

材料学实验

(无机非金属材料专业)

CAILIAOXUE
SHIYAN

张皖菊 谭 杰◎主编

肥工业大学出版社

材 料 学 实 验

(无机非金属材料专业)

张皖菊 谭 杰 主编



合肥工业大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

材料学实验/张皖菊,谭杰主编. —合肥:合肥工业大学出版社,2012.12

无机非金属材料专业

ISBN 978-7-5650-1037-8

I. ①材… II. ①张…②谭… III. ①材料科学—实验—高等学校—教材

IV. ①TB3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 299744 号

材 料 学 实 验

张皖菊 谭 杰 主编

责任编辑 权 怡

出 版 合肥工业大学出版社

地 址 合肥市屯溪路 193 号

邮 编 230009

电 话 总 编 室:0551—62903038

市场营销部:0551—62903198

网 址 www.hfutpress.com.cn

E-mail hfutpress@163.com

版 次 2012 年 12 月第 1 版

印 次 2012 年 12 月第 1 次印刷

开 本 787 毫米×1092 毫米 1/16

印 张 7.5

字 数 168 千字

印 刷 合肥现代印务有限公司

发 行 全国新华书店

ISBN 978-7-5650-1037-8

定价: 15.00 元

如果有影响阅读的印装质量问题,请与出版社市场营销部联系调换。

前 言

本书是为无机非金属工程专业学生开设的一门独立设课的专业实验教材,由学生所学理论课的课程实验整合而成。作为一门独立课程,较系统地介绍了本专业常用实验设备,仪器、仪表的构造,工作原理及使用方法;基本实验原理和实验方法;综合性、设计性实验项目的操作,旨在对学生加强专业基本技能训练、综合素质训练,巩固所学的专业课程知识,了解材料科学研究工作的一般方法和程序,培养学生综合运用这些技能进行分析问题和解决问题的能力。

本书在集结了前辈教师集体智慧结晶的基础上,由编者重新总结编写。全书内容分为三部分:无机非金属材料学部分(实验一~实验十),由谭杰、裴立宅、张伟编写;盐矿相部分(实验十一~实验十三),由廖直友编写。金属材料学部分(实验十一~实验二十),由张皖菊编写。热工学实验部分(实验二十一~实验二十三),由许诗双编写。内容涵盖《金属材料学》、《无机非金属材料学》、《热工基础》、《盐矿相学》、《金属力学性能》等课程的实验,共编入 23 个实验,附录 3 篇。全书由张皖菊、谭杰负责统编。柳东明老师也对无机材料学部分实验修改提出宝贵意见,在此深表感谢。书中配有众多实验设备、实验原理图表、金相照片等,供学生阅读时参考使用。

由于编写水平有限,书中有不妥不足之处,恳请批评指正。

编 者

2012 年 12 月 14 日

目 录

实验一 黏土结构性质	(1)
实验二 $\text{MCO}_3 - \text{SiO}_2$ 系统的固相反应动力学	(7)
实验三 物料粉磨实验	(9)
实验四 粉体的粒度分析	(12)
实验五 粉体的分散性实验	(14)
实验六 粉体材料的合成与表征	(19)
实验七 气体比定压热容测定	(22)
实验八 非稳态(准稳态)法测材料的导热性能实验	(27)
实验九 材料表面法向辐射率的测定	(32)
实验十 煤的发热量测定	(35)
实验十一 偏光显微镜及单偏光显微镜下的光学性质	(41)
实验十二 正交偏光显微镜下的光学性质	(46)
实验十三 锥光显微镜下的光学性质	(50)
实验十四 钢材成分、热处理工艺与性能之间关系的认识	(55)
实验十五 金相显微镜的构造与使用	(57)
实验十六 金相试样的制备	(71)
实验十七 金属凝固组织观察与分析	(76)
实验十八 铁碳合金平衡组织的观察与分析	(79)
实验十九 钢中非金属夹杂物的金相鉴定	(85)
实验二十 热处理工艺对碳钢的显微组织和性能的影响	(91)
实验二十一 空气纵掠平板时局部换热系数的测定	(95)
实验二十二 空气纵掠平板时流动边界层和热边界层的测定	(100)
实验二十三 耐火材料的性能测定	(103)
附录 I 常用浸蚀剂	(105)
附录 II 压痕直径与布氏硬度对照表	(110)
附录 III 各种硬度(布氏、洛氏、维压)换算表	(112)

实验一 黏土结构性质

黏土矿物的热重分析

一、实验目的

1. 了解用热重曲线分析、鉴定矿物的原理及应用方法,掌握实验方法。
2. 作黏土的热重曲线,分析其矿物组成。

二、实验原理

物质在加热或冷却的过程中除产生热效应外,往往还有重量的变化,其变化的大小及出现变化的温度与物质的化学组成和结构有密切的关系。热重分析法就是根据试样在加热过程中重量变化的特点,来区别和鉴定不同物质及其反应特性。利用热重分析还可以对有重量变化的固相反应的动力学过程进行研究。

以重量变化为纵坐标,温度或时间为横坐标作图,就得到热重曲线。

不同物质具有不同的热重曲线,未知物质的热重曲线与已知的标准曲线作比较分析,即可鉴定矿物的组成,对于复杂物质(如黏土)还需与其他的物理、化学分析方法相配合,才能得到可靠的结果。常见的分析方法有差热分析、X-射线分析、电子显微分析等。

本实验作黏土矿物的热重分析。黏土是重要的硅酸盐原料矿物,很多具有典型层状结构(高岭土、蒙脱石、伊利石等),其结构特点是:每个硅氧四面体通过三个桥氧相连,构成二维无限延伸的六节环状硅氧四面体层,与非桥氧配位的阳离子形成配位八面体,由于硅氧四面体是层状排列,其他阳离子的配位八面体也成层状排列。在层状硅酸盐结构中,水以不同的形式存在,有些是以水分子的形式吸附于矿物的表面、细微裂纹间、层间或以结晶水存在于矿物晶格中,有些是以离子(OH^- , H_3O^+)的形式存在于矿物结构中,但都是结构中不可缺少的部分。由于存在于黏土中的水的存在形式、含量及脱水温度不同,其失重曲线的形状也有所差异,由此可对其进行比较分析。

热重分析方法使用的仪器是热天平等称量仪器,可以采用变温称重或恒温称重两种方法来进行。

三、实验材料及设备

热重分析方法使用的仪器是热天平等称量仪器。它一般由程序升温控制与称重两个部分组成。如图 1-1 所示。

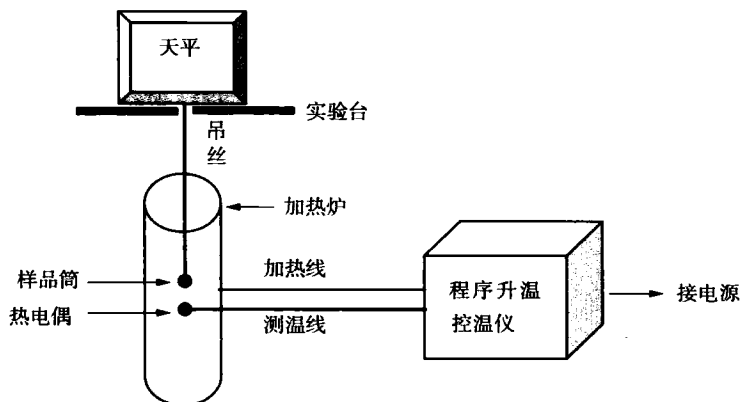


图 1-1 热重分析装置示意图

升温程序设定:按 PRN 键,连续按 SEL 键,PV 窗口显示段号,SV 窗口显示该段对应的起始点温度 T 、加热时间 t 、加热参数 U 和 F 这 4 个参数,直至时间 t 为 0 后循环显示(每一段的升温速率由该段 t 、 T 及下一段的 T 决定);按上、下键可以调节其大小, U 、 F 为控制加热速率的参数;预设 U 、 F 值,设定完毕按 PRN 键退出设定,按 RUN 键运行,此时 PV 窗口显示热电偶实测温度,SV 窗口按程序设定变化。如仪表显示屏显示的按设定程序变化的温度与实测温度不一致时,可重新设定 U 、 F 大小使其一致。

四、实验内容与步骤

1. 将样品筒用小刷刷干净,挂于天平盘下,精确称出吊丝与小筒的总质量(勿使样品与炉壁相碰)。

2. 用天平粗称 0.3g 样品,放于样品筒中,精确称出吊丝、小筒与样品的总质量,并算出样品的净质量。

3. 盖好炉门(勿与吊丝相碰),仔细检查吊丝与小筒,在确定其未接触实验台炉壁、热电偶后,接通电源,按以下程序升温(室温 $\sim 100^{\circ}\text{C}$,升温速率 $7^{\circ}\text{C}/\text{min}$; $100^{\circ}\text{C} \sim 800^{\circ}\text{C}$,升温速率 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$),称重并记录数据。

当温度显示 50°C 时,称重一次。以后每隔 50°C 称重一次。在发生热效应的温度附近(有明显的重量变化),应缩小称重温度间隔(10°C 或 5°C)。

4. 800°C 时关闭天平,切断电源,实验结束。

黏土胶体的 ξ 电位的测定

一、实验目的

1. 观察并熟悉荷电胶粒的电泳现象。
2. 学会用电泳仪测定荷电胶粒的电泳速度并掌握其 ξ 电位的计算。

3. 了解电解质对 ξ 电位的影响。

二、实验原理

电泳是胶体体系在直流电场的作用下,胶体分散相在分散介质中做定向移动的电动现象。按照 Gouy-Chapman 提出并由 Stein 发展的扩散双电层模型,胶体分散相的电泳现象是由于胶体与液相接触时,在胶粒的周围形成连续扩散双电层,在扩散双电层的滑动面上相对均匀液相介质具有一个电位即 ξ 电位,胶核与均匀液相间的电位差是胶体的热力学电位 ψ 。电解质对 ξ 电位的大小有影响,主要是因为它能改变胶体的扩散双电层厚度。其影响规律一般符合霍夫曼斯特顺序规则。由静电学原理, ξ 电位与电泳速度 v 满足亥姆霍兹公式: $\xi = 4\pi\eta v \times 300^2 / DE$ 。公式中, D 为分散介质的介电常数; E 为电位梯度; η 为分散介质的黏度。

具有层状结构的黏土矿物,由于在形成过程中存在同晶取代、腐殖质的解离及边棱破键等原因而荷电,加上其结构特点是层间化学键较弱,易于以极细的片状颗粒存在,在水溶液中常常以溶胶和悬浮液的形式存在,具有二者的性质,这些性质与陶瓷制品的成型工艺有密切的关系。此外,水泥泥浆形成的早期也具有胶体的性质,它的流动性、可塑性及用水量直接影响施工的进度和质量,掌握胶体的结构性质对指导实际生产有重要的作用。

常见的测定胶体电泳速度的方法有两种,本实验根据情况采用其中的一种。

1. 用宏观电泳仪观察胶体界面的移动;
2. 用微观电泳仪在显微镜或计算机成像观察胶粒的移动。

三、实验材料及设备

1. 黏土等。
2. 电泳仪等(装置如图 1-2 所示)。

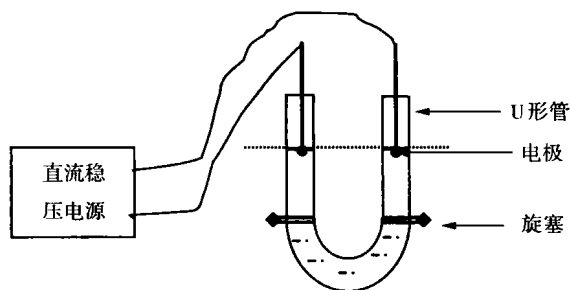


图 1-2 电泳仪装置示意图

四、实验内容与步骤

(一)宏观电泳仪测定 ξ 电位

1. 称取一定量的黏土,研磨后配制成胶体溶液,使其浓度的质量百分比为 0.2%。
2. 将此胶体溶液加入 U 形管,使液面超出两活塞,关闭活塞,倾出活塞上部的胶体溶

液,用蒸馏水洗净活塞以上的管子。

3. 在活塞以上的管子注入辅助溶液至一定高度(胶液面上 4cm~5cm),并使两端水平。
4. 插入铂电极,测出两铂电极之间距离。
5. 接好电路,确定正负极,将稳压器接上电源,1min 后再逐步升高电压至 120~150V。
6. 打开活塞,同时按下秒表,待泥浆液面上升到一定位置时,记录时间和相应的移动距离及界面移动方向(向正极或负极移动)。每次实验,记录多个距离、时间的对应数据。
7. 加入不同种类的电解质到胶体溶液中,经充分摇匀后,重复上述操作(U 形管两端各加 1 滴或 2 滴)。

(二)微观电泳仪测定 ξ 电位

1. 称取 1mg~2mg 高龄土粉,置于 100mL 小烧杯中,加入 50mL 蒸馏水,用超声波分散器分散 2min 作为待测液。

2. 电泳杯中注入少许待测液(约 1mL),插入十字标,浸洗 2 次后取 0.5mL 待测液插入十字标,并小心放进测量槽。启动分析软件,并点按活动图像按钮,微调电泳仪调焦旋钮调整焦距并微调左右、上下旋钮,使计算机分析程序图像中能看到十字标。

3. 从测量槽中取出电极杯。将已用蒸馏水洗净的电极下端浸入待测液中搅拌浸洗后,接上电极线,并小心插入电极杯,放进测量槽预备测定。

4. 测定时选取分析软件的选项菜单中的连接项进行连接。连接成功后,按活动图像按钮,屏幕出现图像,接着点按启动按钮,可以观察到粒子在电场中来回移动。

5. 按“Q、A、Z、X”按钮调整取景框,使得上下、左右交叠部分有 3 个以上的粒子可供分析,此时点存盘按钮,等光标闪烁完后进行分析。

6. 进行分析时,点分析程序按钮会弹出分析窗口,选取分析窗口的开始按钮,出现 2 个时刻的粒子位置图及其叠加图,在上面两幅图上选取 3 组以上对应粒子,用鼠标在对应粒子的相同部位点击以标定其位移情况,最后点击存盘,记录有关参数及结果。

黏土阳离子交换容量的测定

一、实验目的

1. 掌握测定黏土阳离子交换容量的方法,熟悉鉴定黏土矿物组成的方法;
2. 进一步了解介质对黏土荷电性质的影响。

二、实验原理

分散在水溶液中的黏土胶粒带有电荷,进入层间平衡多余负电荷的阳离子一般是 Na^+ 或 Ca^{2+} 等水化阳离子,但它们在层间没有固定的位置,与结构单元的结合力很弱,可以被水化半径小、电价高、浓度大的阳离子交换,这种性质称为阳离子交换性质,可交换量的大小称为阳离子交换容量。黏土进行离子交换的能力(即交换容量),随着黏土矿物的结构不同而

异。所以测得离子交换容量,可以作为鉴定矿物组成的辅助方法。

测定离子交换容量的方法很多,本实验采用钡黏土法。首先,以 BaCl_2 溶液冲洗黏土,使黏土变为钡土;再用已知浓度的稀 H_2SO_4 置换出被黏土吸附的 Ba^{2+} ,生成 BaSO_4 沉淀;最后用已知浓度的 NaOH 溶液滴定过剩的稀 H_2SO_4 ,以 NaOH 的消耗量计算黏土的交换容量。不同结构黏土离子交换容量见表 1-1 所示。

表 1-1 不同结构黏土离子交换容量表

矿物	高岭土	蒙脱石	伊利石
阳离子交换容量	3~15	80~150	10~40

三、实验设备及材料

1. 离心试管、离心机、滴定管、锥形瓶、干燥小烧杯、分析天平、移液管。
2. 黏土试样、 BaCl_2 (0.5mol/L)、稀 H_2SO_4 (0.025mol/L)、 NaOH (0.05mol/L)、酚酞溶液。

四、实验内容与步骤

1. 分别称取 3 根干燥离心试管的准确重量 m_0 ,于每根离心试管中分别加入已粗称的黏土矿物(0.3g~0.5g),并准确称其重量 m_1 。对每根试管进行以下操作。
2. 加入 10mL BaCl_2 溶液并充分搅动约 1min,然后离心分离,用倾泻法倾出上层纯清液,用滤纸小心地吸净试管口残留液体。如此重复操作 2 次,加蒸馏水洗涤 2 次。注意洗涤时要将沉淀搅拌分散开。
3. 试管与湿土样在分析天平中称量 m_2 ,算出湿度校正项 $L=m_2-m_1$ 。
4. 在称量后的土样中准确地加入 14mL(分两次加)稀 H_2SO_4 ,充分搅拌,放置数分钟,然后离心。注意离心后的上层酸液要保留。
5. 将 3 根离心试管离心后的上层酸液分别用倾泻法倾泻在对应的 3 只干燥小烧杯中,分别用移液管准确吸出 10mL 置于三个锥形瓶中,滴加数滴酚酞指示剂,用 NaOH 溶液进行滴定至摇动 30s 后红色不褪为止,记下 NaOH 溶液用量。
6. 吸取 10mL 未经交换的 H_2SO_4 溶液,用相同的 NaOH 溶液进行滴定,记下 NaOH 用量。

五、实验报告要求

1. 绘制给定样品的热重曲线($\Delta m/m \sim T$ 曲线,其中 Δm 为样品质量变化量, m 为样品的净质量)。
2. 将所得到的曲线与高岭石族矿物失重曲线比较,作样品矿物组成分析,并说明曲线各不同温度区间的脱水形式(自由水、吸附水、结晶水、结构水)。
3. 求 ξ 电位或由测得的 ξ 电位求 μ 。

$$\mu = \frac{S}{t \cdot H}$$

$$\xi = \frac{4\pi\eta\mu\delta}{D}$$

式中 S ——界面移动距离(cm);

t ——与 S 对应的移动时间(s);

H ——平均电位梯度(V/cm);

l ——铂电极之间的距离;

μ ——以 $\text{cm/s} \cdot \text{V/cm}$ 计;

δ ——以 V 表示($\times 300^2$);

D ——液体的介电常数,水为 80;

η ——液体的黏度,与测定温度有关(P°)。

4. 计算实验所用黏土的交换容量,三次测定结果按数值处理取平均。

$$W = \left[\frac{10 \times 14 \times 2C_H - (14 + L)C_{OH} \times V_2}{10m} \right] \times 100$$

式中 W ——黏土的交换容量;

C_H —— H_2SO_4 的浓度;

C_{OH} —— NaOH 的浓度;

V_2 ——滴定交换后剩余 H_2SO_4 所用的 NaOH 的量;

m ——黏土试样的重量($m_1 - m_0$);

L ——湿土校正项($m_2 - m_1$)。

注意:纵横坐标的比例及大小范围;有效数字的取舍及单位。

六、实验问题与思考

1. 通过热重分析图,结合有关标准图谱(差热分析、X-射线衍射)说明黏土结构特点。
2. 说明影响热重分析曲线形状、 ξ 电位、黏土阳离子交换容量结构因素有哪些。
3. 简要说明热分析技术的特点,并概述影响热重分析的非结构因素。
4. 分别说明影响电泳速度、 ξ 电位的因素有哪些。
5. 阳离子交换一般的顺序规则是什么? 实验中为何不直接将黏土交换成 H 土?
6. 用微观电泳仪测定 ξ 电位时,变换电极正负极性的作用是什么。
7. 说明在黏土阳离子交换实验中为什么要进行湿度校正。

实验二 $\text{MCO}_3-\text{SiO}_2$ 系统的固相反应动力学

一、实验目的

1. 通过实验了解固相反应机理,加深对材料烧结、烧成的理解;
2. 了解研究固相反应的方法。

二、实验原理

固态物质中的质点(分子、原子、离子)在受热激发、达到一定的能量后,可能离开其原来的位置产生质点的迁移。这一过程对单元系统来说就是烧结的开始;对于二元或多元系统,则意味着表面相接触的不同物质间有新相的产生,即固相反应的开始。

固相反应全部过程一般可分为扩散过程、反应过程与晶核形成过程三个部分。反应由进行的最慢的过程控制。许多固相反应是由扩散过程控制的,在这种情况下,等温固相反应动力学有以下三种可能:

1. 产物层阻碍扩散作用,反应速度与产物层的形成速度成反比;
2. 产物层不影响扩散,反应速度与产物层的形成速度无关;
3. 产物层促进扩散作用,反应速度与产物层的形成速度成正比。

实际上,大部分的固相反应属于第一种类型, $dy/dt=K/y$,积分后 $y^2=Kt$ 。由于实际测量产物层的厚度比较困难,通常用反应产物百分数 x 来表示反应程度。假定颗粒为球形,且反应物与产物的比重相等,可推导出公式:

$$\left[1 - \sqrt{\frac{100-x}{100}}\right]^2 = Kt$$

$\text{MCO}_3-\text{SiO}_2$ 系统的固相反应按下式进行,此反应是按比例作用的,若能测得反应进行中各时间下失去的 CO_2 量,就可以求得 x ,从而按照上述动力学公式求得反应常数 K 。



测定固相反应速度问题,实际上就是测定反应过程中各反应阶段的反应进度的问题,可以用热重分析法跟踪系统重量变化或用量气法测定体系放出气体的体积等方法来求得 x 。其中量气法一般在负压下(-40mmHg)进行,这样实验结果准确度较高。为方便控制,本实验可通过常压量气法进行。

三、实验设备及材料

1. 孔筛、干燥器、白金筒、量气筒等；
2. SiO_2 、 MCO_3 等。

四、实验内容与步骤

1. 样品制备:将样品研磨,经 4900 孔筛, SiO_2 在空气中 800°C 保温 5h, MCO_3 在 CO_2 气氛下 400°C 保温 4h。 MCO_3 和 SiO_2 按物质的量比 1:2 混匀,置于干燥器中保存。

2. 在分析天平上准确称量 $0.4\text{g}\sim 0.5\text{g}$ 样品于白金筒内,蹬实,接上悬丝,然后置于炉内反应管中,小心挂于小钩上。

3. 通过提升或降低水准瓶,用水位差法检查仪器密封情况,不漏气时方可进行实验。

4. 在检查气路、确定系统不漏气后,接通电源,按 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至 800°C ,并保温 10min,旋通三通开关使反应管与量气管接通,记下量气管的起始读数。

注意:读数时,一定要使水准瓶与冷却管内液体在同一水平面,确保系统内压力与大气压力相同。

5. 做好准备工作后,小心旋动挂铂金小桶的活塞,将悬丝脱开,使白金小筒落在反应管中,同时按动秒表记录时间,开始读数。第一分钟内每 20s 记录一次量气管的读数。1min 以后 1 次/min,10min 后 1 次/2min;20min 后 1 次/5min,至 60min。

6. 记下实验温度、压力,旋转三通阀使反应管与大气相通,关闭程序升温控制器,实验结束。

五、实验报告要求

1. 按公式 $\left[1 - \sqrt[3]{\frac{100-x}{100}}\right]^2 = Kt$ 作图。其中, $x = \frac{n\text{CO}_2}{n\text{MCO}_3}$; t 为时间。

2. 按实际情况进行曲线拟合,并对曲线进行分析,求出实验温度下反应的速度常数。

六、实验问题与思考

1. 影响实验准确性的因素有哪些?
2. 在实验的后期,数据为何偏离直线?
3. 研究固相反应一般过程,本实验可以获取反应哪些动力学数据?

实验三 物料粉磨实验

一、实验目的

1. 了解粉磨过程和粉磨机理,熟悉球磨机的机构、性能和工作原理;
2. 掌握并进行球磨机球的级配、料球比等设计;
3. 研究球磨机的研磨时间与物料细度的关系。

二、实验原理

物料的粉磨是指在外力的作用下,通过冲击、挤压、研磨等克服物料变形时的应力与质点之间的内聚力,使块状物料变成细粉的过程。粉磨物料所需要的功除用于克服应力、内聚力并使物料形成新的表面、转变为固体的表面能外,大部分则转变为能量等散失于空间。提高粉磨效率、降低粉磨功耗是生产的重要课题。

大量实验表明,影响粉磨作业动力消耗和生产能力的因素主要有三个方面:物料的性质、被磨物料的粒度与产品细度以及粉磨作业系统与设备性能。

物料大块固体内部有脆弱面,受力后沿脆弱面发生碎裂。当粒度小时,脆弱面减少,最后小粒子趋近于构成晶体的单元块。小粒子受冲击力不发生碎裂,仅表面切削变为一定粒径的微粒。可见大粒子与粉碎过程有关,小粒子的粒径由物料的性质决定。

球磨机对物料的粉碎,正是对小粒子的粉碎过程。由上述粉碎机理可知,研磨体对小粒子粉碎变细的作用甚微,而使小粒子再变细、切削研磨作用明显。用球磨机对物料进行粉磨,就是尽量减少冲击粉碎所消耗的能量。

影响球磨机粉磨效率的因素很多,如料球比、球的材质与级比、球磨机的转速及助磨剂等。

本实验根据需要采用水泥磨或小型球磨机进行实验。

三、实验设备及材料

1. 破碎机、球磨机等。

2. 球磨机技术参数:

QM-1SP4 行星式球磨机是混合、细磨小批量材料的装置。

每罐最大装料量:球磨罐容积的四分之三(包括磨球)。

进料粒度:松脆材料 $\leq 10\text{mm}$,其他磨料 $\leq 3\text{mm}$ 。

额定转速:公转(大盘) $250\text{r/min} \pm 10\%$,自转(球磨罐) $500\text{r/min} \pm 10\%$ 。

3. 物料等。

四、实验内容与步骤

(一)水泥磨实验步骤

1. 对大于 7mm 的物料用破碎机对给定的物料进行破碎,使之达到符合一定要求的粒度。在破碎过程中注意加料均匀。

2. 人工轻轻旋转磨机筒,使磨机的加料口朝前上方,卸下磨机筒的密封盖,用毛刷清除筒盖与筒内表面的黏附粉尘。

3. 按水泥熟料、二水石膏、高炉矿渣的重量比 60 : 5 : 35 进行配料,物料总重量为 3kg ~ 5kg。

4. 将配好的球及熟料加入磨机内,盖上筒盖,拧紧螺栓,确保垫片完整,无粉尘泄漏。打开磨机控制器及电源开关,启动磨机进行粉磨。粉磨过程中要注意检查紧固螺栓是否松脱,如有松脱或粉尘泄露,需停机后拧紧螺栓,再进行粉磨过程。

5. 到一定时间后,清磨并取样进行分析。

(二)球磨机实验步骤

1. 检查:卸下拉马套及球磨罐罩上防护罩,接通电源,按运行按钮进行空转试运行,确保仪器正常。

2. 装料:旋松锁紧螺母及 V 形螺栓旋,取出球磨罐,将符合技术要求的磨料及仪器配套的磨球装入球磨罐,磨料量不超过罐容积的二分之一(不包括磨球)。球磨罐要求质量对称放置,两边重量要基本一致。

3. 装球磨机:装罐完毕即可将罐子放入球磨机的拉马套内,可同时装 4 个,亦可对称安装 2 个,不允许只装 1 个或 3 个。安装后先拧紧 V 形螺栓,然后按紧锁紧螺母,以防因松动发生意外。球磨罐安装完毕,罩上防护罩,再启动球磨机进行球磨。转速可通过上下调节大小键,最大不超过 500r/min(设置键为机器参数设定键,请勿随意变动)。如球磨罐为玛瑙罐,装罐应在罐身及盖子间垫好橡皮垫圈,并在拉马套顶住盖子的部位垫好橡皮垫。拉马套不宜上得过紧,只要保证其不会松动即可。使用玛瑙罐时,球磨机转速一般不要超过 300 r/min。最好用湿磨法进行磨料。必须采用干磨时,要间歇球磨,以免罐子因温度过高而损坏。

4. 出料:球磨结束后,拆下螺栓,卸下球磨罐,把试样和磨球一起倒入筛子内使球和磨料分离。分离完毕,及时将罐子和球清洗干净,让其自然晾干,不锈钢罐采用有机溶剂(乙醇、丙酮等)清洗后晾干或用电风吹干。本实验要求间隔一定时间进行一次出料分析。

五、实验报告要求

称量各筛及筛底中的粉料重量,并计算颗粒,将所得结果填入表 3-1。

表 3-1 数据记录

筛号(目)				
筛孔径(mm)				
筛余(%)				
颗粒平均径(mm)				

六、实验问题与思考

1. 磨机粉磨实验对球磨机的哪些参数进行筛选?
2. 影响磨机粉磨效率的因素有哪些?

实验四 粉体的粒度分析

一、实验目的

1. 学习物料细度的检测方法；
2. 明确物料细度检测对工业生产的意义。

二、实验原理

在硅酸盐工业生产中,所用原料通常是固体物料。这些原料还需进一步细磨才能供制备坯料之用。因为原料的细度,对后道生产工艺(成型、烧成等)有直接的影响,对成品的质量也有很大的影响,所以工厂中常常要测定原料的细度。另外,其他工业部门也经常遇到细度测定的问题,因此固体物料细度的测定是一个应用广泛的、基本的实验项目。

细度是粉状物料分散的程度,即该粉料所含粒子的大小。因此细度通常是用粉体颗粒的大小来表示的,例如,以粉体物料中颗粒大小大于(或小于)某数值的颗粒占粉料总量的百分数来表示。实际生产中遇到的粉料是由大小不同的各种粒子组成的,有时需要知道大小颗粒的相对含量(分级含量),这就是粉料的颗粒分布(或称粒度分布、颗粒组成)。颗粒分布比细度更能全面地反映物料的分散度。

测定细度和颗粒分布的方法很多,常用的有筛析法、沉降法及激光法等。

本实验采用筛析法或沉降法进行检验。

筛析法:利用已知孔径的筛子,按一定的操作方法将粉料筛成能通过的两部分,就可称出该粉料中大于筛径的粒子含量——“筛余”,习惯上就用筛余来表示粉料的细度。

工业上和实验室使用孔径一定的标准筛来测定筛余。陶瓷工业的万孔筛(每平方厘米有 10000 孔的筛子,孔径为 $60\text{ }\mu\text{m}$)的筛余来表示原料的细度。

测定粉料的颗粒分布,则需要一系列的不同孔径的标准筛,依孔径大小顺序叠置进行筛分,然后用每只筛子的筛余来计算出颗粒分布的情况。设所用的筛号为: $A_1, A_2, A_3, \dots, A_n$, 孔径分别为 $d_1, d_2, d_3, \dots, d_n$, 且 $d_1 > d_2 > d_3 > \dots > d_n$ 。每只筛子上的筛余为 $S_1, S_2, S_3, \dots, S_n$, 通过 A_n 号筛的粉料为 S'_n , 则对应于 $S_2, S_3, \dots, S_n$ 粉料平均粒径为

$$\bar{d}_2 = \frac{d_1 + d_2}{2}, \bar{d}_3 = \frac{d_2 + d_3}{2}, \dots, \bar{d}_n = \frac{d_{n-1} + d_n}{2}$$

而且对应于 S_1 的粉料的粒径全部 $\geq d_1$, 对应于 S'_n 的粉料粒径全部 $\leq d_n$ 。

显然 $S_1 + S_2 + S_3 + \dots + S_n + S'_n = 100\%$ 。

以重量百分数为纵坐标,粒径(或粒径的对数)为横坐标,利用上述实验得到的筛余 S 和