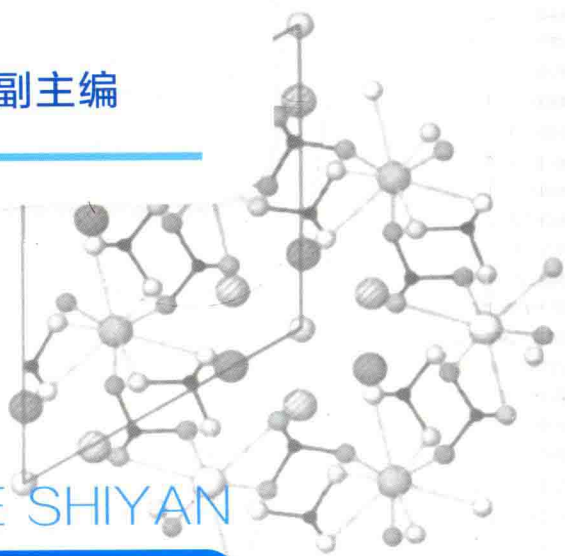
高等学校“十三五”规划教材

材料化学综合实验

师进生 主编

崔洪涛 李怀勇 牛永盛 副主编



CAILIAO HUAXUE ZONGHE SHIYAN

化学工业出版社

高等学校“十三五”规划教材

材料化学综合实验

师进生　主编
崔洪涛　李怀勇　牛永盛　副主编

安徽师范大学图书馆
藏书

化学工业出版社
·北京·

内 容 提 要

全书分为三大部分，包含72个实验。第1章材料化学性能测试实验，第2章材料化学合成实验，第3章材料化学设计与研究性实验，包括了金属材料、无机非金属材料、纳米材料、高分子材料、生物功能材料等材料化学实验的基本知识、相关原理、实验技术和研究方法。其中既有经典的实验，也有一些反映学科前沿的新技术、新方法和新成果的设计与研究性实验。

本教材可作为高等院校材料科学与工程、材料学、材料化学等相关专业师生的教学用书，也可作为从事材料生产的技术人员及其他涉及材料化学实验领域的研究人员的参考用书。

图书在版编目（CIP）数据

材料化学综合实验/师进生主编. —北京：化学工业出版社，2017.6
高等学校“十三五”规划教材
ISBN 978-7-122-29542-2

Ⅰ.①材… Ⅱ.①师… Ⅲ.①材料科学-应用化学-化学实验-高等学校-教材 Ⅳ.①TB3-33

中国版本图书馆CIP数据核字（2017）第087836号

责任编辑：陶艳玲　　文字编辑：林　丹
责任校对：宋　夏　　装帧设计：关　飞

出版发行：化学工业出版社（北京市东城区青年湖南街13号　邮政编码100011）
印　　装：三河市延风印装有限公司
787mm×1092mm　1/16　印张12　字数271千字　　2017年8月北京第1版第1次印刷

购书咨询：010-64518888（传真：010-64519686）　售后服务：010-64518899
网　　址：http://www.cip.com.cn
凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定　　价：45.00元

版权所有　违者必究

前言

材料、能源和信息是现代科学的三大支柱，其中材料是工业发展的基础。一个国家材料产品和产量是直接衡量其科学技术、经济发展和人民生活水平的重要标志，也是一个时代的标志。材料化学是一门新兴的交叉学科，属于现代材料科学、化学和化工领域的重要分支，是发展众多高科技领域的基础和先导。材料化学实验作为材料化学专业学生的专业实验课程，直接关系到学生能否掌握材料化学基础知识和基本技能，能否有效地掌握科学思维方法、培养科研能力、养成科学的精神和品质。该实验课程在材料化学专业中占有举足轻重的地位。

本教材是根据21世纪我国高等教育的培养目标要求，结合教学实际和近年承担的教学研究项目成果编写而成的。编写的原则是厚基础，宽口径，适应性广，突出综合性，强化绿色化学理念，体现学科发展的实验新技术和新方法。全书包含72个实验，从三大部分进行编写：第一部分材料化学性能测试实验，第二部分材料化学合成实验，第三部分材料化学设计与研究性实验，包括了金属材料、无机非金属材料、纳米材料、高分子材料、生物功能材料等材料化学实验的基本知识、相关原理、实验技术和研究方法。其中既有经典的实验，也有一些反映学科前沿的新技术、新方法和新成果的设计与研究性实验。本教材内容丰富，理论与实践相结合，简明易懂，实用性强，可作为高等院校材料化学专业师生的教学用书，也可作为从事材料生产的技术人员及其他涉及材料化学实验领域的研究人员的参考用书。

本书由青岛农业大学化学与药学院师进生主编，青岛农业大学刘清芝、李海银、李伟娜、牛永盛、孔晓颖、孙钦星、徐香、王强、魏洪涛、孙新枝，烟台大学崔洪涛和聊城大学李怀勇参与编写。全书由师进生和牛永盛对编者提供的实验进行审阅、增删和修改，最后由师进生统稿和定稿。

本书在编写过程中得到青岛农业大学名校工程建设资金的资助，得到了学校领导的大力支持和帮助。本教材还参考了国内外相关书刊，在此一并表示衷心的感谢。

限于编者水平，书中难免有疏漏之处，恳切希望读者和专家批评指正。

编者

2017年3月

目录

第1章 材料性能试验 / 1

实验 1 材料磁化率的测定 …… 1
实验 2 固体线膨胀系数的测定 …… 4
实验 3 失重法测定金属的腐蚀速率 …… 5
实验 4 合金金相组织的显微结构实验 …… 8
实验 5 金属材料的洛氏硬度测试 …… 11
实验 6 塑料制品的拉伸、弯曲应力实验 …… 13
实验 7 高分子材料冲击强度的测定 …… 17
实验 8 聚合物应力松弛的测定 …… 19
实验 9 聚合物温度-形变曲线的测定 …… 21
实验 10 高聚物熔体流动特性的测定 …… 25
实验 11 聚合物熔点测定 …… 29
实验 12 聚合物的热重分析 …… 31
实验 13 密度法测定聚乙烯的结晶度 …… 33
实验 14 黏度法测定高聚物的相对分子质量 …… 35
实验 15 动态黏弹法测定聚合物的动态力学性能 …… 38
实验 16 高聚物表观黏度和黏流活化能的测定 …… 43
实验 17 偏光显微镜法观察聚合物的形态 …… 50
实验 18 不同方法测定水溶性壳聚糖的脱乙酰度 …… 53

第2章 基本材料化学合成实验 / 56

2.1 无机材料 …… 56

实验 19 水热法制备氢氧化钴 …… 56
实验 20 溶胶-凝胶法制备纳米二氧化锆 …… 57

此为试读，需要完整PDF请访问：www.ertongbook.com

实验 21　沉淀法制备纳米级碳酸钙 …… 59
实验 22　固相烧结法制备 $BaTiO_3$(BTO) 陶瓷材料 …… 61
实验 23　环氧化物溶胶凝胶法制备 β-$Ni(OH)_2$ 纳米单层片电极材料 …… 63
实验 24　Al 取代 α-$Ni(OH)_2$ 纳米片电极材料的制备 …… 66
实验 25　法拉第赝电容器的 CoOOH 纳米薄膜电极材料的制备 …… 67
实验 26　燃烧法制备铝酸锶长余辉材料 …… 69
实验 27　微波法制备纳米三氧化二铁 …… 71
实验 28　四氯化钛水解制备金红石型二氧化钛纳米晶 …… 72
实验 29　纳米氧化锌的制备及表征 …… 74
实验 30　纳米 Y_2O_3 粉体的制备及其表征 …… 76
实验 31　ZnS 纳米粒子的制备 …… 78
实验 32　化学沉淀法制备羟基磷灰石 …… 80
实验 33　磷酸三钙的制备 …… 83
实验 34　α-Fe_2O_3 红色滤光片的制备 …… 85
实验 35　共沉淀法制备铝酸钇荧光材料 …… 87
实验 36　室温条件下铜（Ⅱ）化合物与 NaOH 的固相反应及表征 …… 89
实验 37　纳米 $BaTiO_3$ 粉体的制备及其表征 …… 90

2.2　高分子材料 …… 93

实验 38　甲基丙烯酸甲酯的本体聚合 …… 93
实验 39　丙烯酰胺的水溶液聚合 …… 95
实验 40　醋酸乙烯酯乳液聚合-白乳胶的制备 …… 97
实验 41　苯乙烯的悬浮聚合 …… 102
实验 42　聚苯胺的电化学合成 …… 105
实验 43　聚氨酯泡沫塑料的制备 …… 107
实验 44　界面聚合反渗透膜的制备及表征 …… 108
实验 45　甲壳素的制备 …… 111
实验 46　双酚 A 型环氧树脂的制备与固化 …… 113
实验 47　壳聚糖的制备及测定 …… 117
实验 48　透明质酸的制备 …… 121
实验 49　界面缩聚法制备化合物聚对苯二甲酰己二胺（尼龙） …… 123
实验 50　醚化 β-环糊精的制备 …… 125
实验 51　强酸型阳离子交换树脂的制备及其交换量的测定 …… 128
实验 52　生物降解型水凝胶的制备与表征 …… 132
实验 53　生物降解型吸油凝胶的制备与表征 …… 134
实验 54　乳液法制备微球 …… 137

第 3 章　材料化学设计与研究性实验 / 140

实验 55　无机耐高温涂料的制备 …… 140
实验 56　硅酸盐介孔复合材料的制备及表征 …… 142
实验 57　聚 *N*-异丙基丙烯酰胺水凝胶/氧化亚铜复合材料的制备 …… 144
实验 58　颜料型数码印花墨水 …… 147
实验 59　水溶性 TiO_2 纳米粒子的制备及光学应用 …… 149
实验 60　CoOOH 纳米粒子稳定水性泡沫的形成及分级纳米结构的制备 …… 152
实验 61　氧化亚铜/蜜胺树脂单分散功能微球的制备 …… 154
实验 62　硫脲壳聚糖锌的制备及其抑菌研究 …… 156
实验 63　水性陶瓷墨水的制备 …… 159
实验 64　丙烯酸酯乳液压敏胶的制备 …… 160
实验 65　壳聚糖改性及其对重金属离子吸附性能的研究 …… 162
实验 66　温敏性水凝胶的制备 …… 166
实验 67　二氧化碳基脂肪族聚碳酸酯材料的制备 …… 168
实验 68　实验 PPC-PLA-淀粉共混物制备的实验设计 …… 170
实验 69　环氧氯丙烷交联淀粉的制备 …… 173
实验 70　复凝聚法制备天然高分子药物微胶囊 …… 175
实验 71　高分子量聚乳酸的制备 …… 177
实验 72　低分子量聚丙烯酸钠减水剂的合成实验 …… 180

第1章 材料性能试验

实验1 材料磁化率的测定

一、实验目的

① 掌握古埃磁天平测定材料磁化率的原理和方法。

② 测定材料的摩尔磁化率，掌握通过磁化率计算顺磁性原子未配对电子数的方法。

二、实验原理

1. 材料的磁化率

材料在外磁场 H 的作用下，由于电子等带电体的运动，会被磁化并感生出一个附加磁场 H'。外磁场强度和感生磁场强度之和称为该材料的磁感应强度 B。感生磁场的强度与材料的成分、结构、所处温度以及外磁场的强度有关。

$$H'=4\pi I=4\pi\chi H$$

式中，I 为材料的磁化强度；χ 为材料的体积磁化率，简称磁化率，表示单位体积内磁场强度的变化，表征物质被磁化的难易程度。化学上常用单位质量磁化率 χ_w 和单位摩尔磁化率 χ_m 表示材料磁化程度，它们分别定义为

$$\chi_w=\chi/\rho$$

$$\chi_m=\chi M/\rho$$

式中，ρ 为材料的密度；M 为材料的相对分子质量。

对于顺磁性材料，摩尔磁化率 χ_m 与分子磁矩 μ_m 之间服从居里定律。

$$\chi_m=\mu_0 N_A\mu_m^2/3kT$$

式中，μ_m 为分子磁矩；N_A 为阿伏伽德罗常数；μ_0 为真空磁导率；k 为玻尔兹曼常数；T 为热力学温度。上式中的分子磁矩由分子内未配对电子数 n 决定，即

$$\mu_m=\mu_B\sqrt{n(n+2)}$$

因此，可以通过实验测定材料的磁化率，并进一步研究材料内部结构。

2. 材料摩尔磁化率的测定

古埃磁天平法是根据样品在非均匀磁场中所受的力来确定磁矩，进而求出磁化率，测定原理如图 1-1 所示。

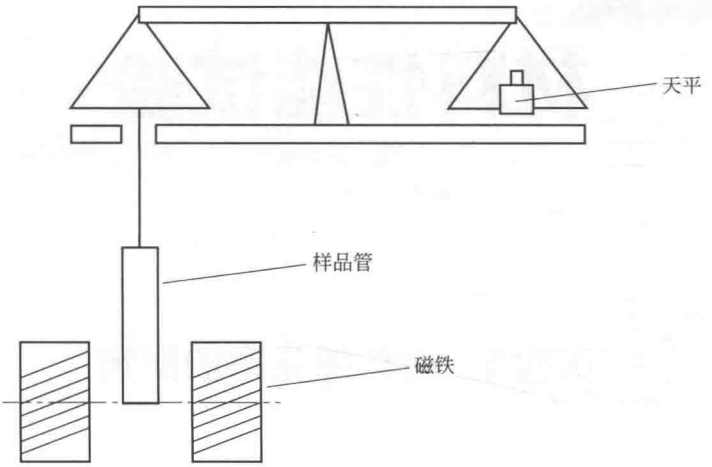


图 1-1　古埃磁天平测定原理示意图

将装有样品的圆形样品管悬于非均匀磁场中，使样品管的底端位于磁场强度最大处（场强为 H），样品顶端位于磁场强度很弱的磁场边缘处（场强为 H_0）。设圆形样品管的截面积为 A，空气的体积磁化率为 χ_0，可以证明样品管内样品受到的力为

$$F=\frac{1}{2}A(\chi-\chi_0)\mu_0(H^2-H_0^2)$$

若空气的体积磁化率 χ_0 和边缘磁场强度 H_0 可忽略不计，则上式简化为

$$F=\frac{1}{2}A\chi\mu_0 H^2$$

在非均匀磁场中，顺磁性物质受力向下表现为增重，反磁性物质受力向上表现为减重。用磁天平测出样品处于磁场前后的质量变化 Δm，则有

$$F=\frac{1}{2}A\chi\mu_0 H^2=g\Delta m$$

式中，g 为重力加速度。若样品管的高度为 h，样品在无磁场情况下质量为 m，则样品的密度为$\rho=m/hA$，

可将上式整理得

$$F=\frac{m\chi_m\mu_0 H^2}{2Mh}=g\Delta m$$

$$\chi_m=\frac{2g\Delta mMh}{m\mu_0 H^2}=\frac{2\mu_0 g\Delta mMh}{mB^2}$$

磁感应强度 B 可由特斯拉计测出，或用已知磁化率的标准物质进行间接测量，如莫尔氏盐的摩尔磁化率与热力学温度间的关系为

$$\chi_m^B=\frac{9500}{T+1}\times 4\pi M_s\times 10^{-9}$$

式中，M_s 为莫尔氏盐的摩尔质量。

三、仪器和试剂

1. 仪器

FD-FM-A 型古埃磁天平　　1 台

2. 试剂

莫尔氏盐	A. R.	五水硫酸铜	A. R.
七水硫酸亚铁	A. R.	亚铁氰化钾	A. R.

四、实验步骤

打开励磁电源开关、电流表，打开电子天平的电源，并按下“清零”按钮，毫特斯拉计表头调零，然后调节磁场强度约为 100mT，检查霍尔探头是否在磁场最强处，并固定其位置，使试管尽可能在两磁头中间（磁场最强处）。

取一支清洁、干燥的空样品管，悬挂在天平一端的挂钩上，使样品管的底部在磁极中心连线上，准确称量空样品管的质量 m，重复称取三次取平均值；接通励磁电源调节磁场强度为 350mT，记录加磁场后样品管的称量值，重复三次取平均值，并计算磁场加入前后的质量差 Δm。

取下样品管，装入莫尔氏盐，使样品粉末填实，直到样品高度至试管标记处。按照上面的步骤分别测量其在无磁场时的质量及在磁场加入前后的质量差，重复测三次，取平均值。

用同样方法分别测定五水硫酸铜、七水硫酸亚铁、亚铁氰化钾在无磁场时的质量及在磁场加入前后的质量差，重复测三次，取平均值。

五、实验结果与处理

将空样品管 m_0，装有莫尔氏盐及待测样品的样品管在无磁场加入时的质量 m 及磁场加入前后的质量差 Δm 记录在表 1-1 中。

表 1-1　实验数据

项目		无磁				有磁				质量差	试样高度
		一	二	三	平均	一	二	三	平均		
空管质量 m_0/g	1										
	2										
	3										
	4										
空管加样品质量 m/g	1										
	2										
	3										
	4										

求出样品的摩尔磁化率、磁矩、样品中金属离子的未成对电子数。

六、思考题

① 影响本实验测量结果的主要因素有哪些？

② 待测试样和标样的填充密实程度及填充高度差异对测量结果有无影响？

七、参考文献

[1] 周公度，段连运. 结构化学. 第四版. 北京：北京大学出版社，2008.

[2] 傅献彩，沈云霞，姚天杨. 物理化学. 第五版. 北京：高等教育出版社，2005.

八、附注

① 调节磁场强度时，励磁电流的变化应平缓，尽量保持励磁电流相同。

② 关闭电源前应先将励磁电流降至零。

③ 样品管装样时，应不断敲击振荡样品管底部，以保证粉末样品填充密实。

实验2 固体线膨胀系数的测定

一、实验目的

① 了解材料热膨胀行为的微观机理。

② 掌握固体线膨胀系数的测量方法。

③ 掌握千分表的使用方法和温度控制仪的操作方法。

二、实验原理

随着温度的变化，多数材料表现出受热膨胀，遇冷收缩的行为，这种行为称为材料的热膨胀。在工程应用中，材料的热膨胀属性对其服役行为有着重要的影响。对于不同的材料，在相同的温度变化范围内，材料的尺寸变化程度是不同的，因而由不同材料组成的产品在温度变化时会产生局部应力，尺寸不匹配，严重时会导致缝隙、松动或崩裂。

表征材料尺寸随温度变化程度的物理量称为热膨胀系数，又分为体膨胀系数和线膨胀系数，分别定义为单位温度改变下材料体积或长度的变化率，即

体膨胀系数：$\alpha_V=\dfrac{\Delta V}{V}\times\dfrac{1}{\Delta T}$（$℃^{-1}$或$K^{-1}$）

线膨胀系数：$\alpha_L=\dfrac{\Delta L}{L}\times\dfrac{1}{\Delta T}$（$℃^{-1}$或$K^{-1}$）

在实验中，可以通过测量材料在不同温度下的尺寸，作长度 L-温度 T 曲线，并通过求取曲线上某点的斜率得到该点对应温度下材料的线膨胀系数，也可以通过测量材料在两个不同温度下的长度，用公式 $\alpha_L=\dfrac{L-L_0}{L_0}\times\dfrac{1}{T-T_0}$（$℃^{-1}$或$K^{-1}$），求解其线膨胀系数。

此为试读，需要完整PDF请访问：www.ertongbook.com

三、仪器和试剂

1. 仪器

FD-LEA 型固体线膨胀系数测定仪　　1 台

2. 试剂

铁棒、铝棒、铜棒（直径 8mm，长 400mm），若干。

四、实验步骤

将热膨胀测定仪安置好，保证仪器平稳，没有振动。

旋松千分表固定架螺栓，转动固定架至使被测样品能插入紫铜管内，再插入隔热棒并用力压紧。转动固定架使被测物体与千分表测量头保持在同一直线上，完成试样安装。

将千分表安装在固定架上，并且扭紧螺栓，不使千分表转动，再向前移动固定架，使千分表读数值在 0.2～0.4mm 处，用固定架将其固定。然后稍用力压一下千分表滑络端，使它与隔热棒有良好地接触，再转动千分表圆盘读数，将其调零。

接通电加热器与温控仪输入输出接口，插上温度传感器的插头，接通电源。通过调节恒温控制仪的面板，设定需加热的温度（可分别增加温度为 20℃、30℃、40℃、50℃），按确定键开始加热。

五、实验结果与处理

当显示温度达到设定温度并稳定后，记录千分表的读数，根据公式计算线膨胀系数。操作三次，求平均值并考查误差情况。

更换不同的金属棒样品，测量并计算线膨胀系数，查阅理论参考值，进行比较。

六、思考题

通过作图法（长度-温度曲线斜率法）求得的结果和温度区间法测得的结果有何不同？

七、参考文献

[1] 图布心，魏凤成，汪逸新. 测定固体线膨胀系数的一种方法. 光学技术. 2000，1：90-91，94.

实验3　失重法测定金属的腐蚀速率

一、实验目的

① 掌握失重法测定金属腐蚀速率的原理和方法。

② 掌握用失重法测定碳钢在稀硫酸中的腐蚀速率。

③ 初步了解缓蚀剂对金属腐蚀的抑制作用。

二、实验原理

金属发生均匀腐蚀时，其腐蚀速率的表示方法一般有两种：一种方法是用在单位时间内、单位面积上金属损失（或增加）的重量来表示，通常采用的单位是 g/(m² · h)；另一种方法是用单位时间内金属腐蚀的深度来表示，通常采用的单位是 mm/a。目前测定金属腐蚀速率的方法很多，有重量法、容量法、极化曲线法、线性极化法（即极化阻力法）等。

重量法是其中一种较为经典的方法，它适用于实验室和现场试验，是测定金属腐蚀速率最可靠的方法之一，是其它金属腐蚀速率测定方法的基础。重量法是根据腐蚀前、后金属试件重量的变化来测定金属腐蚀速率的。重量法又可分为失重法和增重法两种。当金属表面上的腐蚀产物较容易除净，且不会因为清除腐蚀产物而损坏金属本体时常用失重法；当腐蚀产物牢固地附着在试件表面时则采用增重法。

把金属做成一定形状和大小的试件，放在腐蚀环境中（如大气、海水、土壤、各种实验介质等），经过一定的时间，取出并测量其重量和尺寸的变化，即可计算其腐蚀速率。

对于失重法，可通过下式计算金属的腐蚀速率：

$$v^- = (W_0 - W_1)/(st) \tag{1-1}$$

式中，v^- 为金属的腐蚀速率，g/(m² · h)；W_0 为腐蚀前试件的重量，g；W_1 为经过腐蚀并除去腐蚀产物后试件的重量，g；s 为试件暴露在腐蚀环境中的表面积，m²；t 为试件腐蚀的时间，h。

对于增重法，即当金属表面的腐蚀产物全部附着在上面，或者腐蚀产物脱落下来可以全部被收集起来时，可由下式计算腐蚀速率：

$$v^- = (W_0 - W_2)/(st) \tag{1-2}$$

式中，v^- 为金属的腐蚀速率，g/(m² · h)；W_2 为腐蚀后带有腐蚀产物的试件的重量，g；其余符号同式(1-1)。

对于密度相同的金属，可以用上述方法比较其耐蚀性能。但是，对于密度不同的金属，尽管单位表面的重量变化相同，其腐蚀深度却不一样。此时，用单位时间内的腐蚀深度表示金属的腐蚀速率更为合适。其换算公式如下：

$$v_t = \frac{v^- \times 365 \times 24}{10^4 \rho} \times 10 = \frac{8.76}{\rho} v^- \tag{1-3}$$

式中，v_t 为年腐蚀深度，mm/a；ρ 为试片材料的密度，g/cm³；v^- 为失重腐蚀速率，g/(m² · h)。

三、仪器和试剂

1. 仪器

电子分析天平	2 台	脱脂棉、滤纸	若干
矩形碳钢试片	30 片	旋转挂片腐蚀试验仪	1 台
镊子	1 把	500ml 烧杯	10 个
尼龙丝	2 条	玻璃棒	2 根
砂纸	1 张	锤子	1 把

游标卡尺	1把		

2. 试剂

无水乙醇	A. R.	丙酮	A. R.
硫酸	A. R.	硫脲	A. R.

四、实验步骤

本实验的主要内容：用重量法测定碳钢在10% H_2SO_4 和10% H_2SO_4 +1g/L 硫脲中的腐蚀速率和缓蚀率。实验步骤如下。

① 配溶液：用试剂硫酸和蒸馏水配制实验溶液，每种溶液800ml，分别盛在1000ml烧杯内。

② 磨试样：试样表面状态要求均一、光洁，需要进行表面处理。制作试样时已经过机加工，试验前还需用砂布打磨，以达到要求的光洁度。表面上应无刻痕与麻点。平行试样的表面状态要尽量一致。打磨时注意避免过热。

③ 打号码：试样标记，可用钢号码打印编号。

④ 量尺寸：用游标卡尺测量试样的长、宽、厚和小孔直径，以供计算暴露表面积。测量时必须量几个部位，取其平均值。

⑤ 清洗去油：将试样表面残屑除尽，用浸丙酮的棉花球擦拭，除去表面油污，再用蒸馏水冲洗，滤纸吸干。然后用电吹风干燥（注意用冷风!）。清洗后的试样不能再用手拿取，需放在干净的滤纸上。

⑥ 称初重：干燥后的试样用分析天平称取初重 W_0，准确到0.1mg。

⑦ 浸入试验溶液：试样称重后立即穿上塑料线，浸入试验溶液内（注意：记录浸入时间）。每种试验溶液内挂3～4块平行试样。注意试样不能彼此接触，也不能与容器接触。试样浸入深度应大致相同。其上端距液面应大于2cm。观察并记录试样浸入溶液后发生的现象。

⑧ 自试片浸入开始计时，1h后停止试验，将试片取出，用水清洗后用橡皮擦净表面腐蚀产物。再用无水乙醇和丙酮清洗，用滤纸吸干放入干燥器干燥一段时间。

⑨ 清除腐蚀产物：取出试样前应仔细观察试样表面和溶液中的变化。取出试样（记下时间）后观察试样表面腐蚀产物的形态和分布。将试样放在自来水流下冲洗，用毛刷刷去疏松的腐蚀产物，再次观察试样表面状态。

⑩ 将干燥后的试片再次用电子分析或分析天平称重，准确度应达0.1mg，恒重后的重量作为腐蚀后重 W_1。

五、实验结果和处理

1. 定性评定

观察腐蚀后的试片外形，确定腐蚀均匀与否，观察产物颜色分布情况及与金属表面结合是否牢固；观察溶液颜色有否变化，是否有腐蚀产物沉淀。

2. 定量评定

如是均匀腐蚀，则可根据式(1-1) 计算腐蚀速率，并可根据式(1-3) 换算成年腐蚀深

度。根据下式计算实验条件下硫脲的缓蚀率：

$$I=(v_0-v)/v_0\times 100\% \tag{1-4}$$

式中，I 为缓蚀率；v 为加入缓蚀剂后的腐蚀速率，$g/(m^2\cdot h)$；v_0 为未加缓蚀剂的腐蚀速率，$g/(m^2\cdot h)$。

表 1-2 所列为失重法测量金属腐蚀速率的数据。

表 1-2　失重法测量金属腐蚀速率的数据

日期：　　温度：

实验介质		$10\%\ H_2SO_4$			$10\%\ H_2SO_4+1g/L$ 硫脲		
编号		1	2	3	4	5	6
长 a	cm						
宽 b							
厚 c							
孔径							
S	m^2						
W_0	g						
W_1							
W							
t	h						
$\bar{v}^-$	$g/(m^2\cdot h)$						
$\overline{\bar{v}^-}$							
I	%						

六、思考题

1. 碳钢在硫酸溶液中的腐蚀有何特点？

2. 试样腐蚀后外貌和溶液有什么变化？描述腐蚀产物的形态、颜色、分布以及与金属试样表面的结合情况。

3. 分析失重腐蚀试验的误差来源，如何提高试验精度？

七、参考文献

[1] 孙跃. 金属腐蚀与控制 [M]. 哈尔滨：哈尔滨工业大学出版社，2003.

[2] 吴继勋. 金属防腐蚀技术 [M]. 北京：冶金工业出版社，1998.

实验 4　合金金相组织的显微结构实验

一、实验目的

1. 掌握金相制备、金相组织观察、金相摄影等技术。

2. 了解金相显微镜的基本结构，熟悉金相显微镜的使用方法。

3. 了解铸造、固溶处理、轧制及时效处理四种加工工艺对铝合金的组织特征的影响。

二、实验原理

金相显微分析是研究金属内部组织最重要的方法之一。为了在金相显微镜下观察到金属或合金的内部组织，就需要将材料制成金相样品。其制备过程包括取样—磨光—抛光—化学浸蚀等步骤，样品制备的质量直接影响组织观察。

1. 取样

在需要金相分析的金属或零件上截取有代表性的金属块。取样方法因金属性能不同而不一样。硬度低的材料可用手锯切割；硬而脆的材料可锤击，或用砂轮切割机切割。不论采用哪种方法取样，取样过程均不得使试样温度升高，以免引起金属组织变化。金相试样的大小及形状一般不作具体规定，取直径为10～20mm、高度小于15mm最合适。小试样则需用塑料粉或树脂镶嵌后使用。

2. 磨光

切好或镶好的试样在砂轮机上磨平，尖角要倒圆。先用砂布粗磨，之后用金相砂纸逐级细磨，均得先用粗号砂纸，后用细号砂纸，依次进行磨制。磨制试样时，每换一号砂纸，磨面磨削的方向应与前号砂纸磨削方向垂直，便于观察原来磨痕的消除情况。这项规定必须严格遵守。如果总是沿着一个方向磨，或是漫无方向地磨，就很难保证在使用更细一号砂纸时能完全去除前一号砂纸遗留下来的磨痕。而且，给试样施加的压力要适当。

3. 抛光

抛光的目的是去除磨面上的磨痕而获得光滑的镜面。其方法有机械抛光、电解抛光和化学抛光。应用最多的是机械抛光。机械抛光在机械抛光机上进行。抛光机由电动机带动着水平圆盘旋转，盘上铺细帆布和绒布等。粗抛在帆布上进行，细抛在绒布上进行，往抛光布上不断地滴入抛光液。抛光液是Al_2O_3、MgO或Cr_2O_3等极细粒度的磨料在水中的悬浮液。抛光时要抓紧试样，但压力不要太大，一直抛到表面明亮如镜。抛光后的试样，放在金相显微镜上观察，只能看到光亮的磨面和非金属夹杂物，或石墨、裂纹。

4. 浸蚀

为了显示试样的显微组织，必须对试样表面进行腐蚀。金相试样浸蚀的方法有化学浸蚀法、电解浸蚀法和热染法等。常用的是化学浸蚀法，钢铁材料常用的浸蚀剂为3%～4%硝酸酒精溶液（或4%苦味酸酒精溶液）。经浸蚀后的试样用清水冲洗，然后用酒精擦净，再用吹风机吹干，即可在金相显微镜下观察和分析研究。

金相显微镜是观察金属磨面金相组织的光学仪器，是利用物镜、目镜将金属磨面放大一定倍数（40～1000倍），观察金属内部组织的装置。其种类和形式很多，常见的有台式、立式和卧式三类。

金相显微镜是精密光学仪器，使用时要特别细心。自制的金相试样在浸蚀前与浸蚀后要分别进行观察。观察时接通电源，观察结束后，应立即关闭电源。操作时，严禁用手直接触摸镜头和其它光学部件。试样要清洁、干燥，不得有残留酒精和浸蚀剂，以免腐蚀物镜。

三、仪器和试剂

1. 仪器

铝合金薄片	3	片砂轮机	1 台
吹风机	1 台	玻璃板抛光机	1 台
金相显微镜	2 台	夹子、脱脂棉、金相砂纸	若干

2. 试剂

硝酸	A. R.	酒精	A. R.
抛光液、吸水纸	若干		

四、实验步骤

① 打开显微镜开关，调节光强度，调节物镜倍率。

② 在试样台上放上待测样品，反复练习聚焦，直到熟练掌握。

③ 反复改变孔径光阑、视场光阑的大小，加或不加滤光片，观察同一视场映像的清晰程度。

④ 将同一试样分别放在明场照明和暗场照明显微镜上进行对比观察，并画出所观察的组织图。

⑤ 借助物镜测微器确定目镜测微器的格值，并按要求对组织进行实地测量。

⑥ 磨样，领取待磨铝合金试样，用砂轮机粗磨，用金相砂纸细磨，进行机械抛光。

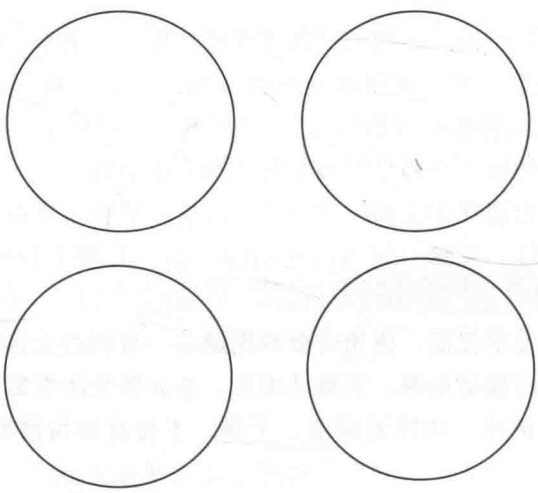
⑦ 浸蚀前观察，对抛光后洗净、吹干的试样进行浸蚀前的检查。

⑧ 浸蚀，将抛光合格的试样置于浸蚀剂中浸蚀。

⑨ 观察金相组织，对浸蚀后的试样进行观察，联系化学浸蚀原理对组织形态进行分析。如浸蚀程度过浅，可重新浸蚀；若过深，待重新抛光后才能浸蚀；若变形层严重，反复抛光、浸蚀 1～2 次后再观察组织清晰度的变化。

五、实验结果和处理

实验结果所得试样的金相显微组织：



此为试读，需要完整PDF请访问：www.ertongbook.com