇烧杯中，并将烧杯放入超声波清洗液中清洗 10 分钟左右。

2. 除锈：将试样放入 15% 的 HCl 水溶液中酸洗 1~2 分钟，然后取出在冷水中漂洗出去 FeCl₃ 等酸洗产物。

3. 助镀：助镀的目的是保持活化的试样表面，方法是将试样放入 2% 的 H₂SO₄ 中放置 5 分钟左右。

内容 2：掌握加热炉的操作方法，掌握热浸镀铝工艺

1. 加热炉加热工艺制定：演示加热炉加热工艺的设置方法；

2. 熔铝：将熔融剂涂抹在铝锭表面，并将铝锭放入坩埚中，然后将坩埚放入加热炉中加热。熔融剂的作用是：在铝液表面减少铝液的氧化。

3. 热浸渗铝：去除盛铝液的坩埚，出去铝液表面的浮渣，将预处理好的试样放入铝液中，然后将坩埚放入加热炉内保温 10 分钟。热浸 10 分钟后，用小坩埚钳夹住试样，用提升速率约 1000mm/min 取出。

4. 镀后处理：待试样冷却后，用水洗净试样表面的熔融剂盐。

5. 扩散退火：将洗净的试样放入小坩埚内，然后将坩埚放入高温炉内进行扩散退火。将加热炉的升温速率设置为 10°C/min，终点温度设定为 900°C，保温时间分别为 10min、20min、30min、40min、50min、60min 六组。

内容 3：制作金相试样，并观察渗层厚度及形貌

1. 试样打磨：用 600、800、1000、1200 目的砂纸单方向打磨金相试样，每换一次砂纸就要将砂纸试样清洗干净并旋转 90°再单方向打磨，直至试样表面光亮且无划痕，然后再抛光机上涂上抛光膏直至试样光亮。

2. 试样腐蚀：用 4%的硝酸酒精溶液对抛光面进行腐蚀，腐蚀时间大约为 7~9 秒。

3. 组织形貌观察及渗层厚度测量：用金相显微镜下观察放大 100、200 倍的组织形貌，并测量渗层的平均厚度。

三、注意事项

1、注意高温。

2、取样时注意危险，严格遵守操作要求

04 碳钢拉伸实验及断口分析

实验目的

- 1、测定低碳钢的屈服强度 R_{eH} 、 R_{eL} 及 R_e 、抗拉强度 R_m 、断后伸长率 A 和断面收缩率 Z 。
- 2、测定铸铁的抗拉强度 R_m 和断后伸长率 A 。
- 3、观察并分析两种材料在拉伸过程中的各种现象（包括屈服、强化、冷作硬化和颈缩等现象），并绘制拉伸图。
- 4、比较低碳钢（塑性材料）与铸铁（脆性材料）拉伸机械性能的特点。
- 5、对低碳钢和铸铁的断口进行分析，了解断裂及断口的分类，理解断口的形貌特点，掌握断口形貌观察。

实验原理

本试验采用经机加工的直径 $d=10\text{ mm}$ 的圆形截面比例试样，其是根据国家试验规范的规定进行加工的。它有夹持、过渡和平行三部分组成（见图 1），它的夹持部分稍大，其形状和尺寸应根据试样大小、材料特性、试验目的以及试验机夹具的形状和结构设计，但必须保证轴向的拉伸力。其夹持部分的长度至少应为楔形夹具长度的 $3/4$ （试验机配有各种夹头，对于圆形试样一般采用楔形夹板夹头，夹板表面制成凸纹，以便夹牢试样）。机加工带头试样的过渡部分是圆角，与平行部分光滑连接，以保证试样破坏时断口在平行部分。平行部分的长度 L_0 按现行国家标准中的规定取 L_0+d ， L_0 是试样中部测量变形的长度，称为原始标距。

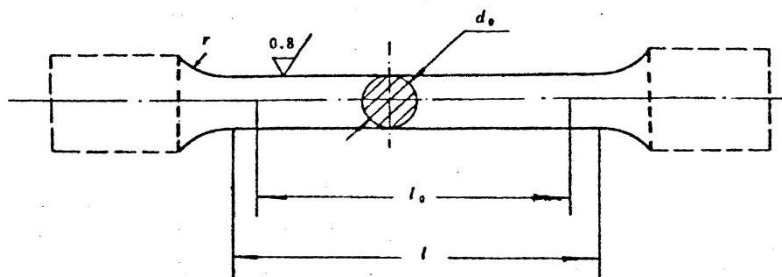


图 1 机加工的圆截面拉伸试样

按我国目前执行的国家 GB/T 228-2010 标准-《金属材料 室温拉伸试验方法》的规定，在室温 $10\text{C}^{\circ} \sim 35\text{C}^{\circ}$ 的范围内进行试验。

将试样安装在试验机的夹头中，然后开动试验机，使试样受到缓慢增加的拉力（应根据材料性能和试验目的确定拉伸速度），直到拉断为止，并利用试验机的自动绘图装置绘出材料的拉伸图（图 2 所示）。

应当指出，试验机自动绘图装置绘出的拉伸变形 ΔL 主要是整个试样（不只是标距部分）的伸长，还包括机器的弹性变形和试样在夹头中的滑动等因素。由于试样开始受力时，头部在夹头内的滑动较大，故绘出的拉伸图最初一段是曲线。

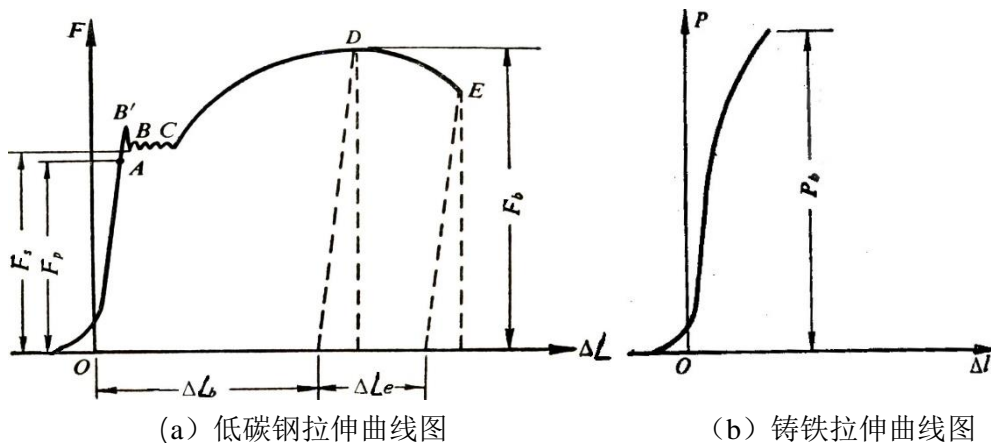


图 2 低碳钢和铸铁拉伸曲线图

1、低碳钢（典型的塑性材料）

当拉力较小时，试样伸长量与力成正比增加，保持直线关系，拉力超过 F_p 后拉伸曲线将由直变曲。保持直线关系的最大拉力就是材料比例极限的力值 F_p 。

在 F_p 的上方附近有一点是 F_e ，若拉力小于 F_e 而卸载时，卸载后试样立刻恢复原状，若拉力大于 F_e 后再卸载，则试件只能部分恢复，保留的残余变形即为塑性变形，因而 F_e 是代表材料弹性极限的力值。

当拉力增加到一定程度时，试验机的示力指针（主动针）开始摆动或停止不动，拉伸图上出现锯齿状或平台，这说明此时试样所受的拉力几乎不变但变形却在继续，这种现象称为材料的屈服。低碳钢的屈服阶段常呈锯齿状，其上屈服点 B' 受变形速度及试样形式等因素的影响较大，而下屈服点 B 则比较稳定（因此工程上常以其下屈服点 B 所对应的力值 F_{eL} 作为材料屈服时的力值）。确定屈服力值时，必须注意观察读数表盘上测力指针的转动情况，读取测力度盘指针首次回转前指示的最大力 F_{eH} （上屈服荷载）和不计初瞬时效应时屈服阶段中的最小力 F_{eL} （下屈服荷载）或首次停止转动指示的恒定力 F_{eL} （下屈服荷载），将其分别除以试样的原始横截面积（ S_0 ）便可得到上屈服强度 R_{eH} 和下屈服强度 R_{eL} 。即

$$R_{eH} = F_{eH} / S_0 \quad R_{eL} = F_{eL} / S_0$$

屈服阶段过后，虽然变形仍继续增大，但力值也随之增加，拉伸曲线又继续上升，这说明材料又恢复了抵抗变形的能力，这种现象称为材料的强化。在强化阶段内，试样的变形主要是塑性变形，比弹性阶段内试样的变形大得多，在达到最大力 F_m 之前，试样标距范围内的变形是均匀的，拉伸曲线是一段平缓上升的曲线，这时可明显地看到整个试样的横向尺寸在缩小。此最大力 F_m 为材料的抗拉强度力值，由公式 $R_m = F_m / S_0$ 即可得到材料的抗拉强度 R_m 。

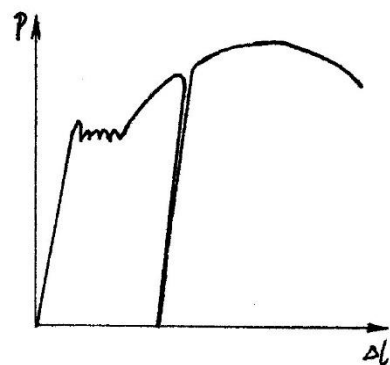


图 3 低碳钢的冷作硬化

如果在材料的强化阶段内卸载后再加载，直到试样拉断，则所得到的曲线如图 3 所示。卸载时曲线并不沿原拉伸曲线卸回，而是沿近乎平行于弹性阶段的直线卸回，这说明卸载前试样中除了有塑性变形外，还有一部分弹性变形；卸载后再继续加载，曲线几乎沿卸载路径变化，然后继续强化变形，就像没有卸载一样，这种现象称为材料的冷作硬化。显然，冷作硬化提高了材料的比例极限和屈服极限，但材料的塑性却相应降低。

当荷载达到最大力 F_m 后，示力指针由最大力 F_m 缓慢回转时，试样上某一部位开始产生局部伸长和颈缩，在颈缩发生部位，横截面面积急剧缩小，继续拉伸所需的力也迅速减小，拉伸曲线开始下降，直至试样断裂。此时通过测量试样断裂后的标距长度 L_u 和断口处最小直径 d_u ，计算断后最小截面积 (S_u)，由计算公式

$$A = \frac{L_u - L_0}{L_0} \times 100\% \quad 、 \quad Z = \frac{S_0 - S_u}{S_0} \times 100\%$$

即可得到试样的断后伸长率 A 和断面收缩率 Z 。

2、铸铁（典型的脆性材料）

脆性材料是指断后伸长率 $A < 5\%$ 的材料，其从开始承受拉力直至试样被拉断，变形都很小。而且，大多数脆性材料在拉伸时的应力 - 应变曲线上都没有明显的直线段，几乎没有塑性变形，也不会出现屈服和颈缩等现象（如图 2b 所示），只有断裂时的应力值 - 强度极限。

铸铁试样在承受拉力、变形极小时，就达到最大力 F_m 而突然发生断裂，其抗拉强度也远小于低碳钢的抗拉强度。同样，由公式 $R_m = F_m / S_0$ 即可得到其抗拉强度 R_m ，而由公式 $A = \frac{L_u - L_0}{L_0} \times 100\%$ 则可求得其断后伸长率 A 。

3、断口分析

断裂是工程材料的主要失效形式之一。断裂的基本过程是裂纹形成和扩展。按断裂前有无产生明显的宏观塑性变形，金属的断裂可分为韧性断裂和脆性断裂两种。

韧性断裂是金属材料断裂前产生明显宏观塑性变形的种断裂有一个缓慢的撕裂过程，在裂纹扩展过程中不断度量。断裂面一般平行于最大切应力，并与主应力约成 45°。用肉眼或放大镜观察时，断口呈纤维状、灰暗色。中、低强度圆柱拉伸试样在室温下的静拉伸断裂是典型的韧性断裂，断口呈杯锥状，由纤维区、放射区及剪切唇三部分构成，断口特征三要素（图 4）。这三个区域实际上是裂纹形成扩展区和剪切断裂区（对冲击拉伸则有终了断裂区），通为断口三要素。

试样塑性的好坏由这三个区域比例而定。如果放射区材料的塑性低，因为这个区域是裂纹快速扩展部分，伴随形也小。反之，塑性好的材料，必然表现为纤维区和剪切唇比例，甚至中间的放射区可以消失。材料强度提高，塑性放射区比例增大；试样尺寸加大，放射区增大明显，而纤维区变化不大。对于同一种材料，三个区域的面积及其所占整个断口的比例随外界条件的改变而变化。例如：加载速率愈大，温度愈低，则裂纹扩展区（即放射区）所占的比例也愈大。

脆性断裂是突然发生的断裂，断裂前基本上不发生塑性变形，没有明显征兆，因而危害性很大。脆性断裂的断裂面一般与正应力垂直，断口平齐而光亮，常呈放射状或结晶状。对圆柱形试样的脆断，断面上有许多放射状条纹，这些条纹汇聚于一个中心，此中心区域就是裂纹源，断口表面越光滑，放射条纹越细；对板状试样，断裂呈“人”字形花样，“人”字的尖端指向裂纹源。实际上，金

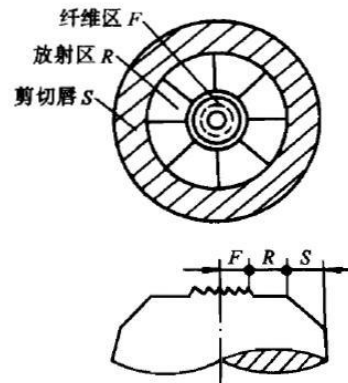


图 4 断口三要素

断裂。这消耗能 45°。用肉钢的光滑其宏观断即所谓的区、裂纹常称它们

较大，则的塑性变唇占很大降低，则

较大，则的塑性变唇占很大降低，则

属的脆性断裂与韧性断裂并无明显的界限，一般脆性断裂前也会产生微量塑性变形。因此，一般规定光滑拉伸试样的断面收缩率小于 5% 者为脆性断裂；大于 5% 者为韧性断裂。由此可见金属的韧性与脆性是根据一定条件下的塑性变形量来决定的。

[实验材料/试样]

万能试验机、游标卡尺、低碳钢和铸铁试样若干

[试验步骤]

一、低碳钢拉伸试验

1、试样准备：

为了便于观察标距范围内沿轴向的变形情况，用试样分划器或标距仪在试样标距 L_0 范围内每隔 5 mm 刻划一标记点（注意标记刻划不应影响试样断裂），将试样的标距段分成十等份。

用游标卡尺测量标距两端和中间三个横截面处的直径，在每一横截面处沿相互垂直的两个方向各测一次取其平均值，用三个平均值中最小者计算试样的原始横截面积 S_0 （计算时 S_0 应至少保留四位有效数字）。

2、试验机准备：

根据低碳钢的抗拉强度 R_m 和试样的原始横截面积 S_0 估计试验所需的最大荷载，并据此选择合适的量程。

3、装夹试样：

先将试样安装在试验机的上夹头内，再移动试验机的下夹头（或工作平台、或试验机横梁）使其达到适当位置，并把试样下端夹紧（注意：应尽量将试样的夹持段全部夹在夹头内，并且上下要对称。完成此步操作时切忌在装夹试样时对试样加上了荷载）。

4、进行试验：

开动试验机使之缓慢匀速加载（依据规范要求，在屈服前以 6 ~ 60 MPa/s 的速率加载），并注意观察示力指针的转动、自动绘图的情况和相应的试验现象。当主动针不动或倒退时说明材料开始屈服，记录上屈服点 F_{eH} （主动针首次回转前的最大力）和下屈服点 F_{eL} ，具体情况如图 5 所示（说明：前所给出的加载速率是国标中规定的测定上屈服点时应采用的速率，在测定下屈服点时，平行长度内的应变速率应在 0.00025 ~ 0.0025 / s 之间，并应尽可能保持恒定。如果不能直接控制这一速率，则应固定屈服开始前的应力速率直至屈服阶段完成）。

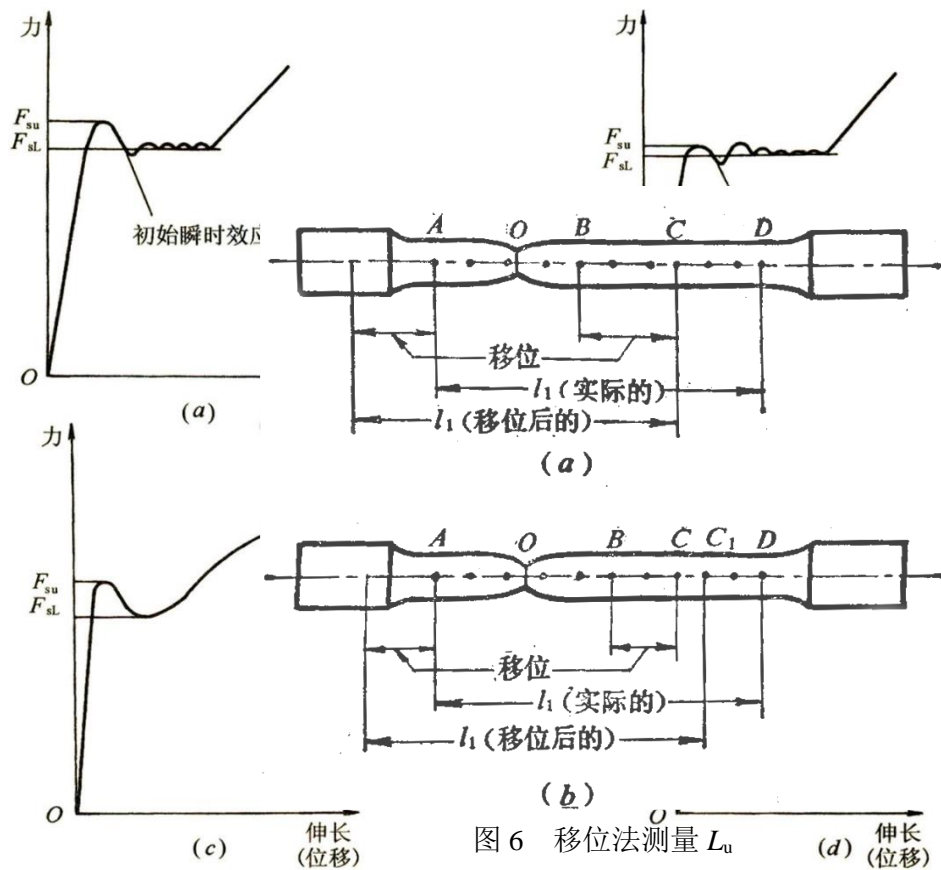


图 5 屈服荷载的确定

根据国标规定，材料屈服过后，试验机的速率应使试样平行长度内的应变速率不超过 0.008/s。在此条件下继续加载，并注意观察主动针的转动、自动绘图的情况和相应的试验现象（强化、冷作硬化和颈缩等现象-在强化阶段的任一位置卸载后再加载进行冷作硬化现象的观察；此后，待主动针再次停止转动而缓慢回转时，材料进入颈缩阶段，注意观察试样的颈缩现象），直至试样断裂停车。记录所加的最大荷载 F_m （从动针最后停留的位置）。

6、试样断后尺寸测定：

取出试样断体，观察断口情况和位置。将试样在断裂处紧密对接在一起，并尽量使其轴线处于同一直线上，测量断后标距 L_u 和颈处的最小直径 d_u （应沿相互垂直的两个方向各测一次取其平均值），计算断后最小横截面积 S_u 。

注意：在测定 L_u 时，若断口到最临近标距端点的距离不小于 $1/3L_0$ ，则直接测量标距两端点的距离；若断口到最临近标距端点的距离小于 $1/3L_0$ ，则按图 6 所示的移位法测定：符合图 (a) 情况的， $L_u = AC + BC$ ，符合图 (b) 情况的， $L_u = AC_1 + BC$ ；若断口非常靠近试样两端，而其到最临近标距端点的距离还不足两等份，且测得的断后伸长率小于规定值，则试验结果无效，必须重做。此时应检查试样的质量和夹具的工作状况，以判断是否属于偶然情况。

二、铸铁拉伸试验

1、测量试样原始尺寸：

测量方法要求同前，但只用快干墨水或带色涂料标出两标距端点，不用等分标距段。

2、试验机准备：（要求同前）。

3、安装试样：（方法同前）。

4、检查试验机工作是否正常：（检查同前，但勿需试车）。

5、进行试验：

开动试验机，保持试验机两夹头在力作用下的分离速率使试样平行长度内的应变速率不超过0.008/s的条件下对试样进行缓慢加载，直至试样断裂为止。停机并记录最大力 F_m 。

6、试样断口分析：

用肉眼观察试样断口，画出宏观观察图示，并在图中中分别标出纤维区、放射区和剪切唇，并算出纤维区所占整个区域的面积百分数。

7、试样断后尺寸测定：

取出试样断体，观察断口情况。然后将试样在断裂处紧密对接在一起，并尽量使其轴线处于同一直线上，测量试样断后标距 L_0 （直接用游标卡尺测量标距两端点的距离）。

8、归整实验设备：

卸回油缸中的液压油，取下绘记录图纸，请教师检查试验记录，经认可后清理试验现场和所用仪器设备，并将所使用的仪器设备全部复原。

9、结束试验：

完成全部测量后，将试验数据记录、试验机所绘的曲线图和实验卡片一并交指导教师检查验收、签字认可后方可离开实验室。

[试验数据记录]（参考记录表格）

表1 试样原始尺寸

材料	标距 L_0/mm	直径 d_0/mm									原始横截 面积 S_0/mm^2
		截面 I			截面 II			截面 III			
		1	2	平均	1	2	平均	1	2	平均	
低碳钢											
铸铁											

表2 试验数据记录

单位：KN

材料	上屈服载荷 F_{eH}	下屈服载荷 F_{eL}	屈服载荷 F_e	最大荷载 F_m
低碳钢				

铸铁	/	/	/	
----	---	---	---	--

表3 试样断后尺寸

材料	标距 L_0/mm	断后伸长 $L_u - L_0/\text{mm}$	断后缩颈处最小直径 d_u/mm			断后最小横截面积 S_u/mm^2
			1	2	平均	
低碳钢						
铸铁			/	/	/	/

[数据处理]

材料	上屈服强度 R_{eH}/MPa	下屈服强度 R_{eL}/MPa	抗拉强度 R_m/MPa	断后伸长率 $A/\%$	断面收缩率 $Z/\%$
低碳钢					
铸铁		/			/

[实验报告要求]

- 1、在宏观观察图示中分别标出纤维区、放射区和剪切唇区所构成断口的三要素，并算出纤维区所占整个区域的面积百分数。
- 2、进行数据处理，求出低碳钢及铸铁的各项力学性能指标。
- 3、绘出低碳钢及铸铁试样断裂后的形状示意图和 σ - ε 曲线示意图。
- 4、按标准格式写出完整的实验报告（内容一定要完整全面）。

[思考题]

- 1、什么叫比例试样？它应满足什么条件？国家为什么要对试样的形状、尺寸、公差和表面粗糙度等做出相应的规定？
- 2、参考试验机自动绘图仪绘出的拉伸图，分析低碳钢试样从加力至断裂的过程可分为哪几个阶段？相应于每一阶段的拉伸曲线各有什么特点？
- *3、为什么不顾试样断口的明显缩小，仍以原始截面积 S_0 计算低碳钢的抗拉强度 R_m 呢？
- 4、有材料和直径均相同的长试样和短试样各一个，用它们测得的断后伸长率、断面收缩率、下屈服强度和抗拉强度是否基本相同？为什么？

5、低碳钢试样拉伸断裂时的荷载比最大荷载 F_m 要小，按公式 $R=F/S_0$ 计算，断裂时的应力比 R_m 小。为什么应力减小后试样反而断裂？

*6、铸铁试样拉伸试验中，断口为何是横截面？又为何大多在根部？

7、对于低碳钢材料的拉伸试验，当其断口不在标距长度中部三分之一区段内时，为什么要采用断口移中法测量断后标距？

*8、由拉伸试验测定的材料机械性能在工程上有何使用价值？

9、脆性断裂与韧性断裂的区别是什么？

10、断口的三要素分别与裂纹是如何对应起来的？

05 金属硬度的测试

1 实验目的

- 1) 了解硬度测定的基本原理及应用范围。
- 2) 了解布氏、洛氏、维氏硬度实验机的主要结构。
- 3) 掌握用布氏、洛氏、维氏硬度计测定材料硬度的方法。

2 实验原理及内容

2.1 概述

金属的硬度可以认为是金属材料表面在接触应力作用下抵抗塑性变形的一种能力。硬度测量能够给出金属材料软硬程度的数量概念。硬度值越高，表明金属抵抗塑性变形的能力越大，材料产生塑性变形就越困难。另外硬度与其他机械性能（如强度指标 σ_b 及塑性指标 ψ 和 δ ）之间有着一定的内在联系。所以从某种意义上说硬度的大小对于机械零件或工具的使用性能及寿命具有决定性意义。

测量硬度的方法很多，在机械工业中广泛采用压入法来测定硬度，压入法又分为布氏硬度、洛氏硬度、维氏硬度等。

压入法硬度试验的主要特点是：

① 实验时应力状态最软，（即最大切应力远远大于最大正应力）因而不论是塑性材料还是脆性材料均能发生塑性变形。

② 金属的硬度与强度指标之间存在如下近似关系：

$$\sigma_b = K \cdot HB$$

式中： σ_b —材料的抗拉强度值； HB—布氏硬度值； K— 系数

退火状态的碳钢 $K = 0.34 \sim 0.36$ 合金调质钢 $K = 0.33 \sim 0.35$

有色金属合金 $K = 0.33 \sim 0.53$

③ 硬度值对材料的耐磨性、疲劳强度等性能也有一定的参考价值，通常硬度值高，这些性能也就好。在机械零件设计图纸上对机械性能的技术要求，往往只标注硬度值，其原因就在于此。

④ 硬度测量后由于仅在金属表面局部体积内产生很小压痕，并不损坏零件，因而适合于成品检验。

⑤ 设备简单，操作迅速方便。

2.2 布氏硬度

2.2.1 布氏硬度试验的基本原理

布氏硬度试验是施加一定大小的载荷 P ，将直径为 D 的钢球压入被测金属表面（如图 1-1 所示）保持一定时间，然后卸除载荷，根据钢球在金属表面上所压出的凹痕面积 F_{\square} 求出平均应力值，以此作为硬度值的计量指标，并用符号 HB 表示。

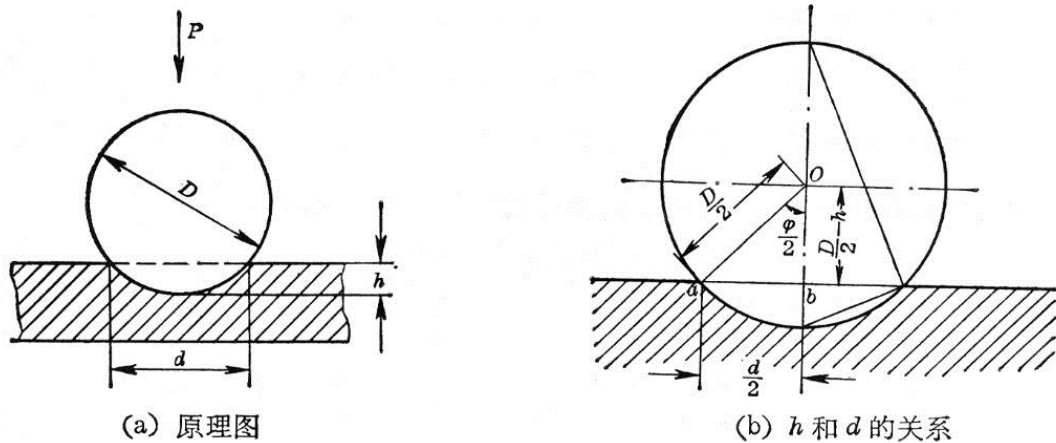


图 1-1 布氏硬度试验原理图

其计算公式如下：

$$HB = P/F_{\square} \quad (1-1)$$

式中： HB——布氏硬度值；

P——载荷 (Kgf) ； (1 Kgf = 9.8N)

F_{\square} ——凹痕面积 (mm^2) 。

根据压痕面积和球面之比等于压痕深度和钢球直径之比的几何关系，可知压痕部分的球

面积为： $F_{\square} = \pi Dh$ (1-2)

式中：D——钢球直径 (mm) ； h——压痕深度 (mm)

由于测量压痕直径 d 要比测定压痕深度 h 容易，故可将 (1-2) 式中 h 改换成 d 来表示，这可根据图 3-1(b)中 $\triangle Oab$ 的关系求出。

$$\frac{1}{2}D - h = \sqrt{\left(\frac{D}{2}\right)^2 - \left(\frac{d}{2}\right)^2}$$

$$h = \frac{1}{2}(D - \sqrt{D^2 - d^2}) \quad (1-3)$$

将式 (1-2) 和 (1-3) 代入式 (1-1) 即得：

$$HB = \frac{P}{\pi Dh} = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (1-4)$$

式中只有 d 是变数，故只需测出压痕直径 d ，根据已知 D 和 P 值就可计算出 HB 值。在实际测量时，可由测出之压痕直径 d 直接查表得到 HB 值。

由于金属材料有硬有软，所测工件有厚有薄，若只采用同一种载荷（如 3000 kgf）和钢球直径（如 10 mm）时，则对硬的金属适合，而对极软的金属就不适合，会发生整个钢球陷入金属中的现象；若对于厚的工件适合，则对于薄件会出现压透的可能，所以在测定不同材料的布氏硬度值时就要求有不同的载荷 P 和钢球直径 D 。为了得到统一的、可以相互进行比较的数值，必须使 P 和 D 之间维持某一比值关系，以保证所得到的压痕形状的几何相似关系，其必要条件就是压入角 φ 保持不变。

根据相似原理由图 1-1 (b) 中可知 d 和 φ 的关系是：

$$\frac{D}{2} \sin \frac{\varphi}{2} = \frac{d}{2} \quad \text{或} \quad d = D \sin \frac{\varphi}{2} \quad (1-5)$$

以此代入式 (1-4) 得：

$$HB = \frac{P}{D^2} \left[\frac{2}{\pi(1 - \sqrt{1 - \sin^2 \frac{\varphi}{2}})} \right] \quad (1-6)$$

式 (1-6) 说明，当 φ 值为常数时，为使 HB 值相同， $\frac{P}{D^2}$ 也就保持为一定值。因此对同一材料而言，不论采用何种大小的载荷和钢球直径，只要能满足 $\frac{P}{D^2} = \text{常数}$ ，所得的 HB 值是一样的。对不同材料来说，所得的 HB 值也是可以进行比较的。按照 GB231-63 规定， $\frac{P}{D^2}$ 比值有 30、10 和 2.5 三种，具体试验数据和适用范围可参考表 1-1。

表 1-1 布氏硬度试验规范

材料	硬度范围 (HB)	试样厚度 (mm)	P/D^2	钢球直径 D(mm)	载荷 P (kgf)	载荷保持时间(s)
黑色金属	140-650	>6	30	10	3000	12
		6-3		5	750	
		<3		2.5	187.5	
	<140	>6	30	10	3000	30
		6-3		5	750	
		<3		2.5	187.5	
铜合金及镁合金	31.8-140	>6	10	10	1000	30
		6-3		5	250	
		<3		2.5	62.5	
铝合金及轴承合金	8-35	>6	2.5	10	250	60
		6-3		5	62.5	
		<3		2.5	15.6	

2.2.2 布氏硬度试验机的结构和操作

1、布氏硬度试验机的结构

HB-3000 型布氏硬度试验机的外形结构如图 1-2 所示。其主要部件及作用如下：

- (1) 机体与工作台：硬度机是铸铁机体，在机体前台面上安装了丝杠座，其中装有丝杠，丝杠上装立柱和工作台，可上下移动。
- (2) 杠杆机构：杠杆系统通过电动机可将载荷自动加在试样上。
- (3) 压轴部分：用以保证工作时试样与压头中心对准。

(4) 减速器部分：带动曲柄及曲柄连杆，在电机转动及反转时，将载荷加到压轴上或从压轴上卸除。

(5) 换向开关系统：是控制电机回转方向的装置，使加、卸载荷自动进行。

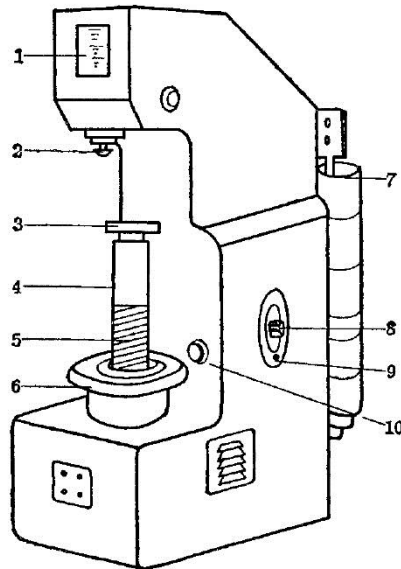


图 1-2 HB-3000 布氏硬度试验机外形结构图

1—指示灯；2—压头；3—工作台；4—立柱；5—丝杠；6—手轮；
7—载荷砝码；8—压紧螺钉；9—时间定位器；10—加载按钮

2、操作前的准备工作

- (1) 根据表 1-1 选择压头，且将压头擦拭干净，装入主轴衬套中。
- (2) 根据表 1-1 选定载荷，加上相应的砝码。
- (3) 安装工作台。当试样高度 $< 120\text{ mm}$ 时，应将立柱安装在升降螺杆上，然后安装好工作台进行试验。
- (4) 根据表 1-1 确定持续时间 T ，然后将压紧螺钉拧松，把圆盘上的时间定位器（红色指示点）转到与持续时间相符的位置上。

(5) 接通电源，电源指示灯燃亮，证明通电正常。

3、操作规程

(1) 将试样放在工作台上，顺时针方向旋转手轮，工作台上升，使压头压向试样表面直到手轮与下面螺母产生相对滑动为止。

(2) 按动加载按钮，启动电动机，即开始加载荷。此时因压紧螺钉已拧松，圆盘并不转动，当保荷指示灯闪亮的同时，迅速拧紧压紧螺钉，使圆盘转动。达到所要求的持续时间后，转动自动停止。从保荷指示灯闪亮到熄灭为试验力保持时间。

(3) 逆时针方向旋转手轮，使工作台降下。取下试样用 20 倍读数显微镜测量压痕直径 d 值，并查附表 1 确定硬度 HB 数值。

4、注意事项

(1) 安装砝码时，一定将吊杆的本身重量 187.5 公斤加进去。

(2) 试样厚度应不小于压痕深度的 10 倍。试验后，试样背面及边缘呈明显变形痕迹时，则试验无效。

(3) 压痕直径 d 应在以下范围内，否则无效。

$$0.24D < d < 0.6D$$

(4) 压痕中心至试样边缘应大于 D ，两压痕中心大于 $2D$ 。

(5) 试样表面必须平整光洁无氧化皮，以使压痕边缘清晰，保证精确测量压痕直径 d 。

(6) 用显微镜测量压痕直径 d 时，应从相互垂直的两个方向上读取，取其平均值。在相互垂直方向测量直径之差不能超过较小直径的 2%，否则无效。

HBE-3000B 是在 HB-3000 基础上改进的，具有比 HB-3000 硬度计操作更方便、测量更精确等特点。

2.3 洛氏硬度

2.3.1 洛氏硬度试验的基本原理

洛氏硬度同布氏硬度一样也属于压入硬度法，但它不是测定压痕面积，而是根据压痕深度来确定硬度值指标。其试验原理如图 1-3 所示。

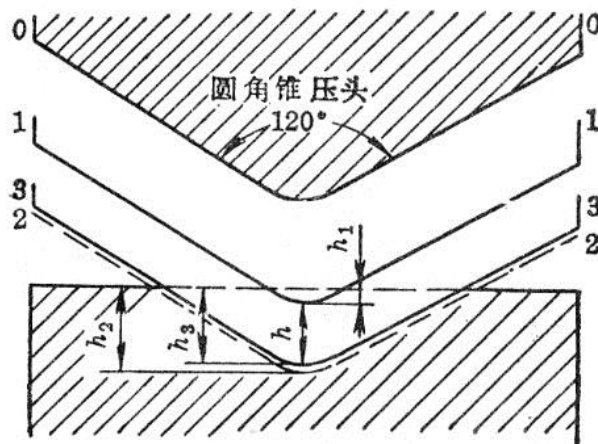


图 1-3 洛氏硬度试验原理图

洛氏硬度试验所用压头有两种：一种是顶角为 120°的金刚石圆锥，另一种是直径为 1/16" (1.588mm) 的淬火钢球。根据金属材料软硬程度不一，可选用不同的压头和载荷配合使用，最常用的是 HRA、HRB 和 HRC。这三种洛氏硬度的压头、载荷及使用范围列于表 1-2 中。

表 1-2 常见洛氏硬度的试验规范及使用范围

标尺所用符号/ 压头	总载荷 kgf	表盘上 刻度颜 色	测量 范围	应用范围
HRA 120°金刚石圆锥	60	黑色	70-85	碳化物、硬质合金、淬火工具钢、浅层表面硬化层
HRB 1/16"钢球	100	红色	20-100	软钢（退火态、低碳钢正火态）、铝合金
HRC 120°金刚石圆锥	150	黑色	20-67	淬火钢、调质钢、深层表面硬化层

表注：(1)金刚石圆锥的顶角为 120°+30'，顶角圆弧半径为 0.21±0.01mm

(2)初载荷均为 10 公斤

洛氏硬度测定时，需要先后两次施加载荷（初载荷及主载荷），预加载荷的目的是使压头与试样表面接触良好，以保证测量结果准确。图 1-3 中 0-0 位置为未加载荷时的压头位置，1-1 位置为加上 10 Kgf 预加载荷后的位置，此时压入深度为 h_1 ，2-2 位置为加上主载荷后的位置，此时压入深度为 h_2 ， h_2 包括由加载所引起的弹性变形和塑性变形，卸除主载荷后，由于弹性变形恢复而稍提高到 3-3 位置，此时压头的实际压入深度为 h_3 。洛氏硬度就是以主载荷所引起的残余压入深度 ($h=h_3-h_1$) 来表示。但这样直接以压入深度的大小表示硬度，将会出现硬的金属硬度值小，而软的金属硬度值大的现象，这与布氏硬度所标志的硬度值大小的概念相矛盾。为了与习惯上数值越大硬度越高的概念相一致，采用一常数 (K) 减去

(h_3-h_1) 的差值表示硬度值。为简便起见又规定每 0.002 mm 压入深度作为一个硬度单位 (即刻度盘上一小格)。

洛氏硬度值的计算公式如下：

$$HR = \frac{K - (h_3 - h_1)}{0.002}$$

式中：

h_1 ——预加载荷压入试样的深度 (mm) ；

h_3 ——卸除主载荷后压入试样的深度 (mm) ；

K——常数，采用金刚石圆锥时 $K = 0.2$ (用于 HRA、HRC) ；采用钢球时 $K = 0.26$ (用于 HRB) 。

因此上式可改为：

$$HRC \text{ (或 HRA)} = 100 - \frac{h_3 - h_1}{0.002}$$

$$HRB = 130 - \frac{h_3 - h_1}{0.002}$$

2.3.2 洛氏硬度试验机的结构和操作

1、洛氏硬度试验机的结构

HR-150 型杠杆式洛氏硬度试验机的结构如图 1-4 所示，其主要部分及作用如下：

(1) 机体及工作台：试验机有坚固的铸铁机体，在机体前面安装有不同形状的工作台，通过手轮的转动，借助螺杆的上下移动而使工作台上升或下降。

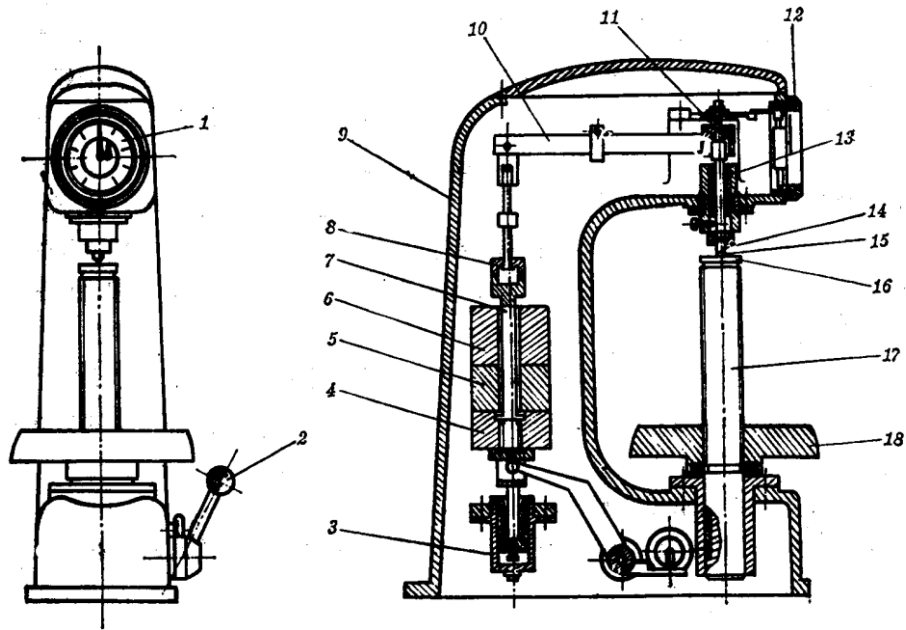


图 1-4 HR—150 型洛氏硬度计结构图

- 1.指示器；2. 操纵手柄；3. 缓冲器；4. 砧玛座；5、6. 砝码；
 7. 吊杆；8.吊套；9.机体；10 加载杠杆；11. 顶杆；12. 调整盘；
 13. 主轴；14. 压头；15. 试样；16. 工作台；17. 升降丝杆；18. 手轮

(2) 加载机构：由加载杠杆（横杆）及挂重架（纵杆）等组成，通过杠杆系统将载荷传至压头而压入试样，借扇形齿轮的转动可完成加载和卸载任务。

(3) 千分表指示盘：通过刻度盘指示各种不同的硬度值（如图 1-5 所示）。

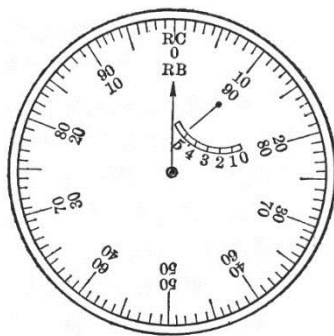


图 1-5 洛氏硬度指示盘

2、操作规程

(1) 根据试样预期硬度按表 1-2 确定压头并装入试验机；按表 1-2 确定载荷，转动右侧上方的转盘，使得所选的载荷对准红点(此时，右前方手柄必须处于卸荷状态，即前极限位置)。

(2) 将打磨后的试样置于工作台上，顺时针旋转手轮，使试样与压头缓慢接触，直到表盘小指针指在“小红点”处，此时即已预加载荷 10Kgf。然后旋转指示器外壳，使 B、C 之间长刻度线与大指针对正（顺时针或逆时针旋转均可）。

(3) 向后拉动右侧下方水平方向的加荷手柄，以施加主载荷(此时指示器的大指针转动)。

(4) 当指示器指针停稳后，将右前方卸荷手柄向前推，卸除主载荷。

(5) 读数。采用金刚石压头（HRA、HRC）时读外圈黑字，采用钢球压头（HRB）时读内圈红字。

(6) 逆时针旋转手轮，使工作台下降，取下试样，测试完毕。

3、注意事项：

(1) 试样表面需平整光洁，不得带有油、氧化皮、裂缝、凹坑等。可用细砂轮或砂纸将工件表面磨平，磨制过程中工件表面温度不得超过 150C°。

(2) 根据工件的大小与形状选择适当的工作台，以保证试件能平稳的安放在工作台上，并使被测表面与压头保持垂直。

(3) 试样厚度应不小于压痕深度的 10 倍。两相邻压痕中心距离及压痕中心至试样边缘的距离不应小于 3mm。

(4) 加载时力的作用线必须垂直于试样表面，加载和卸载时均需缓慢进行。

2.4 维氏硬度

2.4.1 维氏硬度试验的基本原理

将一个相对面夹角为 136° 的正四棱锥体金刚石压头以选定的试验力压入被测材料表面经保持规定时间后（试验力保持时间为 $10 \sim 15$ 秒），卸除试验力，用读数显微镜测量压痕两对角线长度 d_1 和 d_2 ，取其算术平均值，查表或代入公式计算出维氏硬度值。维氏硬度用 HV 表示。

$$HV = 0.1891 \times \frac{F}{d^2}$$

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2}$$

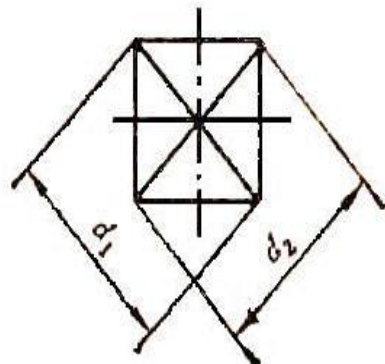
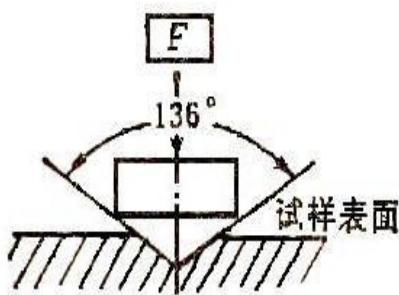


图 1-6 维氏硬度试验原理图

2.4.2 维氏硬度试验机的结构和操作

1、维氏硬度试验机的结构

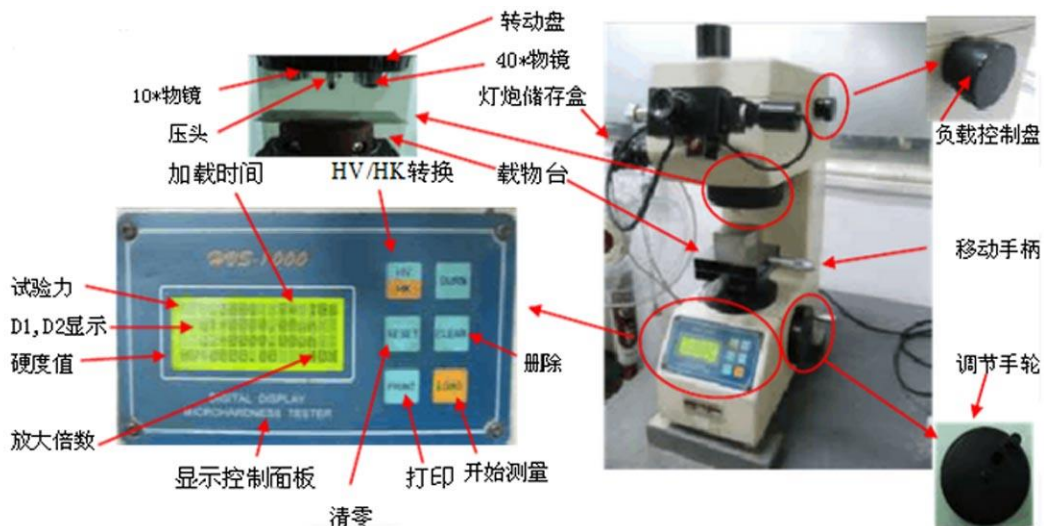


图 1-7 维氏硬度试验机的结构

2、操作规程

- (1) 旋转变换手轮，选择试验力。选择好欲加载荷后，选择合适的载荷保留时间。
- (2) 选择适当的装夹工具将试样安置在仪器工作台上。
- (3) 调焦：将 10 倍物镜转至试样正上方，缓慢转动手轮，可看到视场逐渐变得明亮，先看到模糊的灯丝象，然后再看到试样的表面象，直到将表面象调至最清晰为止。
- (4) 转动工作台上纵横向微分筒，在视场里找出试样需测试部位。
- (5) 将金刚石角锥体压头转至试样表面正上方。
- (6) 加荷：按加荷键，仪器开始加载、保载、卸载；将预先选好的物镜转至试样正上方，调节转动手轮，使压痕在显微镜下清晰成像。
- (7) 通过目镜观察，旋转测微仪上的手轮，移动测微仪中的两条长刻线，待两条刻线完全重合时，按清零键，即进入记数状态。

(8) 旋转微动手柄，使测微计的一条刻线与压痕的一角相切，移动另一条刻线与压痕另一角相切，按下读数键，对角线 d_1 测量完成；将目镜顺时针转动 90 度，测量对角线 d_2 ，再次按下读数测量按钮，主屏幕显示本次测量的值。一次试验结束。

(9) 重复 5~8 的测量步骤，可对同一物体测量不少于 6 点硬度值。

量的值。一次试验结束。

(9) 重复 5~8 的测量步骤，可对同一物体测量不少于 6 点硬度值。

3、注意事项：

(1) 试样表面的规定。试样的表面应该是光滑平面，不应有氧化层及污物。试验面粗糙度必须保证压痕对角线能精确地测量。

(2) 试样厚度的规定。试样（或试验层）的厚度至少应为压痕对角线平均长度的 1.5 倍。试验后，试样支撑面不应出现可见变形痕迹。

(3) 两相邻压痕中心距离及任一压痕中心至试样边缘距离的规定。对黑色金属，两相邻压痕中心间距或任一压痕中心距试样边缘距离应不小于压痕对角线平均值的 5 倍。

(4) 测量压痕平均对角线长度的规定。卸除试验力后，测量压痕的对角线长度。两对角线长度之差不应超过短对角线长度的 2%。

(5) 试验力保持时间的规定。试验时应均匀平稳地施加试验力，不得有冲击和震动。试验力的保持时间：黑色金属为 10~15s，有色金属为 $30 \pm 2s$ ，如另有要求时间可以延长，其偏差为 $\pm 2s$ 。

(6) 测定非平面度的修正规定。试样为球面式圆柱面时，则所测之值应加以修正。即需将所得之值乘修正系数。

3 实验材料/试样

标准硬度块若干。

45 钢退火态硬度试样若干；45 钢淬火态硬度试样若干。

4 实验设备/仪器/装置

布氏硬度计、洛氏硬度计、维氏硬度计、读数显微放大镜。

5 实验方法及步骤

5.1 布氏硬度测量

取 45 钢退火态硬度试样一个，用布氏硬度计打出压痕，并用读数显微放大镜从相互垂直的两个方向上测量压痕直径，取其平均值，查附表求得 HBW 值，将数据填入表 1-3 中。

表 1-3 布氏硬度实验结果

实验材料 (钢号、尺寸、状态)	实验规范					实验结果			
	压头		F/D ²	载荷 P (Kgf 或 N)	载荷保持时间 (s)	压痕直径 d (mm)			硬度值
	类型	直径 (mm)				d ₁	d ₂	d (平均)	

5.2 洛氏硬度测量

取 45 钢淬火态硬度试样一个，用洛氏硬度计测量硬度值，将数据填入表 1-4 中。

表 1-4 洛氏硬度实验结果

实验材料 (钢号、状态)	洛氏硬度标尺	实验规范		实验结果			
		压头	总载荷 (Kgf 或 N)	第 1 次	第 2 次	第 3 次	平均硬度值

5.3 维氏硬度测量

取 45 钢淬火态硬度试样一个，用维氏硬度计测量硬度值，将数据填入表 1-5 中。

表 1-5 维氏硬度实验结果

试验力 (N)	压痕对角线长 d (mm)			硬度值(HV)	平均硬度(HV)
	1	2	平均值		

6 实验数据处理及实验报告要求

- 1) 简述布氏、洛氏和维氏硬度试验原理。
- 2) 简述本次试验所用布氏硬度机的型号、选择试验条件的原则、操作规程和注意事项。

- 3) 简述本次试验所用洛氏硬度机的型号、选择试验条件的原则、操作规程和注意事项。
- 4) 简述本次试验所用维氏硬度机的型号、选择试验条件的原则、操作规程和注意事项。
- 5) 将各试样的硬度测量结果填入上述表中。

7 思考题

- 1) 洛氏硬度实验时为什么要先加初载荷?
- 2) 维氏硬度检测法为什么选择面角 136 度的角锥体?
- 3) 为什么维氏硬度测试不同的材料不需要更换压头?

06 金属材料冲击实验

一、实验目的

- 1、测定 45 钢淬火、45 钢正火、HT150 灰铸铁材料在常温冲击下的冲击吸收功 A_k 和冲击韧性 a_k 。
- 2、比较 45 钢正火和 45 钢淬火的冲击韧性。
- 3、对 45 钢淬火、45 钢正火和 HT150 灰铸铁的断口进行分析，理解断口的形貌特点，掌握断口形貌观察。
- 4、掌握冲击试验方法。

二、实验原理

材料在冲击载荷作用下，产生塑性变形和断裂过程中吸收能量的能力，称为材料的冲击韧性。用实验方法测定材料的冲击韧性时，是把材料制成标准试样，置于能实施打击能量的冲击试验机上进行的，并用冲断试样的冲击吸收功来衡量。

冲击试验机由摆锤、机身、支座、度盘、指针等几部分组成。实验时，将带有缺口的冲击试样安放于试验机的支座上，举起摆锤使它自由下落将试样冲断。若摆锤重量为 G ，冲击中摆锤的质心高度由 H_1 变成 H_2 ，势能的变化为 $G(H_1 - H_2)$ ，它等于冲断试样所消耗的功，即冲击中试样所吸收的功为 $A_k = G(H_1 - H_2)$ 。不同缺口试样测得的冲击吸收功分别记为 A_{kU} (U 型缺口试样) 和 A_{kV} (V 型缺口试样)。

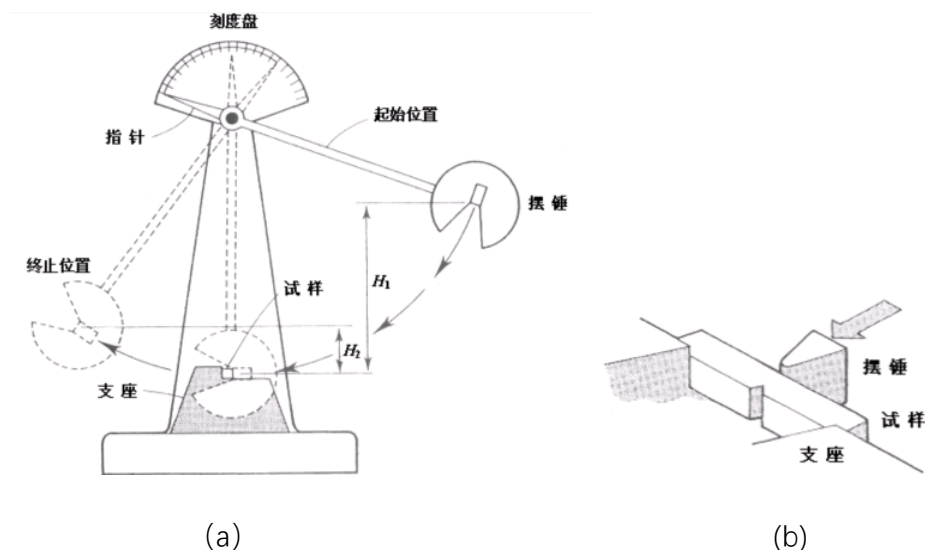


图 1 冲击实验的原理图

(a) 冲击试验机的结构图 (b) 冲击试样与支座的安放图

A_k 可由指针指示的位置从度盘上读出。 A_k 值越大,说明材料的抗冲击性能越好。用 A_k 去除以试样缺口处的截面积 F ,即可得到试样的冲击韧性,记做 $a_k=A_k/F$ 。 a_k 是一个综合的力学性能指标,它不仅和材料的强度和塑性有关,而且与试样的形状、尺寸和缺口形式等有关。 a_k 被视为抵抗冲击载荷作用的力学性能指标,用来评定材料的韧脆程度,作为保证机件安全设计的指标。

冲击试验的主要用途:

(1) 评价材料对大能量一次冲击载荷下破坏的缺口敏感性;

(2) 检查和控制材料的冶金质量和热加工质量;材料的内部缺陷和晶粒大小对 A_k 值有明显影响,因此可用冲击实验来检验材料质量,判定热加工和热处理工艺质量。

(3) 评定材料在高、低温条件下的韧脆转变特性。

冲击过程所消耗的能量,除大部分为试样断裂所吸收外,还有一小部分消耗于机座振动等方面,只因这部分能量相对较小,一般可以忽略。但它却随着实验初始能量的增大而加大,故对 A_k 值原本就较小的脆性材料,宜选用冲击能量较小的试验机。

三、实验仪器及材料

金属摆锤冲击试验机、游标卡尺

实验用材料:45 钢淬火、45 钢正火、HT150

冲击试样要求:本实验针对45 钢淬火和45 钢正火材料,采用GB/T 229—1994 标准规定的10mm×10mm×55mm V形缺口试样,针对HT150 材料,采用10mm×10mm×55mm 无缺口试样。冲击时,由于试样缺口根部形成高度应力集中,形成较多的能量,缺口的深度、曲率半径及角度的大小都对试样的冲击吸收功有影响。为保证尺寸准确,缺口应采用铣削、磨削加工,要求缺口底部光滑,无平行于缺口轴线的刻痕。试样的制备亦应避免由于加工硬化或过热而影响其冲击性能。

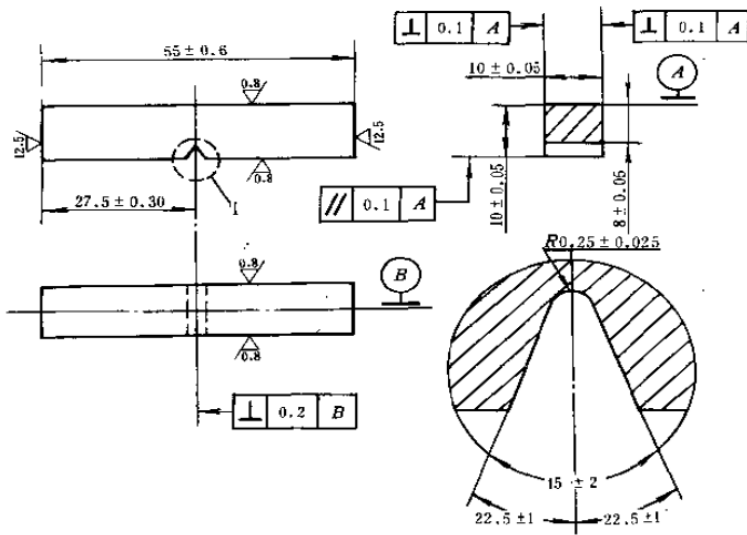


图2 V型缺口试样

四、实验步骤及注意事项

1、检查试样的形状、尺寸及缺口质量是否符合标准的要求；测量试件缺口处尺寸，测三次，取平均值，计算出横截面面积。

2、检查回零误差和能量损失：正式试验开始前在支座上不放试件的情况下“空打”一次：

- (1) 取摆：按“取摆”键，摆锤逆时针转动；
- (2) 退销：按“退销”键，保险销退销；
- (3) 冲击：按“冲击”键，摆锤靠自重绕轴开始进行冲击；
- (4) 放摆：按“放摆”键，保险销自动退销，当摆锤转至接近垂直位置时便自动停摆；
- (5) 清零：按“清零”键，使摆锤角度值复位为零。注意：必须在摆锤处于垂直静止状态时方可执行此动作。

第一次“空打”后显示屏上显示的空打冲击吸收功 N_1 即为回零误差，此值经校正后应不大于此摆锤标称能量值的 0.1%。

继续“空打”五次，记下第六次空打冲击吸收功 N_6 ，则摆锤在摆动中由于空气和摩擦阻力造成的能量损失为：

$$e = \frac{1}{10}(N_6 - N_1)$$

此值应不大于此摆锤标称能量值的 0.5%。

3、正式试验：按“取摆”键，摆锤逆时针转动上扬，触动限位开关后由挂摆机构挂住，保险销弹出，此时可在支座上放置试件（注意试件缺口对中并位于受拉边）。然后顺序执行以上“取摆”、“退销”、“冲击”、“放摆”动作。显示屏上将显示该试件的冲击吸收功，然后计算相应的冲击韧度。

实验注意事项：

- (1) 摆锤抬起后，严禁在摆锤摆动范围内站立、行走和放置障碍物。
- (2) 不带保险销的机动冲击试验机或手动冲击试验机，在安装试样前，最好先把摆锤用木块搁置在支座上，试样安装完毕再举摆。
- (3) 手动冲击试验机，当摆锤举到需要高度时，可听到销钉锁住的声音，为避免冲断销钉应轻轻放摆，在销钉未锁住前切勿放手。摆锤下落尚未冲断试样前，不应将控制杆推向制动位置。

五、实验数据记录及结果处理

表 1 试验数据记录

材料	截面尺寸		试件缺口处横截面积 $F(\text{cm}^2)$	冲击吸收功 $A_k(\text{N}\cdot\text{m})$	冲击韧度 $a_k = \frac{A_k}{F}$ ($\text{N}\cdot\text{m}/\text{cm}^2$)
	长 $a(\text{mm})$	宽 $b(\text{mm})$			

表 2 试样断口宏观形貌示意图

试样断口形貌示意图		
45 钢正火	45 钢淬火	HT150

[实验报告要求]

- (1) 简述冲击试验原理；
- (2) 简述本次冲击试验所用试验机型号、试样材料种类、试样尺寸及类型、操作规程和注意事项；
- (3) 标注每次试验的冲击吸收功，画图示意冲断试样的断口宏观形貌；
- (4) 分析影响冲击性能测定的主要因素。

[思考题]

- 1、为什么冲击试样要有缺口？怎样选择合适的缺口？
- 2、冲击韧性值 a_k 为什么不能用于定量换算，只能用于相对比较？
- 3、由 45 钢淬火、45 钢正火、HT150 的冲击试件断口形状及其测试结果，分析它们的机械性能有什么不同？

07 热处理炉、熔炼炉的参观实践

一、实验目的

- (1) 了解电阻炉和熔炼炉工作原理
- (2) 认识复合传热在工程实践中的应用，能对三种热传递方式的过程进行正确辨析
- (3) 弄清隔热保温技术在热处理炉及熔炼炉方面的综合应用

二、实验原理

电阻炉与熔炼炉都是以电流通过导体所产生的焦耳热为热源的电炉，通过电热元件将电能转化为热能，在炉内对金属进行加热。电阻炉和火焰比，热效率高，可达 50-80%，热工制度容易控制，劳动条件好，炉体寿命长，适用于要求较严的工件的加热，但耗电费用高。按传热方式，电阻炉分为辐射式电阻炉和对流式电阻炉。辐射式电阻炉以辐射传热为主，对流传热作用较小；对流式电阻炉以对流传热为主，通常称为空气循环电阻炉，靠热空气进行加热，炉温多低于 650℃。按电热产生方式，电阻炉分为直接加热和间接加热两种。在直接加热电阻炉中，电流直接通过物料，因电热功率集中在物料本身，所以物料加热很快，适用于要求快速加热的工艺，例如锻造坯料的加热。这种电阻炉可以把物料加热到很高的温度，例如碳素材料石墨化电炉，能把物料加热到超过 2500℃。直接加热电阻炉可作成真空电阻加热炉或通保护气体电阻加热炉，在粉末冶金中，常用于烧结钨、钼、铌等制品。采用这种炉子加热时应注意：①为使物料加热均匀，要求物料各部位的导电截面和电导率一致；②由于物料自身电阻相当小，为达到所需的电热功率，工作电流相当大，因此送电电极和物料接触要好，以免起电弧烧损物料，而且送电母线的电阻要小，以减少电路损失；③在供交流电时，要合理配置短网，以免感抗过大而使功率因数过低。大部分电阻炉是间接加热电阻炉，其中装有专门用来实现电-热转变的电阻体称为电热体，由它把热能传给炉中物料。这种电炉炉壳用钢板制成，炉膛砌衬耐火材料，内放物料。常用的电热体是铁铬铝电热体、镍铬电热体、碳化硅棒和二硅化钼棒。根据需要，炉内气氛可以是普通气氛、保护气氛或真空。一般电源电压 220 伏或 380 伏，必要时配置可调节电压的中间变压器。小型炉 (<10 千瓦) 单相供电，大型炉三相供电。对于品种单一、批料量大的物料，宜采用连续式炉加热。炉温低于 700℃ 的电阻炉多数装置鼓风机，以强化炉内传热，保证均匀加热。用于熔化易熔金属（铅、铅铋合金、铝和镁及其合金等）的电阻炉，可做成坩埚炉；或做成有熔池的反射炉，在炉顶上装设电热体。

三、实验步骤

- (1) 炉中放入待加热物件，确保电源关闭状态
- (2) 设置炉膛升温曲线级升温速率
- (3) 根据教师讲解实地动手设置炉膛各阶段升温曲线，升温速率不高于 10℃/min。
- (4) 待加热物件升温至设置温度，关闭电源，40min 后切断炉膛电源
- (5) 取出被加热物件，自然冷却

四、注意事项

- 1、注意升温速度。

- 2、注意炉内是否干净无杂物，确保炉内干净
- 3、检查仪表是否正常
- 4、轻拿轻放被加热物件，确保不要损坏炉体和物件

08 导热系数的测定

本实验测定平板材料的导热系数，总结影响材料导热系数的因素及规律。

一、实验目的

- (1)巩固和深化稳定导热过程的基本理论，学习用稳态平板法测定绝热材料导热系数的实验方法和实验技能
- (2)测定试验材料的导热系数；
- (3)确定试验材料导热系数与温度的关系

二、实验原理

导热系数是表征材料导热能力的物理量。对于不同的材料，导热系数是不同的；对于同一材料，导热系数也会随着温度、压力、湿度、物质的结构和重度等因素而变化。各种材料的导热系数都用实验的方法来测定。稳态平板法是一种应用一维稳态导热过程的基本原理来测定材料导热系数的方法，可以用来进行导热系数的测定实验，以测定材料的导热系数及其与温度的关系。

本实验装置是根据在一维稳态情况下，通过平板的导热量 Q 与平板两面的温差 Δt 及导热系数 λ 成正比、与平板厚度 δ 成反比的关系来设计的。

通过薄壁平板(壁厚小于 1/10 壁长和壁宽)的稳定导热量为：

$$Q = \frac{\lambda}{\delta} \Delta t A$$

测定平板两面的温差 $\Delta t = t_R - t_L$ (t_R 、 t_L 分别为平板上、下面温度)，平板厚度 δ 、垂直于热流方向的导热面积 A 和通过平板的热流量 Q 以后（由于实验装置为双试件型，通入一定的电压 U 和电流 I 后，电加热器产生的热量向上、下两个试件传导，所以 $Q_1 = Q_2 = W/2 = U \cdot I/2$ ），就可以根据下式得出导热系数

$$\lambda = \frac{Q \delta}{\Delta t A}$$

三、实验步骤

(1)将两个平板试件仔细地安装在加热器的上下面，试件表面应与铜板严密接触，不应存在空隙。待试件、加热器和水套等安装入位后，应在上面用一定的重物加压，以使它们之间均能紧密接触。

(2)连接并仔细检查各接线电路。将主加热器的两个接线端用导线接至主加热器电源；而两个辅助加热器经两两并联后再连接成串联电路(试验台上已连接好)，并连接到辅助加热器电源上。电压表和电流表(或电功率表)应按要求接入电路。

(3)检查冷却水水泵及其通路能否正常工作、各热电偶是否正常完好。

(4)接通加热器电源并调节到合适的电压，开始加温。在加温过程中，可通过对各测温点的测量来控制 and 了解加热情况。开始时，可待试件的热面温度达到一定水平后再启动水泵(或接通自来水)，向上下水套通入冷却水。实验经过一段时间后，试件的热面温度和冷面温度开始趋于稳定。在这个过程中可以适当调节主加热器电源和辅助加热器电源的电压(一般电压相等)，使其更快或更利于达到稳定状态。待温度基本稳定后，就可以每隔一段时间进行一次电功率形(或电压 U ，和电流 I)读数记录和温度测量，从而得到稳定的测试结果，取实验进入稳定状态后的连续三次稳定结果的平均值作为实验数据。

(5)一个工况实验完毕后，可以将实验装置调到另一工况，即调节主、辅加热器功率后再按上述方法进行测试，得到另一工况下的稳定测试结果。调节的电功率不宜过大，一般5-10W为宜

(6)根据实验进行多次工况的测试(工况以从低温到高温为宜)。

(7)测试结束后，先切断加热器电源，经过10min左右再关闭水泵(或停放自来水)。

四、实验数据记录

实验数据记录表

试验材料：	试样外形尺寸：
试件导热面积：	试件厚度 δ ：
室温：	冷却水温：

工况	$t_R/^\circ\text{C}$	$t_f/^\circ\text{C}$	U/V	I/A
1				
2				
3				

五、注意事项

- 1、注意升温速度。
- 2、导线的连接方向不错误

09 板带钢冷轧及轧制质量控制

计划学时：8 学时

通过对实验轧机的调整，按要求完成轧制后检测轧制后板材的质量并分析，提高学生的动手和分析解决问题的能力。

【实验目的】

- 1、学会对轧机进行调整及轧制
- 2、完成轧制及检测轧制后板材的质量分析

【实验原理】

冷轧板的板形不良，大致可分边部波浪、中间波浪和单侧条形波浪三种。影响冷轧钢板形状的因素有：

1、原板的影响：包括板厚波动，硬度波动、原板形状等。

2、冷轧本身的影响：冷轧本身的影响因素有轧辊凸度(包括热凸度)、轧辊磨损、轧制力、轧制温度、轧制润滑等。

在实际操作中，主要通过调整轧辊凸度来控制由上述各种因素引起的带钢形状的变化。一般地说，轧辊凸度是用凸度值即轧辊中部和端部的直径差表示。轧制中的综合凸度是指初期的机械凸度、热凸度、轧制力和用弯辊机给与轧辊弯曲等综合起来的凸度。

由于这种凸度是否合适，能使带钢的形状发生变化，在实际操作中以下列的要领控制形状。1、选定轧辊的最佳机械凸度。

2、控制轧制中的轧辊冷却。轧制时的变形热使轧辊的机械凸度发生很大变化，这种热凸度通过调整轧制油和冷却水进行控制。

3、调整轧辊挠度(凸度控制)。在轧辊凸度的控制中，为提高其灵敏度，对工作辊进行液压强制性弯曲，这种方法叫作轧辊预弯。

4、轧制力的调节。通过控制轧制力来调整轧辊的挠曲量，也是常用的控制形状的方法。轧辊的最佳机械凸度（轧辊原始凸度）常根据经验确定。它主要考虑轧制力产生的挠度（+）、热凸度（-）、轧辊磨损（+）等因素。标准轧辊原始凸度曲线为抛物线，需专用数控磨床加工。在实际使用中也将辊面磨成梯形。辊身中间圆柱的宽度，根据所轧带钢的宽度的不同有所不同。一般圆柱段的宽度过宽以及带钢宽度之比愈大，轧后的横断面厚度差愈大。而圆柱段太窄时，轧制时轧件不稳定。辊型磨损也增大，因此在实际生产中，轧辊中间的中平段其宽度一般控制在所轧带钢宽度的 1/4 ~ 1/3 左右。随着带钢宽度的增加，中平段的宽度将超过这个范围，即轧制带钢愈宽，中平段宽度愈大。

【实验设备/仪器/装置】

1. 实验材料：普板，尺寸：4.0×80×700mm；
2. 实验设备仪器：

(1) $\phi 250 \times 300$ 四辊可逆实验轧机 (2) 千分尺 (3) 表面粗糙度测量仪器 (4) 电子显微镜

【实验方法及步骤】

1. 认真听取教师对轧钢机调整的讲解,在老师的带领下运行轧机, 观看轧机的工作状况
2. 轧制前必须将轧辊表面擦拭干净, 辊面处于干燥状态 (干润滑剂)
3. 按设定的实验方法对板材进行轧制, 并测出每次轧制时的相关数据
4. 对每次轧制结果进行精细测量, 做好记录, 分析原因并提出修改办法
5. 重复轧制直到轧制完成

【实验注意事项及安全操作规程】

1. 实验前听从老师安排, 进行操作安全教育;
2. 严格按照轧钢实验室操作规程进行操作。

【实验结果的处理】

通过多道次的轧制, 测出每次轧制时的轧后数据。对前面轧制数据进行分析, 提出修定的办法后再进行下一个道次的轧制。

【实验报告要求】

- 1、详细记录每道次轧制的数据并分析原因
- 2、提出修定的轧制数据。
- 3、对实验数据比较分析, 在轧制过程中如何控制板材轧制的质量。

思考题

1. 如何控制板材轧制的质量
2. 板材的质量标准有哪些

10 类零件选材及热处理综合实验

计划学时：8 学时

根据轴类零件的服役条件（工作状态），选择其材料（查阅所选材料的化学成分、热处理临界温度。）画出该零件的热处理工艺曲线，标明热处理技术要求。实施热处理工艺过程，对试样进行金相组织观察和硬度测试，对实验效果进行判断是否满足预期的使用性能要求。

一、实验目的

- 1、了解轴类零件选材原则
- 2、掌握轴类零件热处理工艺
- 3、绘制热处理工艺曲线
- 4、学会金相组织的观察和分析

二、实验原理

轴类零件选材原则

2.2.1 轴的工作条件

大多数轴的工作条件为：

- (1) 传递扭矩，受交变扭转载荷，往往还受交变弯曲应力；
- (2) 轴颈承受较大的摩擦；
- (3) 大多承受一定的过载或冲击载荷。

2.2.2 轴的失效形式

根据工作特点，轴类零件主要的失效形式有以下几种：

(1) 疲劳断裂。由交变载荷长期作用造成疲劳断裂，主要是扭转疲劳，也有弯曲疲劳。这是最主要的失效形式。

(2) 断裂失效。由于受过载或冲击载荷的作用，造成轴折断或扭断。

(3) 磨损失效。轴颈或花键处的过度磨损使形状、尺寸发生变化。

2.2.3 对轴用材料性能的要求

根据轴的工作条件和失效形式，对轴用材料提出如下要求：

- (1) 高的疲劳强度，防止疲劳断裂；

(2) 良好的综合力学性能，为减少应力集中效应和缺口敏感性，以防止冲击或过载断裂，需要轴的强度和塑性、韧性有良好配合；

(3) 良好的耐磨性，以防止轴颈磨损。

2.2.4 轴类零件常用材料

为了兼顾强度和韧性，同时考虑疲劳抗力，轴类零件一般常选用下列三种材料：

(1) 调质钢的选用。针对调质钢，根据具体的工作条件可分为三种情况。受力较小、精度要求不高、冲击载荷不大的轴，例如，C620、CW61100 等的主轴用材，一般选用碳素钢（如 45 钢）；而同时承受轴向和弯扭交变载荷，精度要求较高，又承受一定冲击的较重要的轴，例如，C6132 车床主轴、M7475B 磨床砂轮主轴等的选材，可选用合金调质钢（如 40Cr、40MnB）；对承受较高交变载荷、冲击载荷，受强烈摩擦，转速高，精度要求高的重要轴，如 T4240A 坐标镗床主轴、C21506 多轴自动车床中心轴、T68 镗杆等零件，可选用渗氮调质钢（如 38Cr Mo Al），这类材料要先进行调质后再做渗氮处理，以满足使用性能的要求。

(2) 渗碳钢的选用。对承受较重交变载荷、冲击载荷和强烈摩擦的轴，例如，Y236 刨齿机、Y58 插齿机主轴、SG8030 精密车床主轴，可选用合金渗碳钢（如 20Cr、20CrMnTi），这类钢经渗碳、淬火、回火处理，以保证使用性能。

(3) 合金工具钢或滚动轴承钢的选用。对承受中等或重载荷，冲击载荷较小，精度要求很高，轴颈部分有更高耐磨性要求的轴，如 MQ1420\MB1432A 磨床砂轮主轴，可选用合金工具钢或滚动轴承钢（如 9Mn2V、GCr15）。这些轴经调质后，轴颈和方头处局部淬火，以保证使用性能。

轴类零件热处理工艺

(1) 调质钢所生产的轴

一般工艺路线为：下料→锻造→正火→粗加工→调质→精机加工→轴颈高频淬火及低温回火→磨削。

如，C620 车床主轴选用 45 钢。正火：840-860℃，空冷，≤229HB。调质：820-840℃水淬，550-580℃回火，220-250HB。轴颈表面淬火：860-900℃（水淬），160-250℃回火，46-54HRC。

H155B 外圆磨床砂轮架主轴，材料为 38CrMoAl。调质要求硬度 250-280HB，渗氮层表面硬度 ≥900HV，渗氮层深度 0.4-0.55mm。

退火：840-870℃保温 5h，炉冷至 550℃出炉空冷。

调质：930-950℃保温 3h，淬油冷透；高温回火 620-650℃保温 5h 后空冷。

去应力：装炉温度 ≤350℃，升温速度 ≤50℃/h，620-650℃保温 10-12h，炉冷至 350℃出炉空冷，冷却速度 ≤30℃/h。

渗氮：500-510℃保温 25h（氨分解率 18%-25%），510-520℃保温 25h（氨分解率 40%-50%），退氮 2h（氨分解率 ≥80%），炉冷至 ≤150℃，出炉空冷。当渗氮层脆性大于 3 级时，必须进行 400℃保温 6h 的消除脆性处理。

(2) 渗碳钢所生产的轴

一般工艺路线为：下料→锻造→正火→粗加工→渗碳→淬火及低温回火→磨削。

例如 Y7163 齿轮磨床主轴选用渗碳钢：20Cr MnTi。正火：950-970C°，空冷。渗碳、淬火：910-940C°渗碳，820-840C°油淬，160-200C°回火。表面硬度：≥59HRC。

M1350 万能外圆磨床头架主轴，材料为 20Cr，要求渗碳深度 0.9-1.4mm，淬火后表面硬度 59-64HRC，径向跳动≤0.25mm。气体渗碳：930C°保温 6.5h 渗碳后，炉冷至 650C°出炉空冷。

盐浴炉淬火：790C°保温 25min，淬盐水 8s 后转入油冷。回火：160C°保温 8h 后空冷。

(3) 工具钢或滚动轴承钢所生产的轴

一般工艺路线为：下料→锻造→球化退火→粗加工→调质→精机加工→表面淬火及低温回火→磨削。

如 MB1432A 磨床砂轮主轴选用 9Mn2V 钢。球化退火：760C°，炉冷至 500C°以下出炉空冷，硬度≤195HB。调质：800C°，油淬，650-700C°回火。硬度为：22-26HRC。局部淬火：840-860C°油淬，160-200C°回火。表面硬度≥50HRC。

三、实验仪器设备及材料

3.1 实验仪器设备

- (1) 光学金相显微镜 10 台、高温显微镜 1 台、数字显微镜 2 台。
- (2) 箱式加热炉 2 台。
- (3) 淬火水槽和油槽各 1 个。
- (4) 石棉手套 2 双，钢夹钳子 2 把
- (5) 金相制备设备
- (6) 硬度测试机

3.2 实验材料/试样

试样若干：C620 车床主轴选用 45 钢若干；H155B 外圆磨床砂轮架主轴材料 38CrMoAl；Y7163 齿轮磨床主轴选用渗碳钢 20CrMnTi 若干；MB1432A 磨床砂轮主轴选用 9Mn2V 钢若干；实验材料包括金相砂纸、4%硝酸酒精、吹风机、脱脂棉、镊子、量筒等。

四、实验步骤及方法

(1) 根据指导教师设定的使用性能选择材料，查找部分常用轴钢的热处理规范及力学性能表，对热处理工艺过程进行设计并完成热处理过程。学生按照表 1 的热处理工艺条件进行处理，并测试热处理前后试样的硬度。

表 1 试样的材料及热处理工艺

编号	材料	热处理工艺
A	渗氮后的 20CrMnTi	820-840C°油淬，160-200C°回火；表面硬度≥59HRC

B	45 钢	调质：820-840°C水淬，550-580°C回火，220-250HB。轴颈表面淬火：860-900°C（水淬），160-250°C回火，46-54HRC。
C	9Mn2V	球化退火：760°C，炉冷至500°C以下出炉空冷，≤195HB。调质：800°C，油淬，650-700°C回火。硬度为：22-26HRC。局部淬火：840-860°C油淬，160-200°C回火。表面硬度：≥50HRC。
D	38CrMoAl	调质：930-950°C保温3h，淬油冷透；高温回火620-650°C保温5h后空冷。调质要求硬度250-280HB，渗氮层表面硬度≥900HV

(2) 对热处理后的试样进行金相组织观察。

(3) 分析热处理后试样是否满足了教师设定的使用性能，如果不能，需分析原因。

五、实验注意事项及安全操作规程

(1) 为了保证人身安全，学生在实验前应接受安全教育，学习实验室的安全规章制度。

(2) 开启加热炉的炉门，装入或取出试样时；应确保加热炉处于断电状态，以免触电。

(3) 应带上石棉手套用夹钳装入或取出试样，以免烫伤。

(4) 试样加热时应尽量靠近热电偶端点附近，以保证热电偶测出的温度与试样温度基本一致。

(5) 当试样颜色和炉膛颜色一致时，开始计算保温时间。

(6) 保温时要注意温度控制仪表是否正常，以免跑温或升温速率太慢；发现问题应及时向老师报告。

(7) 淬火冷却时，要用夹钳将试样夹紧，动作迅速；试样进入冷却介质后要不断搅动，但试样不能暴露在冷却介质的液面之上。

六、实验数据处理及实验报告要求

(1) 画出各金属试样的热处理工艺曲线。

(2) 示意画出组织图（注明材料、热处理工艺、浸蚀剂、组织、放大倍数）。

(3) 分析元素 C、Cr、Mn、Ti、V、Mo、Al 对 45 钢、20CrMnTi、9Mn2V 及 38CrMoAl 淬火工艺制定的影响。

(4) 若试样制备效果不理想，分析原因。

思考题

轴类零件选材的基本原则？

热处理工艺对材料力学性能的影响？

11 合金零件固溶时效处理

计划学时：8 学时

对实验室提供的铸造铝合金固溶时效热处理进行理论分析，确定热处理工艺，步骤，了解注意事项，根据设计数据完成热处理过程，对热处理前后的铝合金试样进行金相组织观察和硬度测试，对实验效果进行判断是否达到预期使用性能要求。

【实验目的】

- 1.掌握铝合金热处理原理，目的，工艺。
- 2.了解热处理对铝合金性能（硬度）的影响。

【实验内容】

- 1.对实验室提供的铸造铝合金的成分和使用性能分析设计相应的热处理工艺，并画出热处理工艺图；
- 2.根据热处理工艺设计完成试样的热处理；
- 3.制备金相试样并进行显微组织观察分析和硬度测试分析；
- 4.对实验效果进行判断是否达到预期性能。

【实验原理】

1.热处理的目的

铝合金铸件热处理的目的是提高力学性能和耐腐蚀性能，稳定尺寸，改善切削加工和焊接等加工性能。因为许多铸态铝合金的力学性能不能满足使用要求，除 Al-Si 系的 ZL102，Al-Mg 系的 ZL302 和 Al-Zn 系的 ZL401 合金外，其余的铸造铝合金都要通过热处理来进一步提高铸件的力学性能和其它使用性能，具体有以下几个方面：1) 消除由于铸件结构（如壁厚不均匀、转接处厚大）等原因使铸件在结晶凝固时因冷却速度不均匀所造成的内应力；2) 提高合金的机械强度和硬度，改善金相组织，保证合金有一定的塑性和切削加工性能、焊接性能；3) 稳定铸件的组织尺寸，防止和消除高温相变而使体积发生变化；4) 消除晶间和成分偏析，使组织均匀化；5) 提高力学性能。

铝合金铸件的热处理就是选用某一热处理规范，控制加热速度升到某一相应温度下保温一定时间以一定得速度冷却，改变其合金的组织，其主要目的是提高合金的力学性能，增强耐腐蚀性能，改善加工型能，获得尺寸的稳定性。

2. 铝合金热处理特点

对于含碳量较高的钢，经淬火后立即获得很高的硬度，而塑性则很低。然而对铝合金并不然，铝合金固溶处理后，强度与硬度并不立即升高，至于塑性非但没有下降，反而有所上升。但这种固溶处理后的合金，放置一段时间（如4~6昼夜后），强度和硬度会显著提高，而塑性则明显降低。固溶处理后铝合金的强度、硬度随时间增长而显著提高的现象，称为时效。时效可以在常温下发生，称自然时效，也可以在高于室温的某一温度范围（如100~200℃）内发生，称人工时效。

3. 铝合金热处理工艺

3.1 固溶处理

铝合金加热温度、保温时间、冷却方式按下表1选择：

表1. 固溶处理工艺参数

合金种类	加热温度 C°	保温时间 h	冷却方式
6061	530±5	0.5	自来水
2024	495±5	0.5	自来水
7075	470±5	2~8	自来水

注：选择加热温度时应考虑所采用的加热设备和装炉方式、装炉量。

3.2 时效

铝合金加热温度、保温时间、冷却方式按下表2选择：

表2. 时效处理工艺参数

合金种类及状态	加热温度 C°	保温时间 h	冷却方式
6061（固溶态）	175±5	4~8	空冷至室温
2024（固溶态）	160±5	4~8	空冷至室温
7075（固溶态）	125±5	10~30	空冷至室温

注：以上工艺仅供参考，具体实验工艺要根据相关专业教材或工艺手册中查询确定。

【热处理设备的技术要求与淬火介质】

1. 热处理设备的主要技术要求

1) 由于铝合金淬火和时效温度温差范围不大（因其淬火温度接近合金内低熔点共晶成分的熔点），故其炉内的温度差应控制在±5℃；

- 2) 要求测温、控温仪表灵敏、准确，以确保温度在上述误差范围内；
- 3) 炉内各区的温度应均匀，差别在 1-2C°的范围内；
- 4) 淬火槽有加热装置和循环装置，保证水的加热和温度均匀；
- 5) 应定期检查并更换已污染的冷却水。

2.淬火介质

淬火介质是保证实现各种热处理目的或作用的重要因素。淬火介质的冷却速度越高，铸件冷却的越激烈（快），金属组织中 α 固溶体的过饱和程度越高，铸件的力学性能也就越好，因为大量的金属间化合物等强化相被固溶到 Al 的 α 固溶体中去了。淬火介质按其对铸件的冷却速度的快慢依次为：干冰和丙酮的混合物（-68C°）、冰水、室温的水、80-90C°的水、100C°的水、经雾化过的水、各种油（菜籽油等）、加热到 200-220C°的各种油、空气等。

【工艺要求】

- 1) 铝合金零件固溶处理加热要求热炉装料，随炉升温（不大于 100C°/h）。
- 2) 采用井式电阻炉加热时，零件应装在专用的装料筐内，零件之间应保持一定的间距，以保证空气的流动。对采用箱式气流循环炉加热时，零件之间距离应保持 50mm。
- 3) 零件应有秩序的排放，防止因放置不当造成零件的变形或对螺纹、牙型造成损伤。
- 4) 淬火时零件从加热炉到淬火槽时间间隔应不超过 15S，淬火液应保持强制循环流动，以保证零件能快速、均匀的冷却。零件在淬火液中停留时间最少不得小于 2min。
- 5) 淬火过程中不允许零件露出淬火液面。
- 6) 固溶淬火后应立即进行时效处理，最长停留时间间隔不允许超过 2h。

思考题

简单说明热处理固溶与时效过程中元素或相的演变过程。

简单说明热处理固溶与时效后材料性能发生变化的机理。

12 弹簧类零件选材及热处理

计划学时：8 学时

对弹簧类零件的工作环境进行分析，并在实验室所能提供试样的钢种范围内进行选材，根据零件的使用性能、含碳量、其他合金元素量、铁碳合金平衡相图分析和设计相应的热处理工艺，确定热处理具体步骤和温度，根据设计数据完成热处理过程，对试样进行金相组织观察和硬度测试，对实验效果进行判断是否满足预期的使用性能要求。

一、实验目的

1. 能够运用金属材料知识解决生产实际中关于零件选材一般性工程问题。
2. 能够运用热处理相关知识分析和解决生产实际中关于零件热处理工艺制定和实施的一般性工程问题。

二、实验原理

1、弹簧及性能要求

弹簧是机械和仪器上的重要部件，应用非常广泛。弹簧主要有板簧、螺旋弹簧和其他弹性元件。弹簧的主要作用是储能减振，它一般是在动负荷下工作，即在冲击、振动或长期均匀的周期改变应力的条件下工作，它起到缓和冲击力，使与它配合的零部件不致受到冲击而早期破坏。例如，在各种汽车、机车等车辆上广泛使用的板簧与螺旋弹簧可起到缓和冲击力的作用，使车辆平稳行驶，延长车辆的寿命。

板簧主要承受弯曲载荷，主要的失效形式为疲劳破坏；螺旋弹簧根据它的不同用途有压簧、拉簧和扭簧等，主要是承受扭转应力，其主要的失效形式也为疲劳破坏。弹簧的另外一种常见的失效形式是弹性减退，即弹簧材料长期在动、静载荷作用下，在室温发生塑性变形和弹性模量降低的现象。随着弹簧设计的高应力化，弹性减退失效问题已受到极大的重视。

2、弹簧的选材

普通常用的弹簧材料是碳素钢或低合金钢弹簧钢，碳素钢碳含量在 0.60% ~ 1.05%（质量，下同）范围；低合金弹簧钢碳含量在 0.40% ~ 0.74% 范围。常加入硅、锰、铬、钒等合金元素，铬和锰主要是提高淬透性，硅提高弹性极限，钒提高淬透性和细化晶粒。为保证弹簧有高的疲劳寿命，要求钢的纯净度高，非金属夹杂物少，表面质量高。

硅锰弹簧钢是同时加入硅、锰，能显著强化基体铁素体，大为提高了钢的弹性极限，屈强比可达到 0.8 ~ 0.9，而且疲劳强度也有显著提高。硅、锰元素的共同作用提高了钢的淬透性，硅还有效地提高了回火稳定性。硅促进脱碳倾向，锰增大了钢过热敏感性，但是两者复合加入后，硅锰钢的脱碳和过热敏感性较硅钢、锰钢为小。常用的硅锰弹簧钢有 55Si2Mn、60Si2Mn、55SiMnVB 等，主要用于机车车辆、汽车、拖拉机上的板簧、螺旋弹簧，汽缸安全阀弹簧及其他高应力下工作的重要弹簧。

铬合金弹簧钢是钢中含有 1%（质量）左右的铬元素，如 50CrVA、60Si2CrVA 等。铬能提高钢的淬透性和弹性极限，但促进回火脆性。钒能细化组织，减少过热敏感性，提高回火稳定性，从而提高

了钢的强度和韧度。50CrVA 钢在 500 ~ 550°C 回火后仍有高的强度，在高温下工作性能比较稳定，所以常用来制造受应力较高的螺旋弹簧及在 300°C 以下温度工作的阀门弹簧与活塞弹簧等。

3、弹簧类热处理

常用弹簧钢的热处理规范及力学性能见表 1。

表 1 部分常用弹簧钢的热处理规范及力学性能

钢 号	热处理工艺			力学性能 \geq			
	淬火温度/°C	冷却剂	回火温度/°C	σ_b /MPa	σ_s /MPa	δ_{10} /%	ψ /%
65	840	油	500	980	784	9	35
65Mn	830	油	540	980	784	8	30
55Si2Mn	870	油	480	1274	1176	6	30
55SiMnVB	860	油	460	1372	1225	5	30
60Si2MnA	870	油	440	1568	1372	5	20
60Si2CrVA	850	油	410	1862	1666	6(δ_5)	20
50CrVA	850	油	500	1274	1127	10(δ_5)	40
60CrMnA	830~860	油	460~520	1225	1078	9(δ_5)	20

三、实验材料/试样

试样的材料、状态以及制样时用的浸蚀剂列于表 2。

表 2 试样的材料、状态以及制样时用的浸蚀剂

编号	材料	状态	浸蚀剂
1	65Mn	退火	3%硝酸酒精溶液
2	50CrVA	退火	2%硝酸酒精溶液

四、实验方法及步骤

1. 根据指导教师设定的使用性能选择材料，查找部分常用弹簧钢的热处理规范及力学性能表，对热处理工艺过程进行设计并完成热处理过程。

2. 对热处理后的试样进行金相组织观察和硬度测试。

3. 分析热处理后试样是否满足了教师设定的使用性能，如果不能分析原因。

五、实验报告基本要求

1. 复习或学习金属学及热处理等教材中与零件选材及热处理设计有关的章节或有关文献资料。在此基础上撰写实验报告。

2. 所写实验报告符合实验报告的基本规范，结构完整，实验结果记录准确、齐全，配以必要的图表，且图表中标注规范。

3. 热处理工艺过程设计时，需说明热处理工艺的目的、加热温度，保温时间、冷却或淬火方式、工艺曲线。金相测试后需分析说明热处理后的材料组织（如马氏体、奥氏体）。

4. 硬度测量部分在报告测量结果的同时要注明所用硬度计型号、测量方法。晶粒尺寸测量部分同样要说明所用测量方法、测量误差分析情况。

5. 分析讨论部分要紧结合本实验所得结果进行，应注意不得随意撰写超出本实验结果所得结论的内容。

思考题

1. 简单说明热处理过程中相的演变和组织的演变。

13 TG-DSC 热分析

(4 学时)

预习要求：

- 1、课前必须认真阅读实验指导教材，了解实验要点（包括实验目的、内容及原理、实验方法、使用仪器、实验步骤、注意事项等）；
- 2、认真撰写预习报告，预习报告使用学校统一印制的预习报告纸，无预习报告不允许做实验；
- 3、严禁抄袭报告，对抄袭报告的同学，除责成该同学写出深刻检查外，必须重新撰写报告。

一、实验目的

- (1) 了解综合热分析仪 (DSC/DTA-TG) 的组成及各部分的功能。要求学生认识综合热分析仪的各部件，掌握各部件的基本功能。
- (2) 了解 DSC/DTA-TG 基本原理，加深理解综合热分析仪的原理和应用。要求学生利用课堂所学的综合热分析仪的基本原理，结合实验仪器有更进一步的了解，并能够应用到实践中去。
- (3) 掌握利用综合热分析仪研究材料热稳定性的方法。掌握综合热分析仪测试材料的步骤以及方法，并能够对测得的曲线进行正确的分析。
- (4) 掌握 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 脱除结晶水温度的测定，并绘制相应曲线。

二、实验内容

使用 STA-449C 综合热分析仪检测 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的差热和热重曲线，观察样品三次脱除结晶水的过程。

三、实验原理

热分析是物理化学分析的基本方法之一。综合热分析研究物质在加热过程中发生相变或其他物理化学变化时所伴随的能量、质量和体积等一系列的变化，可以确定其变化的实质。DSC 和 DTA 研究物质在加热过程中内部能量变化所引起的吸热或放热效应，TG 则是测定物质质量变化与温度的关系。

1、差热分析 (DTA) 原理

(1) 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

$$\Delta T = T_s - T_r (T \text{ 或 } t)$$

式中： T_s ， T_r —分别代表试样及参比物温度； T —程序温度； t —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：样品支持器；程序控温炉子；记录器；检测差热电偶产生的热电势的检测器和测量系统；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 $T_s - T_r (\Delta T)$ 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，试样才能恢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。DTA 原理如图 1 所示：

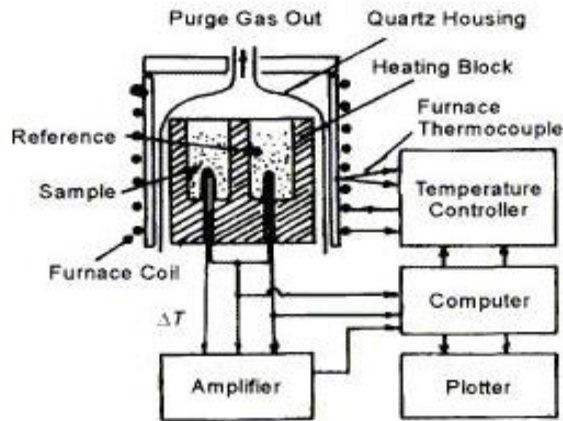


图 1 DTA 原理示意图

(2) 影响 DTA 测定的因素

DTA 曲线的峰形、峰位、峰面积等会受到试样质量、热传导率、比热容、粒度、填充程度，以及周围气氛和升温速率等因素的影响。因此，要获得良好的再现性结果，对上述各点必须十分注意。通常升温速率增大，峰值的温度向高温方向偏移；峰形变得尖锐，但峰的分辨率降低，两个相邻的峰会重叠在一起，从而影响曲线的分析。

(3) DTA 的应用

在热分析中，差热分析是使用最早，应用较广和研究较多的一种分析方法，其主要应用为：

①研究结晶转变，二级转变；②追踪熔融，蒸发等相变过程；③用于分解、氧化还原、固相反应等研究。

2、差示扫描量热分析（DSC）原理

由于 DTA 测量的是样品和基准物的温度差，试样在转变时热传导的变化是未知的，温差与热量变化比例也是未知的，其热量变化的定量性能不好。在 DTA 基础上增加一个补偿加热器而成的另一种技术是差示扫描量热法，简称 DSC（Differential Scanning Calorimetry）。因此 DSC 直接反映试样在转变时的热量变化，便于定量测定。

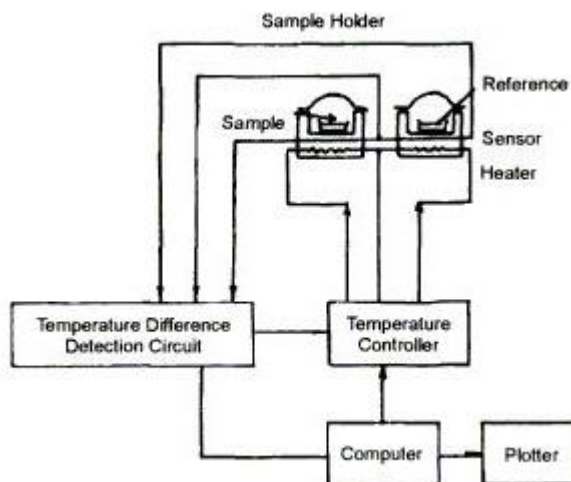
示差扫描量热分析法（DSC）是在程序控制温度下，测量输入到试样和参比物的功率差与温度之间关系的一种技术，试样和参比物分别由单独控制的电热丝加热，根据试样中的热效应，可连续调节这些电热丝的功率，用这种方法使试样和参比物处于相同的温度下，达到这个条件所需的功率差作为纵坐标，系统的温度参数作为横坐标，一起由记录仪进行记录。

根据测量方法的不同，又分为两种类型：热流型 DSC 和功率补偿型 DSC。DSC 的主要特点是使用的温度范围比较宽，分辨的能力高和灵敏度高。

(1) 热流型 DSC (heat-flux differential scanning calorimeter)，即一般所指的商业化定量 DTA。在给予样品和参比品相同的功率下，测定样品和参比样品两端的温差 ΔT ，然后根据热流方程，将 ΔT （温差）换算成 ΔQ （热量差）作为信号的输出。在定量 DTA 中，在控温条件下，试样和参比间的温差作为时间或温度的函数测定，温差与热流（试样端与热敏板之间）呈比例关系；样品支持器的构造有别于经典

DTA 设置，热电偶位于试样和参比支持器底部，另外有一套热电偶测量炉子和热敏板的温度。试样的相变引起吸热或放热，改变流经热敏板的热流；热流的差异导致热敏板和炉子之间的温差的增量；热敏板的热容作为温度的函数在制造过程由绝热量热法测定，藉由由温度增量的波动评价转变的焓变。定量 DTA 的路子设计通常较大，一些设计操作温度范围常大于 1000 K，铂或氧化铝材料的样品支持器，操作温度上限约至 1500 K。

(2) 功率补偿型 DSC (Power Compensation Differential Scanning Calorimetry)，在样品和参比始终保持相同温度的条件下，测定为满足此条件样品和参比两端所需的能量差，并直接作为信号 ΔQ (热量差) 输出。功率补偿性的构造原理有别于上述的 DTA，基于动态零位原理—提供功率补偿，保证体上面；一个热阻持器底部相变而引为 0.01 间或温度容呈比例率补偿性示意图如



于上述的 DTA，基于动态零位原理—提供功率补偿，保证体上面；一个热阻持器底部相变而引为 0.01 间或温度容呈比例率补偿性示意图如

3、热重分析 (TG) 原理

热重法是对试样的质量随以恒定速度变化的温度或在等温条件下随时间变化而发生的改变量进行测量的一种动态技术，在热分析技术中热重法使用最为广泛，这种研究是在静止的或流动着的活性或惰性气体环境中进行的。

热重法通常有下列两种类型：等温热重法—在恒温下测定物质质量变化与时间的关系；非等温热重法—在程序升温下测定物质质量变化与温度的关系，后一种方法应用较为广泛。

热重法所用仪器称为热重分析仪或热天平，其基本构造是由精密天平和线性程序控温的加热炉所组成，热天平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：

①变位法，主要利用质量变化与天平梁的倾斜成正比关系，当天平处于零位时位移检测器输出的电讯号为零，而当样品发生重量变化时，天平梁产生位移，此时检测器相应的输出电讯号，该讯号可通过放大后输入记录仪进行记录。

②零位法，由重量变化引起天平梁的倾斜，靠电磁作用力使天平梁恢复到原来的平衡位置，所施加的力与重量变化成正比。当样品质量发生变化时，天平梁产生倾斜，此时位移检测器所输出的讯号通过调节器向磁力补偿器中的线圈输入一个相应的电流，从而产生一个正比于质量变化的力，使天平梁复位到零。输入线圈的电流可转换成电压讯号输入记录仪进行记录。

四、实验仪器设备及材料

1、材料

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (分析纯)、坩埚

2、实验设备及参数条件

(1) 德国耐弛 STA449C 综合热分析仪

①主要技术参数：

带电磁负荷补偿的微量天平，样品质量（含坩埚）5 g，分辨率 0.1 μg 。

带铈加热器的高温管炉，温度范围：25~1650 $^{\circ}\text{C}$ 。

加热容量：2000 W

温度控制器： ± 0.01 K

升温速率：0~50 K/min

气流控制：2 路吹扫，1 路保护，带流量计，5~190 mL/min

②主要功能及应用领域：

研究材料的 DSC、TG、熔融过程、结晶温度、结晶度、固化、相变与相变热、纯度、玻璃化温度、分解过程、氧化、还原过程等。

(2) 氮气，纯度 99.99%；

(3) 专用坩埚；

(4) SX-8-16 高温箱式电阻炉，额定温度 1600 $^{\circ}\text{C}$ ；

五、实验方法及步骤

1、实验前准备

(1) 首先应检查仪器连接系统是否正常，样品支架上清洁无任何杂质；

(2) 开机顺序：电源开关—循环水单元—计算机—炉子大电源—仪器测量单元—控制器—实验用气体（如 N_2 ）调压阀—调节转子流量计流量；

(3) 让仪器预热约 30 分钟；

(4) 确定样品在高、低温下无强氧化性、还原性，（如：有单质砷 As，硫 S，硅 Si，碳 C 等挥发物的不可放入），选择适用的坩埚，准备好测试样品（约 10 mg），在天平上称重并记录下来，将样品放入坩埚盘，视测试样品情况，必要时用坩埚盘盖盖上。

2、实验开始

(1) 在电脑上打开对应的 STA449C 测量软件，待自检通过后，检查仪器设置，确认支架类型，坩埚的类型。打开炉盖，观察支架应在炉体中央不会碰壁时，将炉子升起，放入空坩埚，升降炉子，观察与支架的相对位置有无异常。按照工艺要求，新建一个基线文件（此时不用称重）编程运行。待程序正常结束、炉子冷却后，打开炉子取出坩埚（同样要注意支架的中心位置）。将样品平整放入后（以不超过 1/3 容积约 10 mg 为好）称重，然后打开基线文件，选择基线加样品的测量模式，编程运行。注意在温度段中仅能更改原程序的结束温度值，即倒数第二步，小于或等于原值。若原有的基线文件合用，可直接将其打开，选择样品加基线模式编程运行。

(2) 程序正常结束后会自动存储，可打开分析软件包（或在测试中运行实时分析）对结果进行数据处理，处理完后可保存为另一种类型的文件。

(3) 待样品温度降至 100 $^{\circ}\text{C}$ 以下时打开炉盖，拿出两个坩埚，将炉子关闭。

3、实验结束

(1) 不使用仪器时正常关机顺序依次为：关闭软件、退出操作系统、关电脑主机、显示器、仪器控制器、测量单元；

(2) 关闭恒温水浴面板上的运行开关和上下两个电源开关；关闭使用气瓶的高压总阀，低压阀可不必关。

六、实验报告

1、实验报告：包括实验目的、内容、原理、步骤、实验结果及分析、思考题等。

2、实验结果及分析：要求打印出试验结果，指出 TG、DTG 和 DSC 曲线，并结合 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的失重过程说明各条曲线代表的意义，反映了 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 发生了什么样的变化，总结实验心得体会及收获。

七、实验注意事项

1、不能测试强氧化性或还原性材料；

2、测试温度不能超过仪器规定范围；

3、熟悉热分析仪的使用方法。

八、思考题

1、 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 在加热过程中有哪些变化？在热分析曲线上如何反映出来？写出各级反应的方程式。

2、试对实验中所观察到的异常现象及误差作出合理解释。

3、简述 DSC、TG 的原理。

4、同步热分析有何优势？

14 XRD 物相测定实验

(学时：4 学时)

预习要求：

- 1、课前必须认真阅读实验指导教材，了解实验要点（包括实验目的、内容及原理、实验方法、使用仪器、实验步骤、注意事项等）；
- 2、认真撰写预习报告，预习报告使用学校统一印制的预习报告纸，无预习报告不允许做实验；
- 3、严禁抄袭报告，对抄袭报告的同学，除责成该同学写出深刻检查外，必须重新撰写报告。

本实验通过金属粉体、无机非金属粉体样品的 X 射线衍射仪 (XRD) 检测过程，理解 X 射线衍射仪分析的基本工作原理、仪器组成结构和性能，理解金属粉体、无机非金属粉体材料的 X 射线衍射基本原理，掌握 X 射线衍射分析测定结果的基本解析方法。

用 X 射线衍射仪检测金属粉体、无机非金属粉体样品各 1 份，确定样品的组织结构与成分，并打印出样品成分表。

一、实验目的

- (1) 了解金属粉体、无机非金属粉体样品简单的制备方法。
- (2) 了解 X 射线衍射分析的基本工作原理、仪器组成结构和性能。
- (3) 理解金属粉体、无机非金属粉体材料的 X 射线衍射基本原理。
- (4) 掌握 X 射线衍射分析测定结果的基本解析方法。

二、实验内容

(1) 完成常规样品的正确有效制备。样品主要为指定高纯样品，指定混合样品，还有各种自定义感兴趣样品（建议与指导老师协商完成）。

(2) 独立掌握 X 射线衍射分析的开关机，测试操作和参数选择等。（注意合理选择不同样品的适用测试条件，保护仪器同时提高效率）

(3) 独立完成 Jade6.5 的正确破解安装和导库，并进行简单分析。（建议以学习小组名义开展讨论）

三、实验原理

3.1 X 射线衍射仪的工作原理

X 射线是一种很短的电磁波，具有反射、折射、干涉、衍射、偏振等特征，属于横波，波长范围约 0.01 ~ 10 nm，用于衍射分析的 X 射线波长约 0.5 ~ 2.5 nm。物质结构中，原子和分子的距离正好落在 X 射线的波长范围内，所以物质（特别是晶体）对 X 射线的散射和衍射能够传递极为丰富的微观结构信息。

当一束单色 X 射线入射到晶体时，由于晶体是由原子有规则排列的晶胞所组成，而这些有规则排列的原子间距离与入射 X 射线波长具有相同数量级，迫使原子中的电子和原子核成了新的发射源，向各个方向散发 X 射线，这是散射。不同原子散射的 X 射线相互干涉叠加，可在某些特殊的方向上产生强的 X 射线，衍射线在空间分布的方位和强度，与晶体结构密切相关。这就是 X 射线衍射的基本原理。

3.2 原子在晶体中的周期性排列

每一种晶体都有自己特有的化学组成和晶体结构。晶体具有周期性结构，如图 1 所示。一个立体的晶体结构可以看成是一些完全相同的原子平面网按一定的距离 d 平行排列而成，也可看成是另一些原子平面按另一距离 d' 平行排列而成。故一个晶体必存在着一组特定的 d 值（如图 1 中的 d, d', d'', \dots ）。

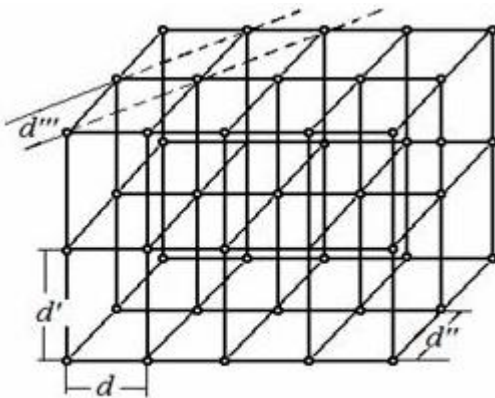


图 1 原子在晶体中的周期性排列

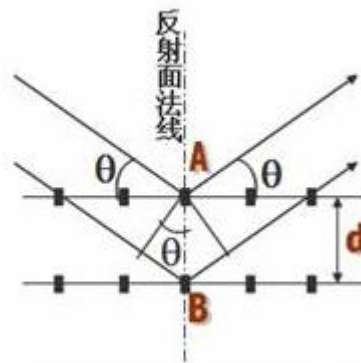


图 2 原子面网对 X 射线的衍射

结构不同的晶体其 d 值都不相同。因此，当 X 射线通过晶体时，每一种晶体都有自己特征的衍射花样，其特征可以用衍射面间距 d 和衍射光的相对强度来表示。面间距 d 与晶胞的大小、形状有关，相对强度则与晶胞中所含原子的种类、数目及其在晶胞中的位置有关。可以用它进行相分析，测定结晶度、结晶取向、结晶粒度、晶胞参数等。

3.3 布拉格方程

假定晶体中某一方向上的原子面网之间的距离为 d ，波长为 λ 的 X 射线以夹角 θ 射入晶体（如图 2 所示）。在同一原子面网上，入射线与散射线所经过的光程相等；在相邻的两个原子面网上散射出来的 X 射线有光程差，只有当光程差等于入射波长的整数倍时，才能产生被加强了衍射线，即：

$$2d \sin \theta = n\lambda$$

这就是布拉格 (Bragg) 公式，式中 d 为晶面距离， n 是整数（或称衍射级数）， θ 为入射角， λ 为 X 射线的波长，布拉格方程是 X 射线衍射分析的根本依据。此方程不仅能测单晶体，而且也能测多晶体。由于样品采用晶体粉末，所以样品中包含着数目极多的细小单品，存在各种可能的取向，相当于一个晶体在原地保持不动情况下绕各种可能的方位转动，从而形成无数个倒格子点阵。当入射的 X 射线与样品相遇时，对于每一组晶面族，总有许多小晶粒处在适合的反射位置上，从而形成衍射。

X 射线衍射仪的成像原理与聚焦法相同，但记录方式及相应获得的衍射花样不同。衍射仪采用具有一定发射度的入射线，也用“同一圆周上的同弧圆周角相等”的原理聚焦，不同的是其聚焦圆半径随 2θ 的变化而变化。

四、实验仪器设备及材料

(1) 实验材料 (试样) : 金属粉体和无机非金属粉体材料试样各一份。其中, 金属粉体包括Cu粉、Zn粉、Fe粉、Ti粉等; 无机非金属粉体包括超市购买的食盐 (药品NaCl也可)、钛白粉 (金红石和锐钛矿都有)、亚硝酸钠、粉笔、石墨、Si粉等。学生也可自带试样, 试样需为无机晶体材料。

(2) 实验仪器: 德国Bruker公司生产的X射线衍射仪 (X光管室、实验区、计算机及其软件系统)、晶体结构模型、研钵、超声波清洗器。

五、实验步骤

1、了解仪器基本组成、结构、性能及其主要指标。

2、利用晶格结构模型了解晶体结构及衍射原理。

3、了解测试分析基本过程, 包括一般样品制备过程、参数设定、扫描、结果表示形式、解析、测试分析注意事项等相关内容。

4、指导教师演示一个单相未知粉末样品的衍射谱测试全过程, 并给出该未知样品的衍射谱图及相关数据 (2θ 、 d - l 值等), 然后由学生自己进行实验分析。

5、利用所学知识, 通过 PDF 卡片、衍射谱图及数据相关手册或谱库自行查询鉴定该未知物相, 并写出其相关物理化学数据。

六、实验报告

1、实验报告应包括实验目的、原理、仪器设备与材料、步骤、X射线衍射仪 (XRD) 对样品的检测图谱、X射线衍射仪 (XRD) 对样品的检测成分表、实验数据及分析结果等。

2、实验原始数据采用打印形式 (电子档也按组的形式发指导老师存档)。每组的数据可以选择成一样, 但是结果和结果讨论不能相互抄袭。

七、实验注意事项

1、XRD 有轻微辐射, 要注意人身防护。

2、铅玻璃门比较贵重易脆, 不得在仪器旁边嬉戏打闹, 注意保护设备安全。

3、每次关门一定要注意确认关闭完全, 否则系统会报错。

4、对于未知样品的触碰, 必须带手套, 保护自己安全, 尽量在指导老师的指导和陪伴下使用。

15 试样制备及 SEM 形貌观测与能谱分析

(学时：4 学时)

预习要求：

- 1、课前必须认真阅读实验指导教材，了解实验要点（包括实验目的、内容及原理、实验方法、使用仪器、实验步骤、注意事项等）；
- 2、认真撰写预习报告，预习报告使用学校统一印制的预习报告纸，无预习报告不允许做实验；
- 3、严禁抄袭报告，对抄袭报告的同学，除责成该同学写出深刻检查外，必须重新撰写报告。

本实验介绍了扫描电镜金属块体观察试样的制备全过程，同时介绍了扫描电镜（SEM）及能谱仪（EDS）的构造、工作原理及操作过程，要求学生能够了解扫描电镜及能谱仪的操作全过程，同时认识它们在材料科学研究上的作用和意义。

一、实验目的

- (1) 了解扫描电镜的基本结构、原理和操作方法。
- (2) 掌握金相观察试样的制备方法。
- (3) 掌握扫描电镜形貌观察及能谱仪成分分析过程。

二、实验内容

- (1) 了解扫描电镜制样的要求，并完成常见样品的制样（预抽真空和镀金）。
- (2) 观察（部分优秀的同学可以动手操作）扫描电镜的开关机，基本完成形貌分析和能谱分析操作，并引导有效参数设置和样品之间的关系。
- (3) 完成指定样品（金相试样，指定金属粉末）的相关测试，并鼓励学生自选样品在老师指导下完成制样和测试。
- (4) 完成样品的形貌分析和能谱分析的主要结论分析，并指出其在科研中的主要应用和局限。

三、实验原理

扫描电镜主要用于对材料的表面组成、断面、细微结构、晶体结构以及缺陷的观测，而能谱仪主要用于材料的点、线、面的成分分析。

2.1 扫描电镜（SEM）的构造及其工作原理

扫描电镜由电子光学系统、扫描系统、信号收集处理显示系统、真空系统、供电控制系统和冷却系统等六部分组成。图 1 为其结构原理示意图。

电子光学系统包括电子枪、三级聚光镜（末级聚光镜也称物镜）和样品室等部件。其作用是将来自电子枪的电子束聚焦成亮度高、直径细的入射束照射样品，产生各种物理信号，入射电子束不起成像作用。

样品室可以放置不同用途的样品台，如拉伸台、加热台和冷却台等。试样放在样品台上，操作时通过样品移动机构可以使试样沿 x、y、z 轴三个方向移动，同时还可以使试样绕轴倾斜及旋转。

扫描系统包括扫描发生器、扫描线圈和放大倍率选择器等部件，其作用是将开关电源对积分电容反复充电放电产生的锯齿波同步地送入镜筒中的扫描线圈和显像管的扫描线圈，使二者的电子束作同步扫描，通过改变电子束偏转角度来调节放大倍率。扫描电镜的放大倍数等于显示屏的宽度与电子束在试样上扫描的宽度之比。入射电子束束斑直径是扫描电镜分辨本领的极限。

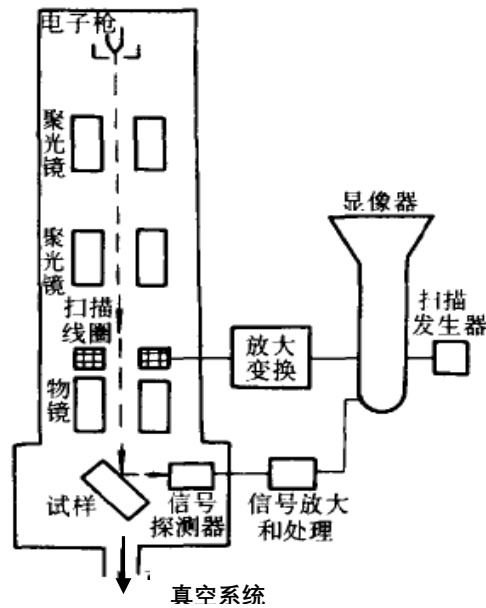


图 1 扫描电镜结构原理示意图

信号收集处理显示系统包括探测器、放大器和显像管等部件，其作用是检测试样在入射电子束作用下产生的物理信号，调制显像管亮度，显示出反映试样表面特征的电子图像。不同的物理信号要使用不同的探测器。通常用电子探测器（闪烁计数器）来探测二次电子，背散射电子和透射电子，此外，还有 X 射线探测器和阴极荧光探测器。显示单元装有两个显像管，一个是长余辉显像管，作观察图像用，另一个是短余辉显像管，作拍摄图像用，可以获得高分辨率照片。显示系统还装有字符显示附件，将自动记录底片编号，加速电压，放大倍率及其标尺。

扫描电镜的成像原理不同于光学显微镜和透射电镜，它无成像透镜，是以类似于电视摄像显像的方式，用细聚焦的电子束在样品表面扫描，激发产生的某些物理信号调制成像。在扫描电镜中，从电子枪射出的电子束经三级聚光镜聚焦，在扫描线圈的作用下，在试样表面作行帧扫描，激发产生各种物理信号，其强度取决于试样表面的形貌和成分特征。探测器接收这些物理信号，经放大器放大，送至显像管栅极，调制其亮度，显示出由暗亮差别所反映的试样表面特征的扫描面电子图像。由于显像管和镜筒中的电子束在同一个扫描线圈作用下作同步扫描，显像管的亮度是由试样激发出的电子信号强度来调制的，因此来自试样表面某一点的信号强度与显示屏上相应点的亮度是一一对应的，试样表面状态不同则图像上相应点的亮度也必然不同。

扫描电镜的工作原理是利用聚焦得非常细的高能电子束在试样上扫描，激发产生各种物理信息(如二次电子、背反射电子、X 射线等)，通过对这些信息的接受、放大和显示成像，对试样表面进行分析。进行表面形貌观察主要是二次电子和背反射电子。

2.1.1 二次电子

二次电子是指入射电子轰击出来的核外电子。由于原子核和外层价电子间的结合能很小，当原子的核外电子从入射电子获得了大于相应的结合能的能量后，可脱离原子成为自由电子。如果这种散射过程发生在比较接近样品的表层，那些能量大于材料逸出功的自由电子可能从样品表面逸出，变成真空中的自由电子，即二次电子。

二次电子来自表面 5 ~ 10nm 的区域，能量小于 50eV。它对样品表面状态非常敏感，能有效地显示样品表面的微观形貌。由于它发自样品表层，入射电子还没有被多次反射，因此产生二次电子的面积与入射电子的照射面积没有多大区别，所以二次电子的分辨率较高，一般可达到 3 ~ 10nm。扫描电镜的分辨率一般就是二次电子分辨率。

二次电子产额随原子序数的变化不大，它主要取决于表面形貌。

2.1.2 背反射电子

背反射电子是指被固体样品原子反射回来的一部分入射电子，其中包括弹性背反射电子和非弹性背反射电子。

弹性背反射电子是指被样品中原子核反弹回来的，散射角大于 90°的那些入射电子，其能量基本上没有变化（能量为数千到数万电子伏）。非弹性背反射电子是入射电子和核外电子撞击后产生非弹性散射，不仅方向发生变化，而且能量也变化。非弹性背反射电子的能量范围很宽，从数十电子伏到数千电子伏。

从数量上看，弹性背反射电子远比非弹性背反射电子所占的份额多。背反射电子的产生范围在 100nm ~ 1mm 深度。

背反射电子束成像分辨率一般为 50 ~ 200nm（与电子束斑直径相当），产额随原子序数的增加而增加，所以，利用背反射电子作为成像信号不仅能分析形貌特征，也可以用来显示原子序数衬度，定性进行成分分析。

2.2 能谱仪(EDS)工作原理

能谱仪的工作原理就是 X 射线的产生过程。X 射线的产生是由于入射电子与样品发生非弹性碰撞的结果。两个主要的过程：特征 X 射线和连续 X 射线或叫韧韧辐射。当高能电子与原子作用时，它可能使原子内层电子被激发，原子处于激发状态，内层出现空位。此时，可能有外层电子向内层跃迁，外层和内层电子的能量差就以光子的形式释放出来，它就是元素的特征 X 射线。来自原子特征能量释放有两种形式，一种是特征 X 射线光子的释放—跃迁，另一种释放叫俄歇电子。能谱仪接受的是来自特征 X 射线的光子。X 射线一般在试样的 500nm ~ 5mm 深处发出。

四、实验仪器设备及材料

- (1) 实验材料（试样）：金属块体试样(退火态及淬火态)，丙酮（或无水乙醇）。
- (2) 实验仪器：金相制备设备、超声波清洗机、扫描电子显微镜（含能谱仪）。

五、实验步骤

1、金属块体样品制备

- (1) 金属块体样品处理成直径为 10 ~ 15mm（方形大小类似），厚度约为 5mm。
- (2) 将金属块体样品制成标准的金相观察试样。
- (3) 将试样放入小烧杯，往小烧杯中倒入一定量的丙酮（或无水乙醇），然后一起放入超声波清洗机内进行清洗，目的是为了除锈、油污等杂质，然后取出用吹风机吹干，备用。

(4) 用导电胶将金属块体试样粘贴在样品座上，送入扫描电镜内观察。

2、扫描电镜及能谱仪操作

(1) 往扫描电镜真空室充入高纯氮气，打开样品室门，安装固定试样，然后抽真空至 $<9.0 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 。

(2) 接通高压至所选择值（0~30kV），让灯丝束流达到所需值。

(3) 放大不同倍数对金属块体试样进行形貌观察。

(4) 将试样放大到某一放大倍数进行能谱成分分析。

(5) 关掉高压，重新充入高纯氮气，取出试样。

(6) 继续抽真空，关闭操作系统。

六、实验报告

实验原始数据记录须经实验指导老师签字认可后在小组各成员间共享，每一位参加实验的学生独立完成一份实验报告并按时交指导老师处。

实验报告按学校统一的实验报告格式纸填写，要求写清实验名称、实验目的、实验原理简介，对实验记录内容整理后写入报告，进行实验结果分析（包括根据观察到的金相组织，分析其状态；对能谱分析的结果进行判定，并指出产生偏差的可能原因），得出实验结论。

七、思考题

1、通过对扫描电子显微镜结构和原理及能谱仪分析的认识，总结扫描电子显微镜的使用方法及其应用领域。

2、金属块体观察试样的一般要求是什么？

3、扫描电镜工作原理与光学显微镜工作原理有何不同？

16 原子吸收光谱分析

(4 学时)

预习要求：

- 1、课前必须认真阅读实验指导教材，了解实验要点（包括实验目的、内容及原理、实验方法、使用仪器、实验步骤、注意事项等）；
- 2、认真撰写预习报告，预习报告使用学校统一印制的预习报告纸，无预习报告不允许做实验；
- 3、严禁抄袭报告，对抄袭报告的同学，除责成该同学写出深刻检查外，必须重新撰写报告。

一、实验目的

- (1) 了解原子吸收光谱仪的工作原理、主要部件及类型，熟悉其性能和功用。
- (2) 初步掌握原子吸收光谱法定量分析法的标准曲线法。
- (3) 熟练掌握原子吸收光谱仪测定元素含量的方法。

二、实验内容

了解原子吸收光谱仪的工作原理、主要部件及类型，熟悉其性能和功用。理解原子吸收光谱法的定量分析方法，学会正确操作原子吸收光谱仪测定含量元素。使用原子吸收光谱仪测定水中 Cu^{2+} 离子的含量。

三、实验原理

原子吸收光谱法 (atomic absorption spectrometry, AAS)，亦称原子吸收分光光度法 (atomic absorption spectrometry, AAS)，是一种测量气态原子对光辐射吸收的方法。物质分子中的元素在一定条件下被离解成原子，气态原子吸收相应波长的光从基态跃迁到激发态。在原子光谱中，原子只有一种基态，而可有多种激发态。通常把基态原子跃迁至第一激发态时的吸收称为共振吸收，把第一激发态回到基态时的发射称为共振发射。由于第一激发态的能量在所有激发态中最低，最易激发，因而在发射光谱中共振线是最强的发射线，即最灵敏线。每一种元素的原子不仅可以发射一系列特征谱线，也可以吸收与发射线波长相同的特征谱线。即各种元素的最强吸收线与该元素的最强发射线相对应。原子吸收光谱分析法就是根据物质产生的原子蒸气对特定波长光的吸收作用来进行定量分析的，即利用最强的吸收线进行测定。当光源发射的某一特征波长的光通过原子蒸气时，原子中的外层电子将选择性地吸收其同种元素所发射的特征谱线，使入射光减弱。特征谱线因吸收而减弱的程度称吸光度 A ，与被测元素的含量成正比：

$$A = Klc$$

式中， A 为吸光度； K 为吸收系数； L 为原子吸收层的厚度； c 为样品溶液中被测元素的浓度。

在一定浓度范围内，吸光度与样品溶液里的待测元素的浓度呈正比，以此作为定量依据。它是测定痕量和超痕量元素的有效方法，可用于 60 余种金属元素和某些非金属元素的定量测定，应用十分广泛，其特点如下：

- 1、灵敏度高：在原子吸收实验条件下，处于基态的原子数目比激发态多得多（玻尔兹曼分布规律），故灵敏度高。其检出限可达 10^{-9} g/mL(某些元素可更高)；

2、选择性好：谱线简单，因谱线重叠引起的光谱干扰较小，即抗干扰能力强。分析不同元素时，选用不同元素灯，提高分析的选择性；

3、具有较高的精密度和准确度：因吸收线强度受原子化器温度的影响比发射线小。另试样处理简单。相对标准偏差（RSD）在 1~2%之间，相对误差在 0.1~0.5%之间。

缺点：难熔元素、非金属元素测定困难；不能多元素同时分析。

四、实验仪器设备及材料

1、美国赛默飞世尔科技公司的 ice3500+GFS35Z 原子吸收光谱仪 1 台，乙炔气体 1 罐，空气压缩机 1 台。

2、五水硫酸铜 1 瓶（500 g），浓硫酸 50 mL。

待测含铜试样 1 份，含铜 2 mg/L、4 mg/L、8mg/L 标准溶液各 1 份。

铜标准溶液的配制：称取 1.9641 g 硫酸铜($M(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=249.69 \text{ g/mol}$, $M(\text{Cu})=63.55 \text{ g/mol}$)溶于少量水中，滴入几滴硫酸(1+1)，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含有 1mg 铜。

3、1 mL 移液管（2 支），洗耳球（2 个），量筒 10 mL（2 个），250 mL 容量瓶（6 个），500 mL 容量瓶（2 个），250 mL 洗瓶（1 个），盛装去离子水的水桶（1 个，5 L 或 10 L），50 mL 滴瓶（1 个），称量纸 1 袋，250 mL 烧杯（2 个），500 mL 烧杯（2 个），玻璃棒（3 支），滴管+胶帽（10 支）。

五、仪器主要构件

原子吸收光谱仪由光源、原子化装置、光学系统、检测器和显示系统构成。

1、光源

作用：提供待测元素的特征谱线—共振线。获得较高的灵敏度和准确度。

主要的光源类型有蒸气放电灯、无极放电灯、空心阴极灯。目前常用的光源是空心阴极灯（Hollow Cathode Lamp）。

2、原子化装置

作用：将试样中的待测元素转变成气态的基态原子（原子蒸气）。实现原子化的方法可分为：火焰原子化法和非火焰原子化法。

火焰原子化装置包括：雾化器和燃烧器两部分，是最常用的原子化器。

雾化器作用：将试样雾化。

燃烧器作用：使试样原子化。

火焰种类：（1）空气—乙炔焰 $< 2300 \text{ C}^\circ$ ，适用于熔点较低金属原子化。

（2）氧化亚氮（又称笑气）—乙炔焰 3000 C° 。

（3）氧气—乙炔焰 $> 2900 \text{ C}^\circ$ 。

火焰种类的选择，应根据所测元素性质决定，使之原子化但不电离。

优点：重现性好，易操作，适应范围广。

缺点：灵敏度低（仅 10%左右的试液被原子化）。

非火焰原子化法包括石墨炉原子化法、氢化物原子化法和冷原子化法。目前广泛使用的是电热高温石墨炉原子化法。

3、光学系统

原子吸收光谱法应用的波长范围，一般在紫外、可见区，即从铯 852.1 nm 到砷 193.7 nm。

光学系统可分为两部分：外光路系统（或称照明系统）和分光系统（单色器）。

外光路系统（或称照明系统）：作用是 HLP 发出的共振线能正确地通过原子蒸汽，并投射在单色器入射狭缝上。

分光系统（单色器）：是将 HLP 发射的未被待测元素吸收的特征谱线与邻近谱线分开。因谱线比较简单，一把不需要分辨率很高的单色器。

为了便于测定，又要有一定的出射光强度。因此若光源强度一定，就需要选用适当的光栅色散率与狭缝宽度配合，构成适于测定的通带。

通带宽度 (W)：指通过单色器出射狭缝通过的波长范围。当倒色散率 (D) 一定时，可通过选择狭缝宽度 (S) 来确定： $W = D \times S$

4、检测系统：

主要由检测器、放大器、对数变换器、显示记录装置组成。

检测器：将单色器分出的光信号转变成电信号。如：光电池、光电倍增管、光敏晶体管等。

放大器：将光电倍增管输出的较弱信号，经电子线路进一步放大。

对数变换器：光强度与吸光度之间的转换。

5. 显示系统

显示记录装置：原子吸收计算机工作站。

六、实验步骤

- 1、打开主机、气罐阀门，选择适当的灯管后，通常需要先让灯管预热 15 分钟。
- 2、设定好各检测参数。
- 3、各装置运转正常后点火。
- 4、吸入标准溶液，测定标准曲线。
- 5、吸入样品溶液。
- 6、分析完毕保存数据并打印结果。
- 7、退出 Windows，关机、关气、关电。

七、实验报告

- 1、实验报告包括实验目的、内容、原理、步骤、实验结果及分析、思考题等。

2、实验结果及分析：本次实验所取试样中的 Cu^{2+} 含量为多少？讨论 Cu 标准溶液中加入硫酸的原因？总结本次实验的收获及心得体会。

八、实验注意事项

1、按照指导教师的要求进行操作，严禁挪动设备、乙炔气罐、空气压缩机和废水罐，不得更改原子吸收光谱仪各个部件的安装位置。

2、乙炔气罐和空气压缩机的调节阀点火后注意关好火焰舱门。

3、严禁将实验室的物品带出，不经指导教师允许，不得随意打开或关闭乙炔气罐和空气压缩机阀门。

4、遵守课堂纪律，实验操作中有问题和指导老师探讨，确保实验设备的安全使用及人身安全。

九、思考题

1、如何确定配制标准溶液的浓度？

2、怎样操作才能提高测试样品含量的准确性？

3、原子吸收定量测试方法主要有哪些，采用标准曲线法应注意些什么事项？