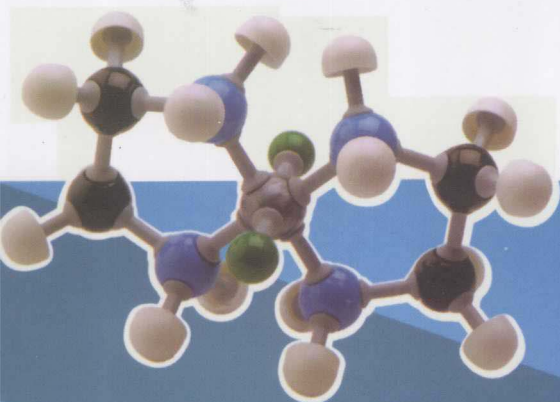


材料科学与工程实验系列教材

总主编 崔占全 潘清林 赵长生 谢峻林
总主审 王明智 翟玉春 肖纪美



超硬材料及制品专业实验教程

主 编 李 颖
副主编 宋 城 李晓普

荟材料实验之经典 拓学生创新之潜力

数十所高校参与、多家出版社联合打造
材料科学与工程实验教学研究会倾力推荐

冶金工业出版社
国防工业出版社

北京大学出版社
哈尔滨工业大学出版社

材料科学与工程实验系列教材

总主编 崔占全 潘清林 赵长生 谢峻林

总主审 王明智 翟玉春 肖纪美

超硬材料及制品专业实验教程

主 编 李 颖

副主编 宋 城 李晓普

北 京

冶 金 工 业 出 版 社

北 京 大 学 出 版 社

国 防 工 业 出 版 社

哈 尔 滨 工 业 大 学 出 版 社

2014

内 容 提 要

本书主要介绍超硬材料制造、超硬材料烧结制品、超硬材料电镀制品、普通磨料制造、陶瓷磨具制造、有机磨具制造、温度检测与控制等相关内容的实验。包括超硬磨料质量检测与分析、超硬磨料表面镀覆综合实验、金属粉末工艺性能综合分析、镍和镍钴电镀液及其镀层性能测定分析、酚醛树脂合成及其性能检测、陶瓷结合剂性能检测与分析、温度的检测与控制系统设计、静压触媒法合成金刚石、金刚石陶瓷结合剂制品设计、金属结合剂金刚石工具制备及性能检测等 20 个实验。实验类型包括验证性、综合性、设计性、创新性等。本书适合超硬材料及制品、磨料磨具制造专业本专科学生使用, 同时也可用作超硬材料、磨料磨具行业职工培训教材及参考书。

图书在版编目(CIP)数据

超硬材料及制品专业实验教程/李颖主编. —北京:
冶金工业出版社, 2014. 8

材料科学与工程实验系列教材

ISBN 978-7-5024-6659-6

I. ①超… II. ①李… III. ①超硬材料—实验—
高等学校—教材 IV. ①TB39-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014) 第 169150 号

出 版 人 谭学余

地 址 北京市东城区嵩祝院北巷 39 号 邮编 100009 电话 (010)64027926

网 址 www.cnmp.com.cn 电子信箱 yjcb@cnmp.com.cn

责任编辑 李 臻 美术编辑 吕欣童 版式设计 孙跃红

责任校对 卿文春 责任印制 李玉山

ISBN 978-7-5024-6659-6

冶金工业出版社出版发行; 各地新华书店经销; 三河市双峰印刷装订有限公司印刷
2014 年 8 月第 1 版, 2014 年 8 月第 1 次印刷

787mm × 1092mm 1/16; 10.25 印张; 243 千字; 148 页

24.00 元

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

冶金工业出版社营销中心 电话 (010)64044283 传真 (010)64027893

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

冶金工业出版社天猫旗舰店 yjgy.tmall.com

(本书如有印装质量问题, 本社营销中心负责退换)

《材料科学与工程实验系列教材》

总编委会

总主编 崔占全 潘清林 赵长生 谢峻林

总主审 王明智 翟玉春 肖纪美

《材料科学与工程实验系列教材》

编写委员会成员单位

(按汉语拼音排序)

北方民族大学、北华航天工业大学、北京科技大学、成都理工大学、大连交通大学、大连理工大学、东北大学、东北大学秦皇岛分校、哈尔滨工业大学、河南工业大学、河南科技大学、河南理工大学、佳木斯大学、江苏科技大学、九江学院、兰州理工大学、南昌大学、南昌航空大学、清华大学、山东大学、陕西理工大学、沈阳工业大学、沈阳化工大学、沈阳理工大学、四川大学、太原科技大学、太原理工大学、天津大学、武汉理工大学、西南石油大学、燕山大学、郑州大学、中国石油大学(华东)、中南大学

《材料科学与工程实验系列教材》

出版委员会

(除出版本书出版社外, 其他出版社按汉语拼音排序)

冶金工业出版社 曹胜利 张 卫 刘小峰

北京大学出版社 杨立范 林章波 童君鑫

国防工业出版社 邢海鹰 辛俊颖

哈尔滨工业大学出版社 黄菊英 杨 桦 许雅莹

序 言

近年来,我国高等教育取得了历史性突破,实现了跨越式的发展,高等教育由精英教育变为大众化教育。以国家需求与社会发展为导向,走多样化人才培养之路是今后高等教育教学改革的一项重要内容。

作为高等教育教学内容之一的实验教学,是培养学生动手能力、分析问题、解决问题能力的基础,是学生理论联系实际纽带和桥梁,是高等院校培养创新开拓型和实践应用型人才的重要课堂。因此,实验教学及国家级实验示范中心建设在高等学校建设上至关重要,在高等院校人才培养计划中亦占有极其重要的地位。但长期以来,实验教学存在以下弊病:

1. 在高等学校的教学中,存在重理论轻实践的现象,实验教学长期处于从属理论教学的地位,大多没有单独设课,忽视对学生能力的培养;

2. 实验教师队伍建设落后,师资力量匮乏,部分实验教师由于种种原因而进入实验室,且实验教师知识更新不够;

3. 实验教学学时有限,且在教学计划中实验教学缺乏系统性,为了理论教学任务往往挤压实验教学课时,实验教学没有被置于适当的位置;

4. 实验内容单调,局限在验证理论;实验方法呆板、落后,学生按照详细的实验指导书机械地模仿和操作,缺乏思考、分析和设计过程,被动地重复几年不变的书本上的内容,整个实验过程是教师抱着学生走;设备缺乏且陈旧,组数少,大大降低了实验效果;

5. 整个高等学校存在实验室开放程度不够,实验室的高精尖设备学生根本没有机会操作,更谈不上学生亲自动手及培养其分析问题与解决问题的能力。

这样,怎么能培养出适应国家“十二五”发展规划以及建设“创新型

国家”需求的合格毕业生？

“百年大计，教育为本；教育大计，教师为本；教师大计，教学为本；教学大计，教材为本。”有了好的教材，就有章可循，有规可依，有鉴可借，有路可走。师资、设备、资料（首先是教材）是高等院校的三大教学基本建设。

为了落实教育部“质量工程”及“卓越工程师”计划，建设好材料类特色专业与国家级实验示范中心，实现培养面向21世纪高等院校材料类创新型综合性应用人才的目的，国内涉及材料科学与工程专业实验教学的40余所高校及国内四家出版社100多名专家、学者，于2011年1月成立了“材料科学与工程实验教学研究会”。“研究会”针对目前国内材料类实验教学的现状，以提升材料实验教学能力和传输新鲜理念为宗旨，团结全国高校从事材料科学与工程类实验教学的教师，共同研究提高我国材料科学与工程类实验教学的思路、方法，总结教学经验；目标是，精心打造出一批形式新颖、内容权威、适合时代发展的材料科学与工程系列实验教材，并经过几年的努力，成为优秀的精品课程教材。为此，成立“实验系列教材编审委员会”，并组成以国内有关专家、院士为首的高水平“实验系列教材总编审指导委员会”，其任务是策划教材选题，审查把关教材总体编写质量等；还组成了以教学第一线骨干教师为首的“实验教材编写委员会”，其任务是，提出、审查编写大纲，编写、修改、初审教材等。此外，冶金工业出版社、国防工业出版社、北京大学出版社、哈尔滨工业大学出版社等组成了本系列实验教材的“出版委员会”，协调、承担本实验教材的出版与发行事宜等。

为确保教材品位、体现材料科学与工程实验教材的国家级水平，“编委会”特意对培养目标、编写大纲、书目名称、主干内容等进行了研讨。本系列实验教材的编写，注意突出以下特色：

1. 实验教材的编写与教育部专业设置、专业定位、培养模式、培养计划、各学校实际情况联系在一起；坚持加强基础、拓宽专业面、更新实验教材内容的基本原则。

2. 实验教材编写紧跟世界各高校教材编写的改革思路。注重突出人才素质、创新意识、创造能力、工程意识的培养,注重动手能力,分析问题及解决问题能力的培养。

3. 实验教材的编写与专业人才的社会需求实际情况联系在一起,做到宽窄并举;教材编写应听取用人单位专业人士的意见。

4. 实验教材编写突出专业特色、深浅度适中,以编写质量为实验教材的生命线。

5. 实验教材的编写,处理好该实验课与基础课之间的关系,处理好该实验课与其他专业课之间的关系。

6. 实验教材编写注意教材体系的科学性、理论性、系统性、实用性,不但要编写基本的、成熟的、有用的基础内容,同时也要将相关的未知问题在教材中体现,只有这样才能真正培养学生的创新意识。

7. 实验教材编写要体现教学规律及教学法,真正编写出一本教师及学生都感觉到得心应手的教材。

8. 实验教材的编写要注意与专业教材、学习指导、课堂讨论及习题集等配套教材的编写成龙配套,力争打造立体化教材。

本材料科学与工程实验系列教材,从教学类型上可分为:基础入门型实验,设计研究型实验,综合型实践实验,软件模拟型实验,创新开拓型实验。从教材题目上,包括材料科学基础实验教程(金属材料工程专业);机械工程材料实验教程(机械类、近机类专业);材料科学与工程实验教程(金属材料工程);高分子材料实验教程(高分子材料专业);无机非金属材料实验教程(无机专业);材料成型与控制实验教程(压力加工分册);材料成型与控制实验教程(铸造分册);材料成型与控制实验教程(焊接分册);材料物理实验教程(材料物理专业);超硬材料实验教程(超硬材料专业);表面工程实验教程(材料的腐蚀与防护专业)等一系列与材料有关的实验教材。从内容上,每个实验包含实验目的、实验原理、实验设备与材料、实验内容与步骤、实验注意事项、实验报告要求、思考题等内容。

本实验系列教材由崔占全（燕山大学）、潘清林（中南大学）、赵长生（四川大学）、谢峻林（武汉理工大学）任总主编；王明智（燕山大学）、翟玉春（东北大学）、肖纪美（北京科技大学、院士）任总主审。

经全体编审教师的共同努力，本系列教材的第一批教材即将出版发行，我们殷切期望此系列教材的出版能够满足国内高等院校材料科学与工程类各个专业教育改革发展的需要，并在教学实践中得以不断充实、完善、提高和发展。

本材料科学与工程实验系列教材涉及的专业及内容极其广泛。随着专业设置与教学的变化和发展，本实验系列教材的题目还会不断补充，同时也欢迎国内从事材料科学与工程专业的教师加入我们的队伍，通过实验教材这个平台，将本专业有特色的实验教学经验、方法等与全国材料实验工作者同仁共享，为国家复兴尽力。

由于编者水平及时间所限，书中不足之处，敬请读者批评指正。

材料科学与工程实验教学研究会
材料科学与工程实验系列教材编写委员会

2011年7月

前 言

随着超硬材料行业的不断发展,新技术、新设备、新产品不断涌现,对合成制备超硬材料及制品的原材料选择、配方研究、制造工艺、检测方法等工艺与技术提出了更高的要求。为了满足超硬材料行业专业人才培养和工程技术人员培训的需求,特别是应用型本专科生的学习需求,需要编写一本与《超硬材料制造》《超硬材料烧结制品》《超硬材料电镀制品》《普通磨料制造》《陶瓷磨具制造》《有机磨具制造》等教材相配套的实验教材。本书就是在这样的背景下编写的。

本书以设计性综合实验为主线,从高温高压合成金刚石、检测、金刚石表面镀覆等超硬磨料制造实验开始,到金刚石烧结制品、陶瓷磨具等系统设计实验项目,积极引导学生正确使用实验仪器设备,科学设计实验过程,深入分析实验结果,探索发现科学问题,以达到使学生巩固对所学知识的理解、提高学生分析问题解决问题的能力、培养学生创新思维的目的。

全书共分八章,主要介绍金刚石合成理论基础、工艺与检测,超硬材料烧结金属、电镀、树脂、陶瓷结合剂等相关制品的制造原理、工艺及检测。实验后设有思考题,便于学生自学。本书充分体现“理论教学”“实验教学”“科学研究”相统一的原则,体现出基础与综合、理论与实践、传承与创新相结合的特色。

本书可作为超硬材料及制品专业的教学用书,也可用作超硬材料、磨料磨具行业工程技术人员的培训教材,适用60学时左右。

本书由河南工业大学李颖教授主编,具体编写分工为:胡余沛编写第一章实验1、实验2,第三章实验9,第四章实验10;黄浩编写第一章实验3,第六章实验14;李颖编写第一章实验4,第八章实验18;李晓普编写第二章实验5,第八章实验19、实验20,参编第一章实验1;尹学敏编写第二章实验6;宋城

VI 前 言

编写第三章实验 7、实验 8；樊雪琴编写第五章实验 11 ~ 实验 13；张克勤编写第七章实验 15、实验 16；李宝膺编写第七章实验 17。全书由李颖统稿。燕山大学王明智教授、河南工业大学邹文俊教授认真审阅了书稿，并提出许多宝贵意见。

本书在编写过程中得到河南工业大学材料科学与工程学院的大力支持，在此表示衷心感谢。

作者在编写本书过程中，参考了国内外专家的著作、研究成果等文献，在此表示感谢。由于编者水平所限，书中不当之处难免，恳请同行专家、读者批评指正。

编 者
2014 年 5 月

第一章 超硬磨料性能检测	1
实验 1 超硬磨料质量检测与分析	1
实验 2 超硬磨料表面镀覆综合实验	11
实验 3 金刚石表面真空镀钛实验	14
实验 4 激光粒度仪测定金刚石粒度	16
第二章 普通磨料性能检测	25
实验 5 磨料的 pH 值测定	25
实验 6 普通磨料性能检测综合实验	27
第三章 超硬材料烧结制品性能检测	41
实验 7 金属粉末工艺性能综合分析	41
实验 8 压坯密度分布测定	47
实验 9 金刚石砂轮质量检测——动偏差的测量	49
第四章 超硬材料电镀制品性能检测	52
实验 10 镍和镍钴电镀液及其镀层性能测定分析	52
第五章 有机磨具性能检测	58
实验 11 酚醛树脂合成及其性能检测	58
实验 12 PVA 浆料的合成及其浆布性能的测定	65
实验 13 橡胶可塑性的测定	69
第六章 陶瓷磨具性能检测	71
实验 14 陶瓷结合剂性能检测与分析	71
第七章 温度的检测与控制	75
实验 15 温度的检测与控制系统设计	75
实验 16 加热炉温度系统校正	80
实验 17 砂轮磨削性能检测	92

第八章 综合设计创新实验	97
实验 18 静压触媒法合成金刚石	97
实验 19 金刚石陶瓷结合剂制品设计	115
实验 20 金属结合剂金刚石工具制备及性能检测	140

第一章

超硬磨料性能检测

实验1 超硬磨料质量检测与分析

[实验目的]

掌握超硬磨料常用技术条件（如超硬磨料抗压强度、冲击韧性（TI 及 TTI）、堆积密度、形貌观察、磁化率、磁选等）的测定方法，以及相关仪器的使用方法，并依据行业标准，对所测材料的性能和应用范围进行综合评价和判断。

[实验原理及方法]

一、超硬磨料抗压强度测定原理

取某粒度号金刚石试样 40 粒，分别测定其在静压作用下破碎时的负荷值（以牛顿计）。计算出这 40 粒负荷值的算术平均值，并按规定舍去超过平均值一倍者，余者再求平均值，即得该试样的抗压强度值。

二、冲击韧性（TI 及 TTI）测定原理

取一定量超硬磨料基本粒，连同钢球一起装入试样管内，冲击后求得未破碎率。以未破碎率乘以 100 的数值来表征样品的冲击韧性（TI）。

将金刚石放在充有惰性气体的专用设备里加热后所测得的冲击韧性即为热冲击韧性（TTI）。

三、堆积密度测定原理

堆积密度系指在自然堆积的情况下，在空气中单位体积内所含磨粒的质量（ g/cm^3 ）。

超硬磨料堆积密度的测定方法就是将消除静电的干燥磨料，在无震动的情况下，经漏斗流出，通过固定的高度充满一个 10cm^3 容积的量筒，并用黄铜板按一定角度刮去余料，计量出单位体积内磨粒的质量。

四、金刚石形貌观察

(1) 金刚石与立方氮化硼（cBN）是世界上最硬的物质，其独特的晶体结构决定了它

的晶体形貌。理想的金刚石单晶应是六、八面体聚形，如图 1-1 所示。

但由于受合成腔物理、化学环境条件的影响，往往出现不平衡发育，使个别晶面异常生长，当 (111) 面受到抑制时，(100) 面将过度发育，使晶形向六面体发展，趋近于图 1-1a 所示的晶形。当 (100) 面受到抑制时，(111) 晶面将过度发育，使晶形向图 1-1b 所示的八面体发展，各种过渡晶形如图 1-1 所示。除此之外，由于受各种条件影响，晶体发育过程存在各种缺陷和杂质，例如夹杂物（包裹体）、气泡及堆垛层错等，这些都极大地影响到金刚石单晶的性能，因此备受重视。cBN 也具有同样的特点。

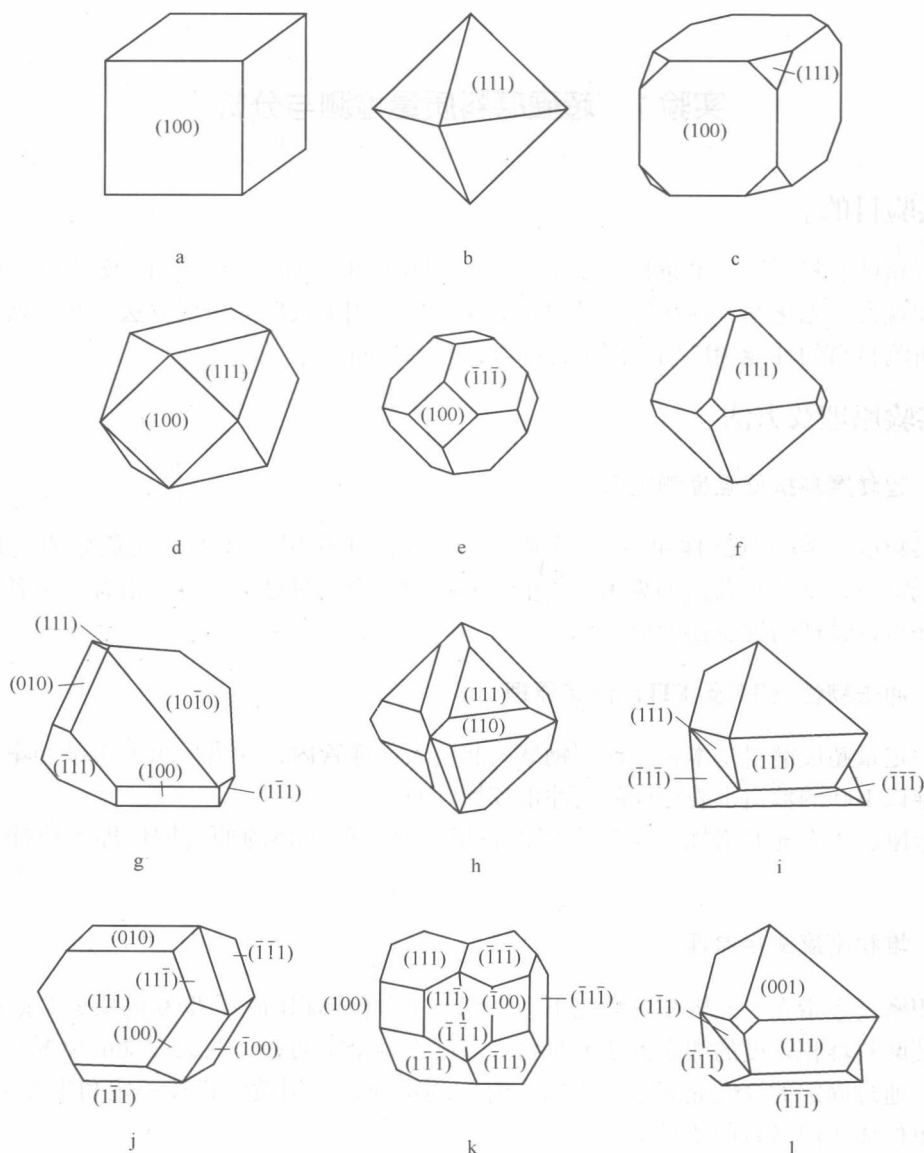


图 1-1 人造金刚石晶体形态

a—六面体；b—八面体；c~f—六面体和八面体聚形；g—畸形晶体；
h—八面体和十二面体聚形；i—尖晶石律双晶；j~l—聚形双晶

(2) 将待检金刚石磨料取样，于体视显微镜下观察，区分出等积形、非等积形、完整晶体、连聚晶体，并计算出各类所占比例。

五、磁化率测定原理

纯净的天然金刚石为非磁性物质。人造金刚石由于在合成过程中采用 Ni、Co、Fe、Mn 的合金作催化剂（触媒），故晶体内部含有不同量的金属杂质，这些杂质以包裹体的形式存在，致使金刚石晶体具有感磁性。金刚石磁性的大小用其磁化率来表征，见下式：

$$M = X_m H \quad (1-1)$$

式中， X_m 为磁化率，是一个无量纲的常数； M 为磁化强度； H 为磁场强度。

金刚石磁化率的大小不仅与其内部杂质和包裹体含量有直接的关系，而且也与其他的理化性质和质量指标（如热冲击强度、热稳定性、韧性、密度、色泽、透明度等）具有密切的关系。因此，通过测定磁化率这种简便的无损检测方式，检查和评价人造金刚石的质量状况，并为其合理使用和分类提供依据，具有重要的科学意义和实用价值。

JCC-B 型金刚石磁化率分析仪是专用于测定金刚石等弱磁颗粒状材料磁化率的一种检测仪器。其原理框图如图 1-2 所示。

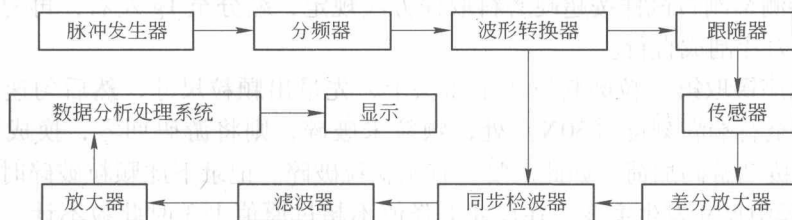


图 1-2 JCC-B 型金刚石磁化率分析仪原理框图

仪器采用电磁感应原理工作，首先由脉冲发生器产生高频振荡脉冲信号，再经过分频器转换成所需频率的方波信号。波形转换器通过权电路将方波转换成正弦波，经跟随器进行幅度控制后作用于传感器。当被测样品插入传感器中时，样品被磁化。产生一个磁场，叠加于传感器上，使传感器的平衡状态被打破，输出一个与被测样品感磁性成正比例的电压信号，差分放大器将该信号放大后送入同步检波器，同步检波器的作用是保持信号的相位一致性。检波后输出的信号经过滤波转换成直流信号，并经放大送入数据分析处理系统，最后由显示电路显示出被测样品的磁化率。

六、金刚石的磁选原理

在强磁场中，磁性颗粒与非磁性颗粒的感磁能力不同，因而所产生的运动轨迹也不同。磁性较强的颗粒受到的磁力大于重力，被吸到磁辊上并随其旋转。当颗粒随磁辊转至磁场作用力以外的位置时，磁性颗粒即从辊子脱落，进入强磁料斗；非磁性及弱磁性颗粒则因其重力大于磁力而从分料槽直接流入弱磁料斗中，从而达到磁选分离目的。

[实验仪器及材料]

(1) 抗压强度测定: 超硬磨料二分器、自动抗压强度测定仪、单颗粒抗压强度测定仪、待测磨料、载玻片、单面刀片等。

(2) 冲击韧性测定: $\phi 200\text{mm}$ 标准振筛机、 $\phi 75\text{mm}$ 检验筛网、冲击韧性测定仪及配套专用加热炉、天平(感量 0.1mg)、毛刷等。

(3) 堆积密度检测: 超硬磨料二分器、堆积密度测定仪、天平(称量 100g , 感量 0.0001g)、毛刷等。

(4) 金刚石形貌观察: 超硬磨料二分器、体视显微镜、计数器、载玻片、单面刀片、毛刷等。

(5) 磁化率检测仪器: JCC-B 型金刚石磁化率分析仪、一定量的金刚石(国产和进口两种)。

(6) 磁选仪器及材料: 人造金刚石磁选机、天平(称量 100g , 感量 0.01g)、毛刷等。

[实验内容及步骤]

一、抗压强度测定步骤

(1) 将待测金刚石试样按超硬磨料取样方法规定, 缩分至 1g 左右, 再勺取适量置于载玻片上, 用刀片刮成直行。

(2) 按顺序镊取第一粒磨料置于下压头上, 先量出颗粒尺寸, 然后匀速拨动游码加荷。若游码拨至右端满刻度 (30N) 处, 颗粒未破碎, 则将游码回零, 换成等重砝码加载, 然后重新拨动游码加荷。如此反复, 直至颗粒破碎。记录下此颗粒破碎时的总负荷值(若在加荷过程中尺寸发生突变, 在尺寸下降值不超过原值 $1/3$ 时此粒不计, 并要重测一粒)。

(3) 卸下加载的砝码, 将游码拨回零, 清理下压头, 镊取第二粒磨料, 开始下一颗磨料的测试。

(4) 测完 40 颗金刚石颗粒后, 即可按规定处理数据, 得出本试样的抗压强度值。

(5) 本方法适用于粒度为 $70/80 \sim 100/120$ 的超硬磨料抗压强度的测定; 粒度为 $16/18 \sim 60/70$ 的超硬磨料抗压强度的测定使用自动抗压强度测定仪。测定采用自动送样、自动加荷方式。

二、冲击韧性测定内容及步骤

1. 试样准备

(1) 筛取基本粒: 将待测试样用 $\phi 75\text{mm}$ 检验筛网在标准振筛机上筛分, 取基本粒(过上检查筛而不过下检查筛的颗粒)作为待测试样, 置于 $110^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 烘箱内烘干 1h , 取出放入干燥器中冷却至室温备用。

(2) 新钢球打毛: 把新钢球用酒精擦洗、晾干, 将其和粒度为 $40/45$ 的 0.5g 金刚石一起装入样管内, 按表 1-1 规定的冲击次数打毛钢球。