



高等学校“十二五”实验实训规划教材

冶金工程实验教程

主 编 张明远

副主编 邓能运 袁晓丽



冶金工业出版社
Metallurgical Industry Press



高等学校“十二五”实验实训规划教材

冶金工程实验教程

主 编 张明远
副主编 邓能运 袁晓丽

北 京

冶 金 工 业 出 版 社

2012

内 容 提 要

本书是根据冶金工程专业钢铁冶金方向人才培养目标的要求编写的,内容涉及冶金原理、传输原理、冶金自动化技术、炼铁原料、炼铁学、炼钢学等专业主干课程的相关实验。本书侧重实用性和全面性,以冶金基础实验和冶金专业实验为基础,兼顾综合性、特色性实验,便于培养学生的实验技能、动手能力、工程实践能力和创新能力。

本书可作为高等院校冶金工程专业本科生的实验教材,亦可供冶金相关专业的工程技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

冶金工程实验教程/张明远主编. —北京:冶金工业出版社, 2012. 1

高等学校“十二五”实验实训规划教材

ISBN 978-7-5024-5779-2

I. ①冶… II. ①张… III. ①冶金—实验—高等学校—教材 IV. ①TF03

中国版本图书馆CIP数据核字(2011)第242517号

出 版 人 曹胜利

地 址 北京北河沿大街高祝院北巷39号,邮编100009

电 话 (010)64027926 电子信箱 yjcb@cnmip.com.cn

责任编辑 王 优 美术编辑 李 新 版式设计 葛新霞

责任校对 禹 蕊 责任印制 牛晓波

ISBN 978-7-5024-5779-2

北京兴华印刷厂印刷;冶金工业出版社发行;各地新华书店经销

2012年1月第1版,2012年1月第1次印刷

787mm×1092mm 1/16;12.5印张;300千字;190页

28.00元

冶金工业出版社投稿电话:(010)64027932 投稿信箱:tougao@cnmip.com.cn

冶金工业出版社发行部 电话:(010)64044283 传真:(010)64027893

冶金书店 地址:北京东四西大街46号(100010) 电话:(010)65289081(兼传真)

(本书如有印装质量问题,本社发行部负责退换)

前 言

高等工科院校是培养工程师的“摇篮”，工程的最大特点是具有很强的实践性。冶金工程专业的培养目标是培养具有显著行业特性和工程实践能力的应用型人才，而应用型人才的培养需要理论与实践非常紧密地结合。实践课程体系的改革，将原来分散的课程实验和依附于理论课的随堂实验整合为独立的、系统性的实验教学体系。重庆科技学院通过与企业共建工程实验教学平台，并在中央与地方共建实验室、学校实验室建设经费和重庆钢铁集团公司的资助下，冶金工程实验的硬件条件得到大幅度改进，并通过实验教学改革和产、学、研合作，补充完善了相关实验项目，同时在冶金工程实验教学方面积累了较为丰富的经验。根据学科发展和卓越工程师教育培养计划的要求，以及工科类应用型本科院校冶金工程专业钢铁冶金方向的实验教学计划，重庆科技学院特组织相关人员编写了本书。

本书按照课程设置的需要共分9章，着重介绍了冶金原理课程涉及的某些物质物理量及其变化的测定方法和应用实验，冶金传输原理课程涉及的动量、热量传输实验，冶金自动化课程涉及的热工测试技术及其在实际设备测试中的应用实验，煤基本特性和燃烧性能的检测实验，炼铁原料基本性能的测定和烧结、球团造块实验，矿石的岩相矿相实验，焦炭冷强度和热性能的检测方法，炼铁入炉原料高温冶金性能的检测实验，感应炉热模拟炼钢的基本工艺和虚拟炼钢实验等内容，突出了全面性和实用性，注重与工程实践的结合，力求有所创新。各院校可以根据专业需要、实验室条件和教学时数，选择安排具体实验内容。

本书的编写人员为重庆科技学院冶金工程专业的教师张明远、邓能运、袁晓丽、杨艳华、杨治立及重庆钢铁集团公司炼铁厂的技术人员赵仕清和烧结厂的技术人员胡刚，由张明远担任主编，并负责本书的策划和统稿，由邓能运、

袁晓丽担任副主编。具体编写分工为：邓能运编写第1~3章，杨艳华编写第4章，袁晓丽、胡刚共同编写第5章，袁晓丽编写第6章，张明远编写第7章，张明远、赵仕清共同编写第8章，杨治立编写第9章。

在编写过程中得到了重庆科技学院朱光俊教授和万新教授、重庆钢铁集团公司钢研所刘鹏高工以及重庆科技学院冶金实验室朱红、柳浩老师的大力帮助，在此向他们表示衷心的感谢。同时，本书的编写参考了国内外公开发表的文献资料，编者向有关作者和出版社一并表示诚挚的谢意。

由于编者水平所限，书中不妥之处，敬请读者批评指正。

编 者
2011年9月

目 录

1 冶金原理实验	1
实验 1 碳气化反应平衡气相成分的测定	1
实验 2 用固体电解质电池测金属氧化物的标准生成吉布斯自由能	5
实验 3 碳酸盐分解压力的测定	9
实验 4 物质反应速度的测定	11
实验 5 相图的测定	13
实验 6 熔体表面张力的测定	16
实验 7 炉渣熔化温度的测定	20
实验 8 固态物质物性的综合分析	22
实验 9 炉渣性能的综合测定	24
实验 9-1 黏度的测定	24
实验 9-2 表面张力的测定	28
实验 9-3 密度的测定	30
实验 10 氧化物在熔渣中的溶解动力学	33
实验 11 高温炉综合实验	35
2 传输原理实验	38
实验 1 流体力学实验	38
实验 1-1 流体流速和流量的测量	38
实验 1-2 附面层的特性	40
实验 1-3 流体流动时的能量平衡	43
实验 1-4 流体通过突然扩张段时的特性	46
实验 1-5 流体通过弯管时的特性	48
实验 1-6 流态化	51
实验 1-7 流体流动状态	53
实验 1-8 阻力综合参数的测定	56
实验 2 传热学实验	66
实验 2-1 换热器综合性能的测试	66
实验 2-2 强制对流换热系数的测定	69
实验 2-3 材料导热系数的测定	75
实验 2-4 中温法向辐射率的测量	81
实验 2-5 自由对流横管管外放热系数的测定	84

实验 2-6 综合传热实验	87
3 冶金自动化技术实验	91
实验 1 热电偶的制作与校验	91
实验 2 热电高温计测温	93
实验 3 动圈表的校验	95
实验 4 温度变送器的使用及调整	97
实验 5 压力变送器的使用及调整	98
实验 6 调节器的使用及调整	100
实验 7 压力表的校验	103
实验 8 可编程控制器	105
实验 8-1 基本指令的编程练习	106
实验 8-2 水塔水位控制的模拟控制	109
实验 8-3 LED 数码显示控制	111
实验 8-4 天塔之光的模拟实验	112
4 煤资源综合实验	113
实验 1 煤粉综合性能的测试	113
实验 1-1 煤可磨性指数的测定	113
实验 1-2 煤粉爆炸性的测定	115
实验 1-3 煤粉着火点的测定	116
实验 1-4 煤粉发热量的测定	118
实验 1-5 煤粉的粒度分析	119
实验 2 煤粉燃烧特性的测试	121
5 铁矿粉造块实验	123
实验 1 物料基本性能的测定	123
实验 1-1 物料密度的测定	123
实验 1-2 物料比表面积的测定	126
实验 1-3 物料成球性能的测定	129
实验 1-4 生石灰活性度的测定	132
实验 1-5 膨润土性质的测定	133
实验 2 烧结实验	135
实验 3 球团实验	141
6 岩相矿相实验	146
实验 1 矿物的偏光显微镜鉴定	146
实验 2 矿物的反光显微镜鉴定	153

7 焦炭冶金性能实验	158
实验 1 焦炭筛分组成及机械强度的测定	158
实验 2 焦炭反应性及反应后强度的测定	159
8 冶金原料高温性能实验	163
实验 1 减重法测铁矿石的还原度	163
实验 2 铁矿石熔滴性能的测定	165
实验 3 铁矿石低温还原粉化性能的测定	166
实验 4 球团矿还原膨胀指数的测定	168
实验 5 烧结矿、铁矿石转鼓指数的测定	171
9 炼钢专业实验	173
实验 1 钢中非金属夹杂物的金相鉴定	173
实验 2 不定型 MgO 质坩埚的制备	177
实验 3 感应炉熔炼实验	179
实验 4 非真空浇注成型实验	182
实验 5 取向永磁合金造型工艺实验	182
实验 6 虚拟仿真转炉炼钢实验	184
附录	187
附录 1 重现性和实验次数	187
附录 2 ZGJL 0.025-100-2.5B 型感应炉操作规程	188
参考文献	190

1 冶金原理实验

冶金原理实验是在高温下研究物质的物理性质及物质与化学反应间的关系的一门实验学科。

实验是以测定某些物质的物理量及其变化为基本内容，并将实验数据加以正确地整理归纳，进行科学分析而寻求被研究量间的重要规律。因此，要拟定实验方案，选择具有一定精密度的仪器设备和适当的方法进行测量。

实验目的是让学生了解高温实验研究方法和实验技术以及实验数据的处理，并进行实验结果的分析和讨论，从而加深对基本概念和理论的理解，培养发现问题和解决问题的能力。

通过实验的实际操作训练，可使学生熟悉一些物理化学现象，掌握冶金原理实验常用仪器设备和实验方法。

实验 1 碳气化反应平衡气相成分的测定

A 实验目的

- (1) 在恒温恒压下测定碳气化反应的平衡气相成分；
- (2) 掌握高温下碳气化反应平衡常数的测定方法；
- (3) 了解各种因素（主要是温度）对反应平衡的影响。

B 实验原理

反应 $C + CO_2 \rightleftharpoons 2CO$ 的体系的自由度为：

$$f = k - \phi + 2 = 2 - 2 + 2 = 2$$

式中 k ——组元数；

ϕ ——相数。

当取温度 (T) 和总压 ($p = p_{CO_2} + p_{CO}$) 为独立变量时，则平衡气相成分是 T 和 p 的函数，而与原始气相成分无关。

又

$$K^\ominus = \frac{\left(\frac{p_{CO}}{p^\ominus}\right)^2}{\frac{p_{CO_2}}{p^\ominus}}$$

而

$$p_{CO} = \varphi_{CO} p, p_{CO_2} = \varphi_{CO_2} p$$

故

$$K^\ominus = \frac{\varphi_{CO}^2 p}{\varphi_{CO_2} p^\ominus}$$

可见，在恒压（ p 等于外界大气压）下，平衡气相成分只与温度有关。该反应为吸热反应，在恒压下，温度升高， K^\ominus 值增大，平衡气相成分中 φ_{CO} 增加，而 φ_{CO_2} 减少。

C 实验装置

碳气化反应实验装置见图 1-1，由以下四部分组成：

(1) CO_2 气体及清洗系统。 CO_2 由气体钢瓶经减压后产生。 CO_2 经三通阀 K_1 进入洗气瓶，当 CO_2 气泡穿过瓶内的浓硫酸时，其水汽即被吸收。

(2) 气体循环系统。气体循环系统由反应瓷管、储气瓶和压气瓶构成，压气瓶中盛有酸化水。提高压气瓶 6 的水位，储气瓶 4 的水位相应升高，迫使其内气体经瓷管而进入储气瓶 5；反之，提高压气瓶 7 的水位，则迫使气体逆向进入储气瓶 4。这样交替重复以上操作，使气体在瓷管内来回循环，不断掠过碳表面而充分接触，使反应尽快达到平衡。

(3) 气体分析系统。气体分析系统采用奥氏气体分析器，由 CO_2 吸收瓶、量气瓶和平衡瓶组成。其中，吸收瓶内盛有 33% KOH 溶液；平衡瓶内盛有酸化水。提高平衡瓶，量气瓶内的平衡气体被赶入吸收瓶，而其中的 CO_2 即被 KOH 溶液吸收。

(4) 电源及控制系统。采用管式电阻炉加热，并用热电偶测控炉温，电炉经温度控制器接于 220V 电源上。按住控制器温度“▲”或“▼”键便可改变炉温，通过热电偶的反馈及温度控制器的调节作用使之恒温，其值由温度显示面板显示。

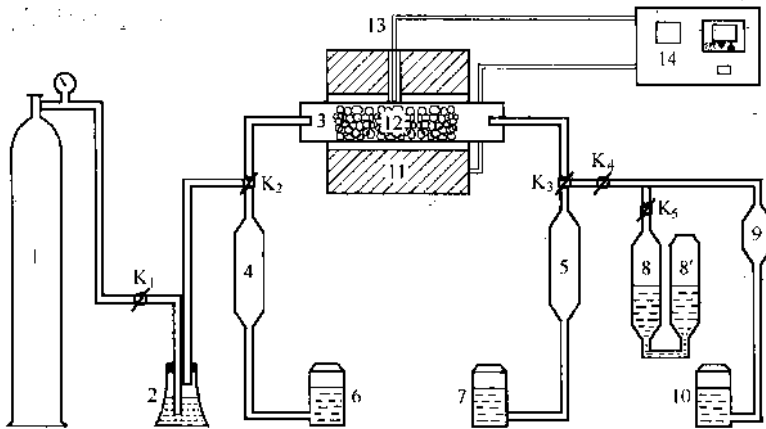


图 1-1 碳气化反应实验装置示意图

1—气体钢瓶；2—洗气瓶；3—反应瓷管；4、5—储气瓶；6、7—压气瓶；8、8'—吸收瓶；
9—量气瓶；10—平衡瓶；11—电阻炉；12—木炭；13—热电偶；14—温度控制器

D 实验步骤

(1) 按图 1-1 熟悉仪器设备。

(2) 装试样。将烘干的数克木炭置于瓷管内的高温带，用橡皮塞塞紧管口，并用石蜡密封。

(3) 漏气检查。为充分利用时间，检查漏气与通电升温可同时进行。首先关闭减压阀，再打开气体钢瓶阀门，然后微开减压阀。将 K_2 和 K_3 置于三通位置，而让 K_4 位于不

通大气的三通位置，并旋 K_5 至三通位置，然后缓慢旋 K_1 使洗气瓶内有 CO_2 气泡冒出，待数分钟后若再无气泡冒出，则整个系统不漏气。如果系统漏气，应分段检查与处理，具体如下：

1) 清洗系统。缓慢旋 K_1 使洗气瓶内有 CO_2 气泡冒出，然后旋 K_2 关断 CO_2 出口，待数分钟后洗气瓶内无气泡冒出，则系统不漏气。

2) 循环系统。旋 K_2 和 K_3 使储气瓶 4、5 仅与瓷管相通，提高高压气瓶 6 或 7 到某一高度，若储气瓶 4 或 5 的液面不持续变化，则系统不漏气。

3) 分析系统。在吸收瓶 8 仅与量气瓶相通时，升降平衡瓶，使吸收瓶 8 与 8' 有一定高度差，再旋 K_5 关闭吸收瓶 8 的通道，若其液面高度不变化，则不漏气。同理，使量气瓶与平衡瓶有一定高度差，若量气瓶的液面高度不变化，则不漏气。

(4) 通电升温。装置不漏气即可通电升温。打开控制器电源，按住控制器温度“▲”或“▼”键，输入实验温度值，电炉自动升温至所控温度并恒温。

(5) 驱除系统内废气。本操作可与通电升温同时进行。旋 $K_1 \sim K_4$ ，让发生器产生的 CO_2 （流量约为 $50\text{mL}/\text{min}$ ，相当于洗气瓶内产生气泡的速率为 3 个/s）将此段内废气（空气）排入大气。与此同时，相继提高高压气瓶 6 和 7，则储气瓶 4 和 5 被水充满，将废气排走。为排走储气瓶 4 上端颈部至 K_2 间管内废气，可旋转 K_2 让少量（20 ~ 30mL） CO_2 将此端内废气驱入储气瓶 4 内，然后再旋 K_2 ，提高高压气瓶 6，把 CO_2 与废气的混合气体排入瓷管而赶入大气。反复操作 2、3 次，尽可能保证此端内气体接近纯 CO_2 。最后，让储气瓶 4 充满水，并旋 K_2 使瓷管仅与洗气瓶相通。可用类似操作使储气瓶 5 上端颈部至 K_3 间管内废气排入大气，再让储气瓶 5 充满水，使瓷管仅与大气相通。

(6) 取 CO_2 气体。待驱气约 10min 后体系内废气被排尽，即可取 CO_2 气体。首先旋 K_4 使之三向不通。旋 K_2 使洗气瓶仅与储气瓶 4 相通。用较小气流量（为驱气量的 $1/3 \sim 1/2$ ）让 CO_2 进入储气瓶 4，待储气瓶 4 储满 CO_2 气体后，再旋 K_1 和 K_2 切断 CO_2 气源。

(7) 气体循环。当炉温升到接近实验温度时，即可开始气体循环。旋 K_2 与 K_3 ，使储气瓶 4 仅与 5 相通，缓慢交替提高（或降低）压气瓶 6 和 7，使气体在储气瓶 4 和 5 内来回循环，让 CO_2 气体不断地与瓷管中的碳反应。从炉温升到实验温度并恒定算起，至少应再循环 15 ~ 20min，实验温度低时取上限。当碳被充分气化、反应达平衡后，将平衡气体赶入储气瓶 5。

(8) 气体分析。

1) 排出吸收瓶 8 中废气。

①旋 K_4 使量气瓶与大气相通，提高平衡瓶，使量气瓶液面升到某一高度，旋 K_5 关闭大气通道。

②旋 K_5 使吸收瓶 8 仅与量气瓶相通，利用平衡瓶降低量气瓶液面，将吸收瓶 8 内废气抽入量气瓶，使吸收瓶 8 的液面上升到规定（充满）高度。

③最后旋 K_5 ，关闭吸收瓶 8，使其液面不再下降。

2) 排出量气瓶中废气。旋 K_4 使其仅与大气相通，提高平衡瓶将量气瓶中废气排入大

气，再旋 K_1 隔断大气，使量气瓶内液面固定在零刻度处而不再下降。

3) 清除 K_3 至量气瓶间管内废气。

①先提压气瓶 7，再旋 K_3 和 K_4 （注意不能通大气），让平衡气体（20~30mL）把此段内残气赶入量气瓶。

②先提高平衡瓶，再旋 K_4 ，使量气瓶仅与大气相通，将废气排至大气，并及时旋 K_4 ，不让大气再进入气体分析器。

③重复步骤①与②再操作一次，管道内废气基本上被平衡气体所代替。

4) 取平衡气体 100mL。

①提高压气瓶 7 并旋 K_4 （不能通大气），让平衡气体进入量气瓶，待瓶内液面略超过 100mL 后，旋 K_4 使之三向不通（此时可升温）。

②提高平衡瓶内压缩气体压力，再用手夹夹紧量气瓶和平衡瓶间的橡皮管，使气体体积刚好为 100mL，并旋 K_4 使量气瓶仅与大气相通（此时有少量气体经 K_4 排入大气）。瞬间，量气瓶内气压与外界大气压相等，迅速旋 K_4 使之三向不通。

③松开手夹，移动平衡瓶，将量气瓶和平衡瓶两液面调到同一水平位置，并检验量气瓶内气体体积是否降到 100mL。如仍超过 100mL，应按照步骤②操作，直至两液面都位于 100mL 刻度为止。

5) 吸收 CO_2 。记下吸收瓶 8 的液面位置，旋 K_5 使量气瓶与吸收瓶 8 相通，提高平衡瓶，将量气瓶内的气体赶入吸收瓶 8，再降低平衡瓶，把气体抽入量气瓶。反复升降平衡瓶，使气体与 KOH 溶液充分接触， CO_2 被吸收。

6) 读数。反复上述操作 4~6 次后，可以检查 CO_2 是否被完全吸收。

①将吸收瓶 8 液面恢复到吸收以前的液面位置，并旋 K_5 使致关闭不通。

②移动平衡瓶，将量气管和平衡瓶两液面调到同一水平位置，记下量气瓶中气体的体积，即 CO 的体积 (V_{CO})，因此：

$$\varphi_{\text{CO}} = \frac{V_{\text{CO}}}{V} \times 100\% = \frac{V_{\text{CO}}}{100} \times 100\%$$

$$\varphi_{\text{CO}_2} = \frac{V - V_{\text{CO}}}{V} \times 100\% = \frac{V_{\text{CO}_2}}{100} \times 100\%$$

③重复步骤 5) 操作，吸收 CO_2 ，再读数。若两次读数相同，证明 CO_2 被全部吸收。

(9) 将炉温控制在另一温度上，自步骤 (6) 起继续操作。

(10) 实验完毕，按操作规程切断电源和 CO_2 气源，并让 $K_2 \sim K_4$ 全部置于三通位置。

E 实验注意事项

(1) 必须缓慢开 K_1 且不能全开通，每次旋转三通阀 $K_2 \sim K_4$ 的方向要正确。

(2) 不能使吸收瓶 8 内的 KOH 溶液与量气瓶的酸化水相互吸入而混合，压气瓶里的酸化水不可进入瓷管，以免炸裂。

(3) 让碳充分气化，使反应达到平衡。

(4) 必须让 CO_2 被 KOH 溶液完全吸收。

F 实验数据记录与计算

实验数据见表 1-1。

表 1-1 实验数据记录表

室温：_____℃，大气压：_____ Pa

次 数	温度/℃	平衡气相成分		K^\ominus	$\Delta_r G_m^\ominus / \text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$
		φ_{CO}	φ_{CO_2}		
1					
2					
3					
4					

G 实验数据处理与分析

(1) 绘制 $\varphi_{\text{CO}}-t(^\circ\text{C})$ 关系曲线，并与 $p = 101325 \text{ Pa}$ 时的标准曲线比较，然后进行结果讨论并分析偏差原因。

(2) 绘制 $\lg K^\ominus - 1/T(\text{K})$ 直线，由图求斜率并计算 $\Delta_r H_m^\ominus$ 值。

(3) 用最小二乘法求出 $\Delta_r G_m^\ominus = f(T)$ 。将实验得到的 $\Delta_r G_m^\ominus = f(T)$ 与文献值 $\Delta_r G_m^\ominus = 170707 - 174.47T$ 作图比较，并讨论误差原因。

(4) 分析温度和大气压力改变时对实验的影响。

实验2 用固体电解质电池测金属氧化物的 标准生成吉布斯自由能

A 实验目的

(1) 学习用固体电解质电池测热力学数据的原理和方法；

(2) 在恒温恒压下测定电池电动势，并计算电池反应的 $\Delta_r G_m^\ominus$ ；

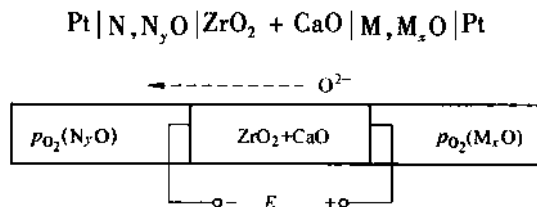
(3) 了解在高温下测定金属氧化物 M_xO 的标准生成吉布斯自由能 $\Delta_r G_m^\ominus(M_xO)$ 的方法。

B 实验原理

氧化物固体电解质电池通常用于测定气相中的氧分压或液态金属中的氧活度。

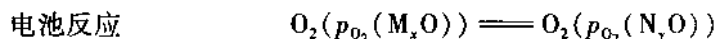
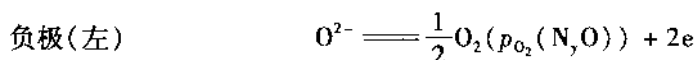
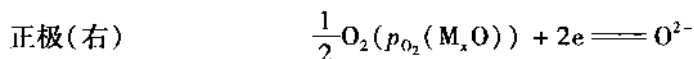
a 氧化物固体电解质的导电机理

氧化物固体电解质（如 $\text{ZrO}_2 + \text{CaO}$ 或 $\text{ZrO}_2 + \text{MgO}$ ）为 O^{2-} 导电，欲测定各种金属氧化物的 $\Delta_r G_m^\ominus(M_xO)$ ，可用 N 和 M 两种金属及其氧化物（ N_yO 和 M_xO ）组成如下固体电解质电池：



$$p_{O_2}(M_xO) > p_{O_2}(N_yO)$$

电池有两个电极，一个是已知氧分压的参比电极，由 $N + N_yO$ 混合粉组成；另一个是未知氧分压的待测电极，由 $M + M_xO$ 混合粉组成。两电极间用固体电解质隔开，并连接金属引线。在电解质与金属电极交界处发生电极反应，并分别建立起不同的平衡电极电位：



相当于氧从高氧分压端向低氧分压端迁移，其反应吉布斯自由能变化为：

$$\begin{aligned} \Delta_r G_m &= (G_{O_2,r}^\ominus + RT \ln p_{O_2}(N_yO)) - (G_{O_2,r}^\ominus + RT \ln p_{O_2}(M_xO)) \\ &= -RT \ln \frac{p_{O_2}(M_xO)}{p_{O_2}(N_yO)} \end{aligned}$$

在恒温恒压可逆条件下，体系自由能的减少等于外界所做的最大有用功，即电功。

因为

$$\Delta_r G_m = -nFE$$

所以

$$E = \frac{RT}{nF} \ln \frac{p_{O_2}(M_xO)}{p_{O_2}(N_yO)}$$

式中 n ——电子得失数；

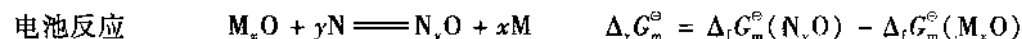
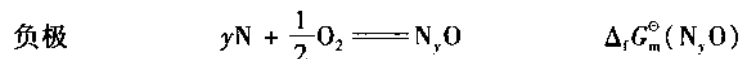
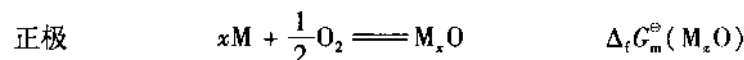
F ——法拉第常数， $F = 96485 \text{C/mol}$ ；

E ——电池电动势，V。

b 固体电解质电池的应用

通常都是通过测定固体电解质电池的平衡电动势，来确定金属氧化物的标准生成吉布斯自由能。

对于前述电池：



$$\text{故} \quad \Delta_r G_m^\ominus(M_xO) = \Delta_r G_m^\ominus(N_yO) - \Delta_r G_m^\ominus = \Delta_r G_m^\ominus(N_yO) + nFE^\ominus$$

以纯物质为标态时， $E = E^\ominus$ ，则：

$$\Delta_r G_m^\ominus(M_xO) = \Delta_r G_m^\ominus(N_yO) + nFE^\ominus$$

欲测定某一温度下的电池电动势 E ，若 $\Delta_r G_m^\ominus(N_yO)$ 已知，利用上式可得 $\Delta_r G_m^\ominus(M_xO)$ ；而测定一系列温度下的 E ，则可求出 $\Delta_r G_m^\ominus(M_xO) = f(T)$ 的关系式。

例如，本实验假定 NiO 的 $\Delta_r G_m^\ominus(NiO)$ （在 $911 \sim 1376 \text{K}$ 下， $\Delta_r G_m^\ominus(NiO) = -233635 +$

84.94T)为已知,欲测 Cu_2O 的 $\Delta_f G_m^\ominus(\text{Cu}_2\text{O})$, 故用 $\text{Ni} + \text{NiO}$ 混合粉作参比电极, 而以 $\text{Cu} + \text{Cu}_2\text{O}$ 混合粉为待测电极, 与固体电解质 $\text{ZrO}_2 + \text{CaO}$ 构成下列电池:

不锈钢丝 | Ni, NiO | $\text{ZrO}_2 + \text{CaO}$ | $\text{Cu}, \text{Cu}_2\text{O}$ | 不锈钢丝

$$\Delta_f G_m^\ominus(\text{Cu}_2\text{O}) = \Delta_f G_m^\ominus(\text{NiO}) + nFE = \Delta_f G_m^\ominus(\text{NiO}) + 2FE$$

测量某一温度下的电池电动势 E , 利用上式可算得 $\Delta_f G_m^\ominus(\text{Cu}_2\text{O})$; 而测出不同温度下的电动势 E , 可算得关系式 $\Delta_f G_m^\ominus(\text{Cu}_2\text{O}) = A + BT$ 。

C 实验装置

本实验由气体保护、加热与测控温及电动势测量三大系统组成, 如图1-2所示。

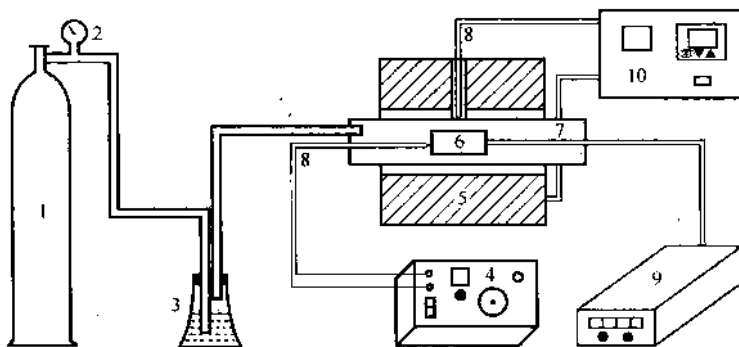


图1-2 固体电解质电池测定 $\Delta_f G_m^\ominus(\text{M}_2\text{O})$ 的装置

1—氢气瓶; 2—压力表与调节器; 3—气体清洗系统; 4—电位差计; 5—管式电阻炉;
6—固体电解质电池; 7—瓷管; 8—测控温热电偶; 9—数字电压表; 10—温度控制器

保护氩气经清洗后, 送入炉膛瓷管内。采用管式电阻炉加热固体电解质电池, 通过热电偶用温度控制器控温, 同时用电位差计测炉温。固体电解质电池电动势用数字电压表进行测量。

D 实验步骤

(1) 封装电池。

1) 将纯度不低于99.5%的镍粉和分析纯 NiO 粉以9:1的质量比在玛瑙研钵中混磨均匀。

2) 将不锈钢丝 ($\phi 0.5\text{mm}$) 一端弯成圈并插入瓷管底部; 然后装入混匀的 $\text{Ni} + \text{NiO}$ 粉, 约为瓷管高的一半 (要求钢丝与瓷管底部紧接, 装料充填密实); 再依次装入 Al_2O_3 粉及耐火纤维棉, 外层用高温快干水泥密封, 参比电极便制作完毕。

3) 用另一根同规格的不锈钢丝紧接在瓷管外表面且靠近底部。

4) 将纯度不低于99.5%的铜粉和分析纯 Cu_2O 粉也按9:1的质量比在玛瑙研钵中混磨均匀。

5) 在石英坩埚内装入少量混匀的 $\text{Cu} + \text{Cu}_2\text{O}$ 粉, 将底部盖满后放入装好的参比电极; 接着装入剩余的 $\text{Cu} + \text{Cu}_2\text{O}$ 粉, 约占坩埚高的一半 (也要求充填紧密); 再依次装入 Al_2O_3 粉及耐火纤维棉, 最外层用高温快干水泥密封。至此, 整个固体电解质电池即组装完毕,

如图 1-3 所示。

(2) 将电阻炉通电升温, 由控温热电偶经温度控制器将炉温稳定在所需实验温度 (750℃)。同时接通数字电压表电源, 预热 60min。

(3) 调整测温热电偶使其位于恒温带, 并将两极接入电位差计。

(4) 将钢瓶内的少量氩气经清洗系统净化干燥后送入炉膛瓷管内, 使之稍保持正压。

(5) 当炉温上升至实验温度且恒定后, 将固体电解质电池放入瓷管内预热数分钟, 然后置于炉膛的恒温带 (此时炉温略有下降), 同时把两电极接入直流数字电压表。

(6) 待炉温再次稳定后, 用数字电压表测出固体电解质电池的电动势 E 。与此同时, 用电位差计测量炉温并记录。

(7) 每隔 30s, 同时读取测温热电偶所示温度和电池电动势。

(8) 按步骤(2)~(7)操作, 分别重测 800℃ 及 850℃ 下的电池电动势。

(9) 实验完毕后, 切断电源和气源。

E 实验数据记录与计算

实验数据见表 1-2。

表 1-2 实验数据记录表

室温: _____℃, 试样名称: _____, 参比电极: _____,

待测电极: _____, 固体电解质种类: _____, 电极名称: _____

参数 次数	一 组		二 组		三 组	
	温度/mV	E/V	温度/mV	E/V	温度/mV	E/V
1						
⋮						
20						
平均值						

F 实验数据处理与分析

(1) 计算电池反应的 $\Delta_r G_m^\ominus$ 和氧化物生成反应的 $\Delta_r G_m^\ominus (M_xO)$ 。

(2) 用最小二乘法求电池反应的 $\Delta_r G_m^\ominus = f(T)$ 。

(3) 比较实验值与文献值, 作出 $\Delta_r G_m^\ominus (Cu_2O)_x - T$ 图与 $\Delta_r G_m^\ominus (Cu_2O)_x - T$ 图, 并分析误差原因。

(4) 简述用固体电解质电池测定金属氧化物的标准生成吉布斯自由能的基本原理。

(5) 概述如何判定电池已经失效, 并做出解释。

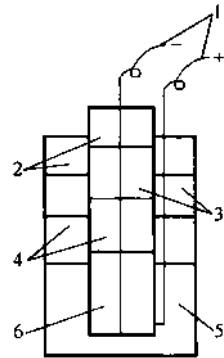


图 1-3 固体电解质电池的结构

1—不锈钢丝; 2—高温快干水泥;

3—耐火纤维棉; 4— Al_2O_3 粉;

5— $Cu + Cu_2O$ 粉;

6— $Ni + NiO$ 粉

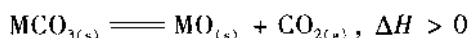
实验3 碳酸盐分解压力的测定

A 实验目的

- (1) 学习用静态法测定碳酸盐的分解压力；
- (2) 了解温度对碳酸盐分解压力的影响；
- (3) 了解低真空技术及真空泵和压力计的使用方法。

B 实验原理

碳酸盐加热时发生分解：



反应在一定温度下达到平衡时， CO_2 气体的分压称为碳酸盐在该温度下的分解压力。

若气相 (CO_2) 与两凝聚相 (MCO_3 及 MO) 平衡共存，且两凝聚相之间不形成固溶体，其自由度 $f = k - \phi + 2 = 2 - 3 + 2 = 1$ ，说明分解压仅是温度的函数，即 $p_{\text{CO}_2} = f(T)$ ，而与系统各组元的相对量无关。

上述反应的平衡常数为：

$$K^{\ominus} = \frac{p_{\text{CO}_2} \cdot a_{\text{MO}}}{p^{\ominus} \cdot a_{\text{MCO}_3}} = \frac{p_{\text{CO}_2}}{p^{\ominus}}$$

故 $\Delta_r G_m = \Delta_r G_m^{\ominus} + RT \ln J = -RT \ln K^{\ominus} + RT \ln J = RT \ln p'_{\text{CO}_2} - RT \ln p_{\text{CO}_2}$

当 $p'_{\text{CO}_2} > p_{\text{CO}_2}$ 时， $\Delta_r G_m > 0$ ，分解反应逆向进行。

当 $p'_{\text{CO}_2} < p_{\text{CO}_2}$ 时， $\Delta_r G_m < 0$ ，分解反应正向进行。

当 $p'_{\text{CO}_2} = p_{\text{CO}_2}$ 时， $\Delta_r G_m = 0$ ，分解反应达到平衡。

欲在一定气相分压 p_{CO_2} 下使 MCO_3 发生分解，有如下两种方法：

(1) 在一定温度下必须降低气相分压 p_{CO_2} ，即将体系抽成真空；

(2) 如不降低气相分压 p_{CO_2} ，就要提高温度。

通过实验测定一系列温度下的碳酸盐分解压力，便可绘出 $p_{\text{CO}_2}-T$ 曲线。

本实验采用静态法测定，是将被测碳酸盐放在已抽真空的容器内加热，使其在一定温度下分解，直接用压力计测定反应达平衡时 CO_2 的分压。

静态法只适于测定分解压力较大的化合物。

C 实验装置

实验装置见图 1-4。

D 实验步骤

(1) 装样。在反应瓷管中装入烘干的碳酸钙粉，置于瓷管恒温带，然后用橡皮塞塞紧，可用真空封蜡密封。

(2) 抽真空。先打开压力计电源，预热一定时间后，在系统无压力时采零。旋转真空三通阀 K 至三通位置，启动真空泵，启动完毕后，缓慢旋 K，使反应系统仅与真空泵相通而抽真空。待压力计读数不再变化时，先旋转 K 切断真空泵与系统（注意系统勿通大气）