

自编实验指导书（2020-2021-1 学期）

2018 级新能源科学与工程专业

《实 验 指 导 书》

编写人：刘景景、何 逵、武传宝、徐众、王舟、赵曦光

（排名不分先后）

编 辑：杨 成

钒钛学院实验教学中心

2020 年 9 月

目录

《材料分析测试技术实验》	3
01 TG-DSC 热分析	4
02 XRD 物相测定实验	9
03 试样制备及 SEM 形貌观测与能谱分析	12
04 原子吸收光谱测定污水中 Cu^{2+} 的含量	15
《热与流体课程实验》	18
05 导热系数的测定	19
06 热处理炉、熔炼炉的参观实践	21
07 钢渗铝过程中质量传输实验	22
08 雷诺实验	28
09 伯努利方程实验	31
10 流量计校正测定实验	35
11 流体流动阻力的测定	39

《材料分析测试技术实验》

01 TG-DSC 热分析

(4 学时)

预习要求：

1. 课前必须认真预习将要做的实验。
2. 预习内容：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）；
3. 必须认真撰写预习报告，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；
4. 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；程序控温的炉子；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，试样才能回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：

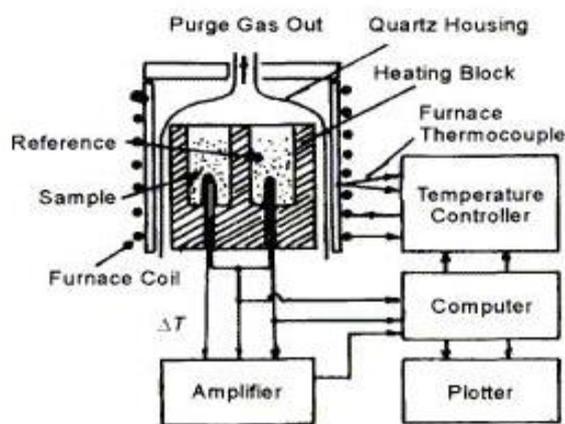


图 1 DTA 原理示意图

(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。

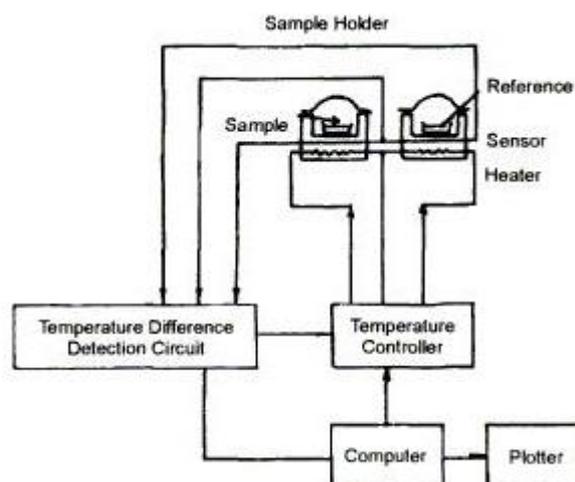
示差扫描量热分析法 (DSC) 是在程序控制温度下，测量输入到试样和参比物的功率差与温度之间关系的一种技术，试样和参比物分别由单独控制的电热丝加热，根据试样中的热

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，藉此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 1000K，铂或氧化铝材料的样品支持器，操作温度上限约至 1500K。

(2) 功率补偿型 DSC (Power Compensation Differential Scanning Calorimetry)，在样品和参比品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 $\Delta T > 0$ ；样品支持器组件在一冷媒腔体上面；试样支持器和参比支持器各自独立配置一个热阻传感器 (resistance sensor)——以测定支持器底部的温度，一个加热电阻丝——当由于试样相变而引致试样和参比间的温差大于阈值 (典型为 0.01K)，进行热量补偿，补偿的功率作为时间或温度的函数记录下来，补偿功率与试样的热容呈比例关系；基于样品支持器模型的选择，功率补偿性操作温度范围为：110-1000K；一般性示意图如右。



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、实验材料/试样/装置

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) 德国耐驰 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）5g，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：2000w

温度控制器： $\pm 0.01\text{k}$

升温速率：0~50k/min

气流控制：2 路吹扫，1 路保护，带流量计，5~190ml/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 10mg），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 10mg 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°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、实验报告要求

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、实验注意事项及安全操作规程

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？

02 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—组特定的 d 值 (如图 1 中的 d, d', d'', \dots)。

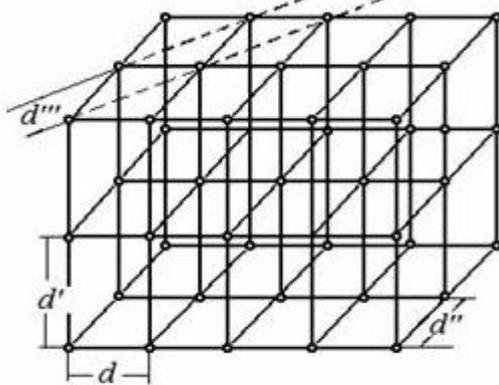


图 1 原子在晶体中的周期性排列

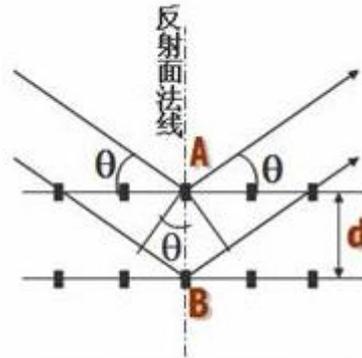


图 2 原子面网对 X 射线的衍射

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 - I 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。

03 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，其作用是将开关电路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。

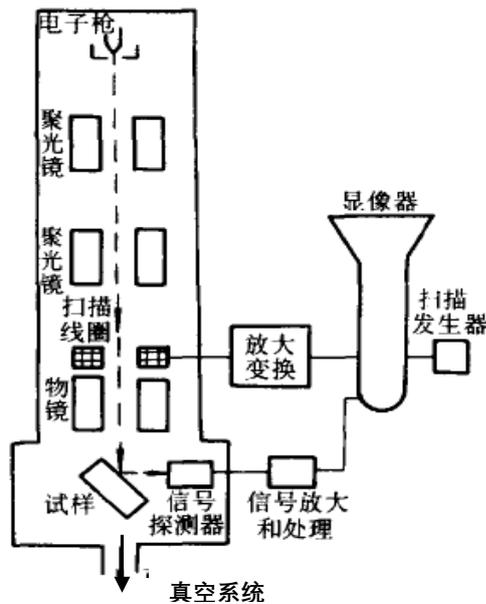


图1 扫描电镜结构原理示意图

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，放大倍数及其标尺。

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 $100\text{nm} \sim 1\text{mm}$ 深度。

背反射电子束成像分辨率一般为 $50 \sim 200\text{nm}$ （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 射线或叫韧致辐射。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 $500\text{nm} \sim 5\text{mm}$ 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 $10 \sim 15\text{mm}$ （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（ $0 \sim 30\text{kV}$ ），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？

04 原子吸收光谱测定污水中 Cu^{2+} 的含量

(4 学时)

预习要求：

1. 课前必须认真预习将要做的实验。
2. 预习内容：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）；
3. 必须认真撰写预习报告，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；
4. 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. 了解原子吸收分光光度计的工作原理、主要部件及类型，熟悉其性能和功用。
2. 初步掌握原子吸收分光光度定量分析法的标准曲线法。
3. 熟练掌握原子吸收分光光度计测定元素的含量方法。

二、实验内容

了解原子吸收分光光度计的工作原理、主要部件及类型，熟悉其性能和功用。理解原子吸收分光光度法的定量分析方法，学会正确操作原子吸收分光光度计测定元素的含量。使用原子吸收分光光度计测定水中 Cu 离子的含量。

三、实验仪器设备及消耗材料

1. 英国 PerkinElmer 仪器公司的 Aanalyst200 原子吸收分光光度计 1 台，乙炔气体 1 罐，空气压缩机 1 台。

2. 五水硫酸铜 1 瓶 (500g)，浓硫酸 50mL。

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 1.9641g 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 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1ml 含有 1mg 铜。

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

四、实验原理和方法

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）1~2%，相对误差 0.1~0.5%。

缺点：难熔元素、非金属元素测定困难、不能多元素同时分析。

五、仪器主要构件

原子吸收分光光度计由光源、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。本机只配备了火焰原子化装置。

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 3000C°
（3）氧-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 852.1nm 到砷 193.7nm。

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. 分析完毕存数据并可打印结果。
7. 退出 Windows，关机、关气、关电。

七、实验报告要求

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？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，不得更改原子吸收分光光度计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个人安全。

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？

《热与流体课程实验》

01 导热系数的测定

(4 学时)

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	$t_R/^\circ\text{C}$	$t/^\circ\text{C}$	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

02 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

03 钢渗铝过程中质量传输实验

计划学时：8学时

【实验目的】

- 1、了解质量传输基本原理在实际中的应用。
- 2、了解钢渗铝实验的基本步骤及其作用。
- 3、观察钢铁热浸渗铝后的组织，了解扩散过程，并能够运用质量传输理论进行解释。

【实验内容简述】

在热浸渗铝前，试样要进行表面预处理，经过除油、除锈、表面助镀处理；然后进行热浸渗铝实验；接着对一部分渗铝试样进行扩散退火；最后制备金相试样，利用SEM及XRD观察渗层组织形貌和物相组成。

【实验原理】

热浸渗铝钢是一种通过特殊表面处理的钢，通过热浸渗铝工艺钢铁表面生成一层 Al-Fe 合金层，钢材一般选取普通碳钢或低合金钢。热浸渗铝钢表面分为两层，分别是冶金结合层和铝铁合金层。热浸渗铝钢表层形成条件是液态铝与固态铁产生扩散反应，铁原子进行溶解和铝原子发生化学吸附，从而形成热浸渗铝钢层。钢材表面热浸渗铝过程是一个物理化学过程，它是由液态铝和固态铁之间互相吸附、浸润、溶解等物理过程及不同元素间的物理扩散和化学作用等过程组成的^[14]。从图 1 中 Fe-Al 平衡相图看出，在扩散过程中，表层与合金层界面形成高铝含量的 Fe-Al 金属间化合物 FeAl 相和 FeAl₂ 相，最后形成 Fe₂Al₅ 相。

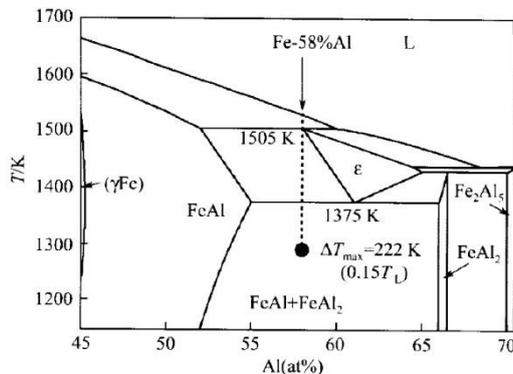


图 1 Fe-Al 平衡相图

热浸渗铝钢组织形成的具体过程为：液态铝与固态铁接触，固态铁外表附近发生铁原子和铝原子之间互相扩散和相界面反应，从而固、液两种金属中构成扩散层。钢材表面渗铝后从表面到心部的组织为：Al→FeAl₃(θ)→Fe₂Al₅(η)→FeAl₂(ξ)→FeAl(β)→Fe₃Al→含铝 α-Fe 过渡层→心部组织(F+少量 P)。

如图 2 所示，在渗铝前期，铝液进入钢铁表面接近试样处将发生短时间的部分降温，导致已构成的化合物不再向熔融铝的内部生长，并在一定程度上滞留在铁基体表面上，钢铁的表面形成 Fe-Al 固溶体；当液态铝与固态钢基体接触时，由于 Al、Fe 的相界面发生反应，基体表面被液态铝饱和，形成生成热最低的 FeAl₃ 和少量的 Fe₃Al、FeAl 化合物；随着 Al、Fe 原子扩散相互进行，FeAl₃ 相厚度不断的增加，FeAl₃ 相前界面上出现 Fe₂Al₅ 化合物微小区域，当微小区域范围满足一定的形核条件，基体中的铁原子进入 FeAl₃ 相层继续扩散时，Fe₂Al₅ 化合物继续增加，最终形成了含量多的 Fe₂Al₅ 相^[16]。这与图 1 的 Fe-Al 平衡相图是相符的。

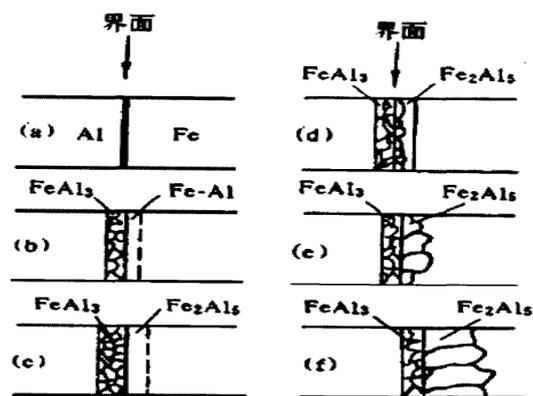


图 1.2 热浸铝层形成示意图^[16]

浸铝层的形成的原因是基体铁与溶液铝的界面反应和扩散反应得到的产物。从图 3 的 Fe_2Al_5 相三个单位晶格的叠落模可以看出, Fe_2Al_5 相的晶体结构具有特殊性, 其晶格结构形状为斜方型。 Fe_2Al_5 相的晶体结构在 C 轴上的晶格结点被铝原子占据, 剩余的铝原子和铁原子分别占据晶格内部或侧边上的晶格结点, 在 C 轴上有 25% 左右的空位。由于 Fe_2Al_5 相中铝原子沿 C 轴可以快速扩散, 所以铝原子可以通过 C 轴快速向基体内部高速扩散生长, 从而生长垂直基体试样表面的长舌状的晶体形态。

热浸渗铝钢特点: 第一, 耐腐性能、抗高温氧化性能、耐磨损性能强; 第二, 渗铝钢与不锈钢、耐热钢相比, 生产工艺较简单, 生产成本低, 硬度和强度高于纯铝材料。

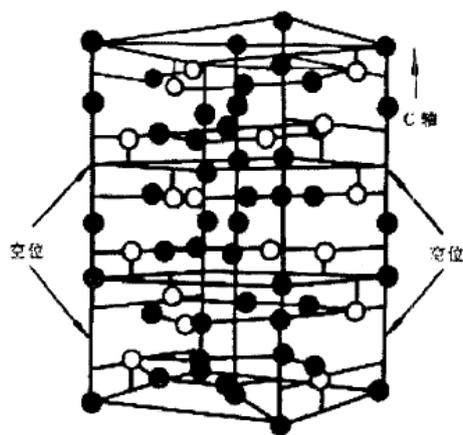


图 3 Fe_2Al_5 相三个单位晶格的叠落模^[17] (图中●为铝原子, ○为铁原子)

【实验材料/药品】

(1) 试样及渗铝剂

材料为 Q235 带钢, 尺寸为 50mm×15mm×3mm, 试验材料可根据具体情况由指导老师自行确定; 渗铝剂使用纯铝锭, 纯度为 99.5%。

(2) 实验所需药品及物品

氢氧化钠、丙酮、盐酸、硝酸、氟化钾、氯化钠、氯化钾、磷酸钠、亚硫酸钠、乌洛托品、无水乙醇、砂纸 (200、400、600、800、1000、1200 目)、金刚石抛光膏 (粒度: W2.5、W1.5) 等。

【实验设备/仪器/装置】

金相制备设备 (砂轮机、切割机、抛光机等)、金相数字显微镜、扫描电子显微镜、X 射线衍射仪、高温箱式电阻炉、电子天平 (精度 0.1mg)、石墨黏土坩埚、玻璃棒、硬毛刷子, 橡胶手套 4 双, 蒸馏水 10 升左右、烧杯若干等。其主要设备规格见表 1 所示。

表 1 实验主要设备规格

设备名称	设备型号
金相抛光机	P-2
金相切割机	Q-2
砂轮机	YS-250
金相数字显微镜	DM4000M
X 射线衍射仪	D8-Advance
扫描电子显微电镜	VEGA II XMH
高温箱式电阻炉	SX2-9-17TP

【实验方法及步骤】

(一) 渗铝过程

本实验采用的热浸渗铝工艺为 $770^{\circ}\text{C}\times 10\text{min}$ ，随后将热浸渗铝试样在 900°C 进行不同时间退火。原始试样必须使用不同粒度砂纸进行机械打磨至 800#，然后进行热浸渗铝与热扩散渗铝实验，工艺流程如图 4 所示。

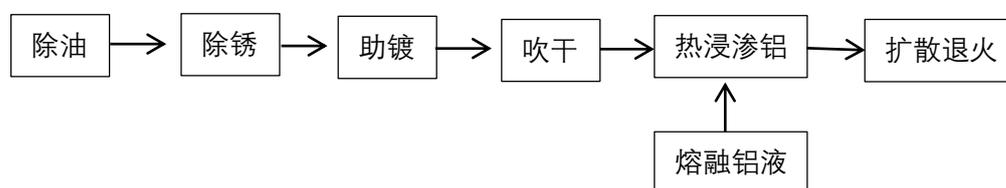


图 4 热浸渗铝与热扩散渗铝工艺流程

1、试样表面除油：分碱液清洗和溶剂清洗。

1) 碱液清洗

a. 配制 4 mol/L NaOH 水溶液，将试样用镊子夹住先在 4 mol/L NaOH 水溶液中用刷子反复刷洗一遍，粗略洗掉试样表面附着的油污和其他污物。若这一遍除油处理不够彻底，则把试样从 NaOH 水溶液中取出，用 $70\sim 80^{\circ}\text{C}$ 热水刷洗后会看到试样表面附着的水会成滴汇聚在一起且明显分布不均匀，水与试样浸润性很差，说明试样表面还存在着较完整的油膜，还需要进一步的除油。

b. 经热水搓洗后的试样再浸入按以下配方配制的碱液中精洗。试样放入碱液中一边翻动试样一边用刷子反复刷洗，碱洗温度为 $45\sim 60^{\circ}\text{C}$ ，时间为 $10\sim 20\text{min}$ 。经充分碱洗后再放到 $70\sim 80^{\circ}\text{C}$ 的热水中清洗，取出吹干。碱液配方见表 2 所示。

表 2 碱液配方

试剂	NaOH	Na_2CO_3	Na_3PO_4	Na_2SiO_3
含量 g/L	80	30	30	8

2) 溶剂清洗

将上述碱洗后试样放入装有丙酮溶液的烧杯中（试样要全部被丙酮溶液淹没覆盖），同时将烧杯放入超声波清洗机中振荡清洗 10min 左右。

经过上述双重除油之后，试样从水中取出有明显的光泽，附着在试样表面的水均匀分布，呈良好的浸润状态，既不聚成水滴，也不成股下流，即碱洗达到标准要求。

2、试样表面除锈

配制 15% 的 HCl 水溶液，同时加 2~3% 乌洛托品缓蚀剂。将除油后的试样放入配制好的 HCl 水溶液中，常温酸洗 1~2 分钟，然后取出进行充分漂洗除去 FeCl_3 等酸洗产物。除锈原理是使试样表面氧化膜和铁锈与 HCl 反应露出新的金属表面，为渗铝层生长提供良好的基体。

3、助镀处理

助镀液配方为质量分数为 6%KF 水溶液。助镀 5min 左右，最后取出用吹风机热风将试样吹干。助镀的作用：保护试样经除油、除锈处理后洁净的金属表面不被二次氧化；改善试样基体与铝液之间的浸润性；对试样基体表面起活化作用。

4、热浸镀铝工艺

表面熔融剂的选择→熔铝→热浸渗铝→镀后处理。

1) 表面熔融剂的选择

表面熔融剂选取的基本条件：a.熔点低于铝液温度；b.蒸汽压低而不升华、不分解；c.密度要低于铝液的密度；d.具有溶解或吸附氧化铝的能力。铝液表面熔剂主要起两个作用：一是覆盖暴露于空气的铝液面，防止铝液过多的氧化；二是覆盖剂中常采用含氟盐，对试样浸入铝液前起助镀剂的作用。查阅文献研究表明，当 NaCl 含量与 KCl 含量之比为 1 时，漏镀的可能性最小。所以本实验的表面熔融剂选择配比为 47%NaCl+47%KCl+6%KF。

2) 熔铝

先将准备好的铝锭放入石墨坩埚中，同时表面加入 1%铝锭质量的表面熔融剂（本实验称取的 NaCl 固体为 3.3g，KCl 固体为 3.3g，KF 固体为 0.4g），熔融剂要均匀覆盖在铝锭表面。然后将坩埚放入高温箱式电阻炉中，同时将高温箱式电阻炉温度设置为 770℃保温 3h，等铝全部融化且熔化温度达到稳定时就可以进行渗铝了。熔化时为了减少气体和夹杂物含量，获得高质量的铝液。熔化前坩埚和铝锭需要在 200~500℃左右保温一定时间，把坩埚和铝锭充分烘干，除去铝锭表面的油污。

3) 热浸渗铝

待铝液达到渗铝温度后取出坩埚用撇渣勺清除表面浮渣，用小坩埚钳将预处理好的试样放入铝液中，然后把坩埚放入电阻炉中保温，保温时间从试样放入铝液中开始，保温 10min。热浸 10 分钟后，用小坩埚钳夹住试样，用提升速度约为 1000mm/min 取出。

4) 镀后处理

试样从铝液中提出后表面会粘附一层表面熔融剂熔盐，待试样冷却后用水搓洗干净。

5、扩散退火

取出热浸后的试样放入准备好的干净小坩埚里，随后将小坩埚放入高温箱式电阻炉中进行扩散退火。将高温箱式电阻炉升温速度为 10℃/min，终点温度设定为 900℃，保温时间分别为 10min，20min，40min 和 60min。

（二）检测分析过程：

1、试样镶嵌

本实验是用牙托粉和义齿基托树脂作为镶嵌材料。试样如果过大或者过长要用试样切割机切割后再镶嵌。将试样放入镶嵌模型中，先将牙托粉倒入镶嵌模型中并使其充满模型，再将义齿基托树脂用胶头滴管吸取滴入镶嵌模型中，使其自动凝固镶嵌好。

2、金相制作

首先将镶嵌好的试样分别用 200、400、600、800、1000、1200 目砂纸单方向打磨，每换一次砂纸要将试样洗干净并且旋转 90°再进行单方向打磨，直至试样表面光亮且无划痕，然后在金相抛光机上涂上抛光膏进行抛光直至试样光亮，最后用镊子夹住一小块棉花蘸 4% 的硝酸酒精溶液对抛光面腐蚀，腐蚀时间大约 7~9 秒。

3、组织形貌观察及物相分析

将腐蚀后的金相试样放入金相数字显微镜下分别放大 100、200 倍观察组织形貌，然后再用 X 射线衍射仪对试样截面进行物相分析，X 射线衍射仪扫描角度为 20~80°，步长为 0.05°，每转 0.05°所用时间 0.5s。最后再通过扫描电子显微镜对试样放大 500 倍来进行形貌观察和线扫描能谱分析。

【相关技术规程、规范要求】

- 1、实验前完成预习报告。实验时，能够合理安排实验的步骤正确回答老师所提问题，实验仪器使用规范，实验操作准确无误。细致观察实验现象，正确诚实记录实验现象与实验结果。
- 2、实验报告书写规范，数据完整。处理实验数据时，正确分析并具有做出正确结论的能力。能正确地运用材料工程语言进行科学表达，独立撰写实验报告。
- 3、遵守实验室纪律和规范。若发生下述情况，可直接确认实践课成绩不及格：①实验项目缺勤；②严重违规操作。

思考题

- 1、预处理的效果对热浸渗铝层的组织和性能有何影响？
- 2、表面熔融剂和助镀剂的具体作用是什么？
- 3、热浸渗铝试样和扩散退火试样渗铝层各元素分布如何？为什么？
- 4、热扩散退火时间对渗铝层组织会产生哪些影响？为什么？

流体力学综合实验台简介

流体力学综合实验台为多用途实验装置，其结构示意图如图 1 所示。

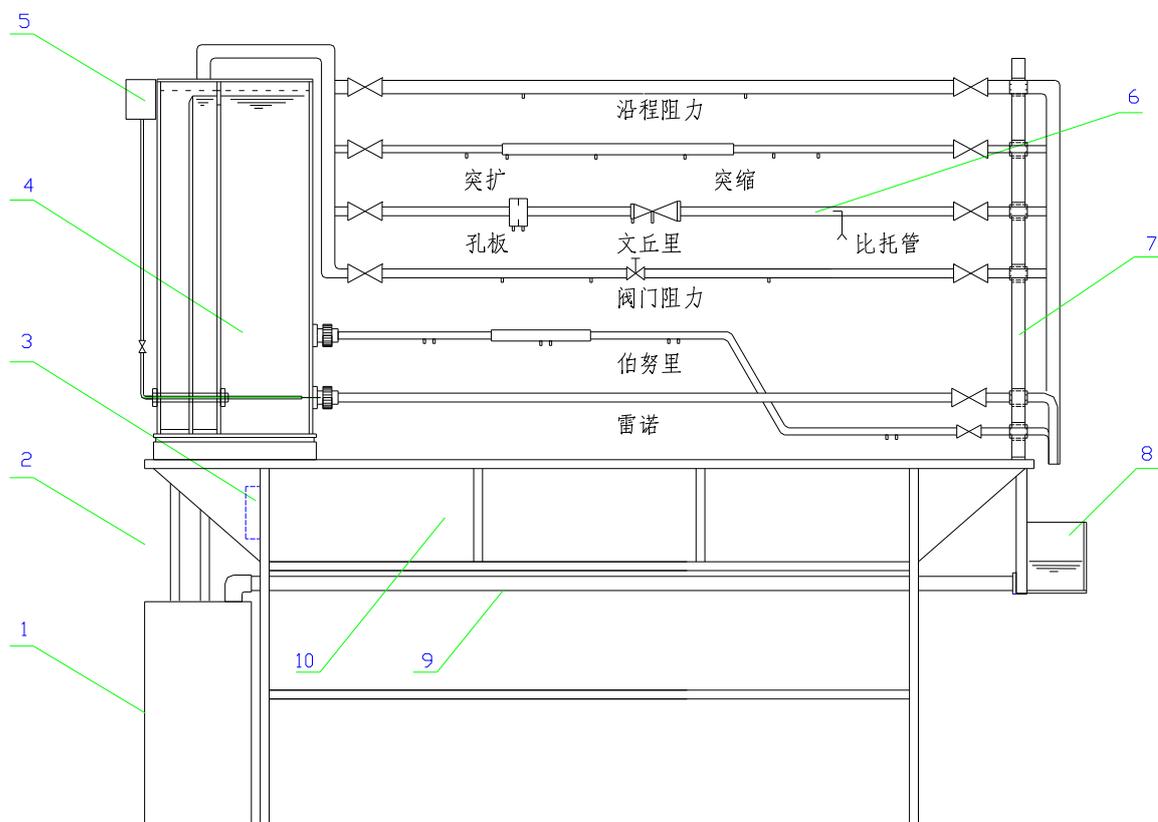


图 1 流体力学综合试验台结构示意图

1.储水箱 2.上、回水管 3.电源插座 4.恒压水箱 5.墨盒
6.实验管段组 7.支架 8.计量水箱 9.回水管 10.实验桌

利用这种实验台可进行下列实验：

- 一、 雷诺实验；
- 二、 能量方程实验；
- 三、 管路阻力实验；1. 沿层阻力实验 2. 局部阻力实验；
- 四、 孔板流量计流量系数 和 文丘里流量系数的测定方法；
- 五、 皮托管测流速和流量的方法。

04 雷诺实验

(4 学时)

一、实验目的

1、观察液体流动时的层流和紊流现象。区分两种不同流态的特征，搞清两种流态产生的条件。分析圆管流态转化的规律，加深对雷诺数的理解。

2、测定管中的不同状态下的雷诺数及沿程水头损失。绘制沿程水头损失和断面平均流速的关系曲线，验证不同流态下沿程水头损失的规律是不同的。进一步掌握层流、紊流两种流态的运动学特性与动力学特性。

二、实验原理

1、液体在运动时，存在着两种根本不同的流动状态。当液体流速较小时，惯性力较小，粘滞力对质点起控制作用，使各流层的液体质点互不混杂，液流呈层流运动。当液体流速逐渐增大，质点惯性力也逐渐增大，粘滞力对质点的控制逐渐减弱，当流速达到一定程度时，各流层的液体形成涡体并能脱离原流层，液流质点即互相混杂，液流呈紊流运动。这种从层流到紊流的运动状态，反应了液流内部结构从量变到质变的一个变化过程。

液体运动的层流和紊流两种型态，首先由英国物理学家雷诺进行了定性与定量的证实，并根据研究结果，提出液流型态可用下列无量纲数来判断：

$$Re = Vd/\nu$$

Re 称为雷诺数。液流型态开始变化时的雷诺数叫做临界雷诺数。

在雷诺实验装置中，通过有色液体的质点运动，可以将两种流态的根本区别清晰地反映出来。在层流中，有色液体与水互不混掺，呈直线运动状态，在紊流中，有大小不等的涡体振荡于各流层之间，有色液体与水混掺。

2、在如图所示的实验设备图中，取 1-1，1-2 两断面，由恒定总流的能量方程知：

$$z_1 + \frac{p_1}{\gamma} + \frac{a_1 V_1^2}{2g} = z_2 + \frac{p_2}{\gamma} + \frac{a_2 V_2^2}{2g} + h_f$$

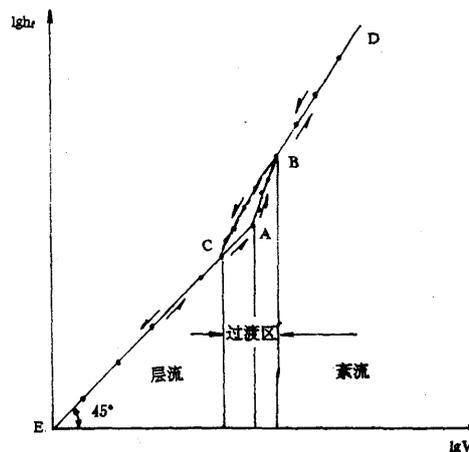
$$\text{因为管径不变 } V_1 = V_2 \quad \therefore h_f = (z_1 + \frac{p_1}{\gamma}) - (z_2 + \frac{p_2}{\gamma}) = \Delta h$$

所以，压差计两测压管水面高差 Δh 即为 1-1 和 1-2 两断面间的沿程水头损失，用重量法或体积法测出流量，并由实测的流量值求得断面平均流速 $V = \frac{Q}{A}$ ，作为 lgh_f 和 lgv 关系曲线，如下图所示，曲线上 EC 段和 BD 段均可用直线关系式表示，由斜截式方程得：

$$lgh_f = lgv + mlgv \quad lgh_f = lgv^m \quad h_f = kv^m \quad m \text{ 为直线的斜率}$$

$$\text{式中： } m = \text{tg}\theta = \frac{\lg h_{f_2} - \lg h_{f_1}}{\lg v_2 - \lg v_1}$$

实验结果表明 $EC=1$, $\theta=45^\circ$, 说明沿程水头损失与流速的一次方成正比例关系, 为层流区。BD 段为紊流区, 沿程水头损失与流速的 1.75~2 次方成比例, 即 $m=1.75\sim 2.0$, 其中 AB 段即为层流向紊流转变的过渡区, BC 段为紊流向层流转变的过渡区, C 点为紊流向层流转变的临界点, C 点所对应流速为下临界流速, C 点所对应的雷诺数为下临界雷诺数。A 点为层流向紊流转变的临界点, A 点所对应流速为上临界流速, A 点所对应的雷诺数为上临界雷诺数。



三、实验设备

下图是流态实验装置图。它由能保持恒定水位的水箱, 试验管道及能注入有色液体的部分等组成。实验时, 只要微微开启出水阀, 并打开有色液体盒连接管上的小阀, 色液即可流入圆管中, 显示出层流或紊流状态。

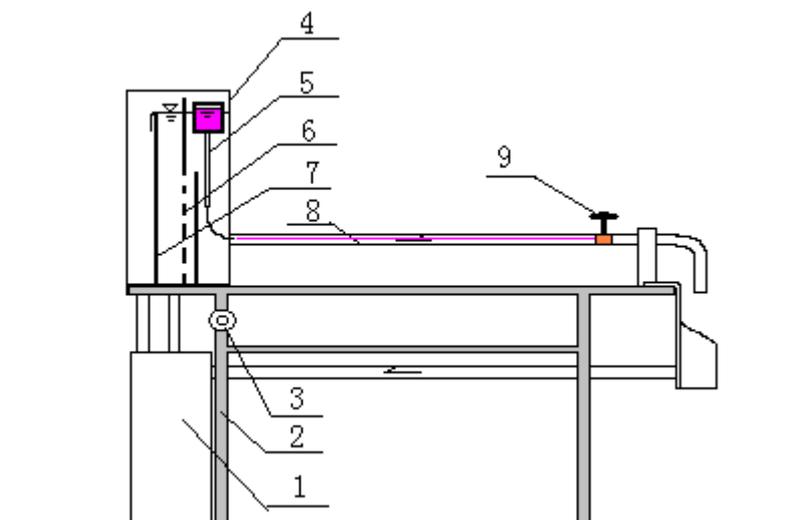


图 7-1 自循环液体两种流态演示实验装置图

- 1、自循环供水器；2、实验台；3、可控硅无级调速器；4、恒压水箱；
5、有色水水管；6、稳水孔板；7、溢流板；8、实验管道；9、实验流量调节阀

供水流量由无级调速器调控, 使恒压水箱 4 始终保持微溢流的程度, 以提高进口前水体稳定度。本恒压水箱还设有多道稳水隔板, 可使稳水时间缩短到 3~5 分钟。有色水经水管 5 注入实验管道 8, 可据有色水散开与否判别流态。为防止自循环水污染, 有色指示水采用自行消色的专用有色水。

四、实验步骤

- 1、开启电流开关向水箱充水, 使水箱保持溢流。
- 2、微微开启泄水阀及有色液体盒出水阀, 使有色液体流入管中。调节泄水阀, 使管中的有色液体呈一条直线, 此时水流即为层流。此时用体积法测定管中过流量。
- 3、慢慢加大泄水阀开度, 观察有色液体的变化, 在某一开度时, 有色液体由直线变成波状形。再用体积法测定管中过流量。
- 4、继续逐渐开大泄水阀开度, 使有色液体由波状形变成微小涡体扩散到整个管内, 此时管中即为紊流。

并用体积法测定管中过流量。

5、以相反程序，即泄水阀开度从大逐渐关小，再观察管中流态的变化现象。并用体积法测定管中过流量。

五、绘图分析

在双对数纸上以 V 为横坐标， h_f 为纵坐标，绘制 $\lg V \sim \lg h_f$ 曲线，并在曲线上找上临界流速 $V_{K上}$ ，计算上临界雷诺数 $Re_{K上} = \frac{V_{K上} \cdot d}{\nu}$ 并定出两段直线斜率 m_1, m_2 。

$$m = \frac{\lg h_{f_2} - \lg h_{f_1}}{\lg v_2 - \lg v_1}$$

将从图上求得的 m 值与各流区 m 理论值进行比较，并分析不同流态下沿程水头损失的变化规律。

六、提交成果

1. 绘制 $\lg V \sim \lg h_f$ 关系曲线，并在曲线上找上、下临界流速 $V_{K上}$ 、 $V_{K下}$ 。计算上下临界雷诺系数。

2. 为什么上下临界雷诺系数有差别。

上临界雷诺系数：水流层流做一维运动，背景扰动小，受惯性力影响小。

下临界雷诺系数：水流从紊流到层流作随机运动，流体质点不规则，背景扰动大，惯性干扰也大。

七、数据记录

管径 $d =$ cm ; 断面面积 $A =$ cm^2

水温 $t =$ 度; 运动粘滞系数 $\nu =$ cm^2/s

测次	测压管读数			量水体积 V (ml)	量水时间 t	测管流速 v	$\lg h_f$	$\lg v$
	h_1	h_2	Δh					

05 伯努利方程实验

一、实验目的

1. 熟悉流动流体中各种能量和压头的概念及其相互转换关系，在此基础上掌握伯努利方程；
2. 观察不可压缩流体在管内流动时流速的变化规律，并验证伯努利方程；
3. 观察各项压头的变化规律；
4. 加深对流体流动过程基本原理的理解。

二、实验原理

对于不可压缩流体，在导管内作定常流动，系统与环境又无功的交换时，若以单位质量流体为衡算基准，则对确定的系统即可列出机械能衡算方程：

$$gZ_1 + \frac{u_1^2}{2} + \frac{p_1}{\rho} = gZ_2 + \frac{u_2^2}{2} + \frac{p_2}{\rho} + \sum h_f \quad (1)$$

若以单位重量流体为衡算基准时，则又可表达为

$$Z_1 + \frac{u_1^2}{2g} + \frac{p_1}{\rho g} = Z_2 + \frac{u_2^2}{2g} + \frac{p_2}{\rho g} + H_f \quad (2)$$

不可压缩流体的机械能衡算方程，应用于各种具体情况下的作适当的简化，例如：

- (1) 当流体为理想液体时，于是式(1)和(2)可简化为

$$gZ_1 + \frac{u_1^2}{2} + \frac{p_1}{\rho} = gZ_2 + \frac{u_2^2}{2} + \frac{p_2}{\rho} \quad (3)$$

$$Z_1 + \frac{u_1^2}{2g} + \frac{p_1}{\rho g} = Z_2 + \frac{u_2^2}{2g} + \frac{p_2}{\rho g} \quad (4)$$

- (2) 当液体流经的系统为一水平装置的管道时，则(1)和(2)式又可简化为

$$\frac{u_1^2}{2} + \frac{p_1}{\rho} = \frac{u_2^2}{2} + \frac{p_2}{\rho} + \sum h_f \quad (5)$$

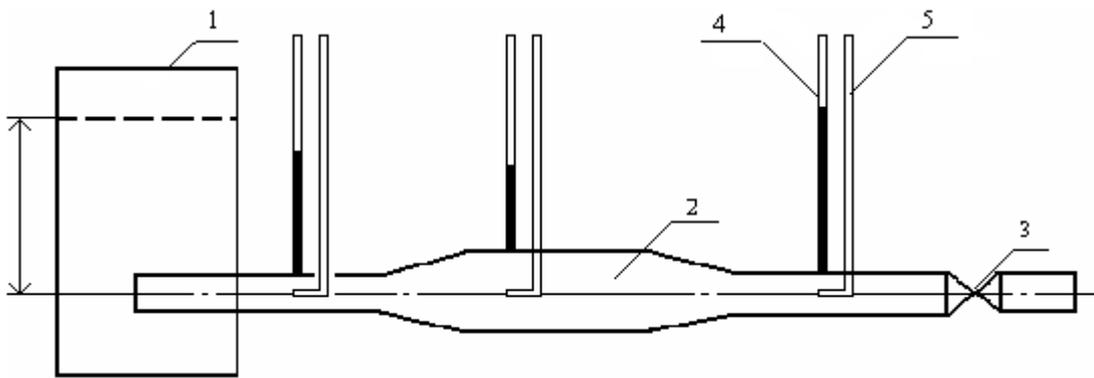
$$Z_1 + \frac{u_1^2}{2g} + \frac{p_1}{\rho g} = Z_2 + \frac{u_2^2}{2g} + \frac{p_2}{\rho g} + \sum h_f \quad (6)$$

- (3) 当流体处于静止状态时，则(1)和(2)式又可简化为

$$gZ_1 + p_1 / \rho = gZ_2 + p_2 / \rho \quad (7)$$

$$Z_1 + p_1 / \rho g = Z_2 + p_2 / \rho g \quad (8)$$

三、实验装置及流程



1. 稳压水槽 2. 试验导管 3. 出口调节阀
4. 静压头测量管 5. 冲压头测量管

水温	密度	各测试点的静压头			各测试点的静压强		
T / C°	ρ / kgm^{-3}	$p_A / \rho g$	$p_B / \rho g$	$p_C / \rho g$	p_A / Pa	p_B / Pa	p_C / Pa

四、实验步骤

实验前，先缓慢开启进水阀，将水充满稳压溢流水槽，并保持有适量流水流出，使槽内液面平稳不变，最后，设法排尽设备内的气泡。

1. 关闭实验导管出口调节阀，观察和测量液体处于静止状态下个测试点（a、b和c三点）的压强。
2. 开启实验导管出口调节阀，观察比较液体在流动情况下测试点的压头变化。
3. 缓慢开启实验导管的出口条件阀，测量流体在不同流量下的各测试点的静压头、动压头和损失压头。

实验过程中必须注意如下几点：

- (1) 实验前一定要将实验导管和测压管中的空气泡排除干净，否则会影响准确性。
- (2) 开启进水阀或调节阀时，一定要缓慢，并随时注意设备内的变化。
- (3) 实验过程中需根据测压管量程范围，确定最小和最大流量。
- (4) 为观察测压管的液柱高度，可在临实验测定前，向各测压管滴入几滴红墨水。

五、实验记录

1. 测量并记录实验基本参数

实验导管内径： $d_A=16\text{mm}$ ； $d_B=25\text{mm}$ ； $d_C=16\text{mm}$ ；

实验系统的总压头： $h=450\text{mmH}_2\text{O}$

2. 非流动体系的机械能分布及其转换

验证流体静力学方程：

3. 流动体系的机械能分布及其转换

记录：

A		B		C		
左	右	左	右	左	右	

计算：

A		B		C		
静压头 (mm)	冲压头 (mm)	静压头 (mm)	冲压头 (mm)	静压头 (mm)	冲压头 (mm)	

静压能的变化情况，为什么？

$d_A=d_c=16\text{mm}$ $d_B=25\text{mm}$

A		B		C		
平均流速 u	动压头 (mm)	平均流速 u	动压头 (mm)	平均流速 u	动压头 (mm)	

动能的变化情况，为什么？

$d_A=d_c=16\text{mm}$ $d_B=25\text{mm}$

A		B		C		
平均流速 u	最大流速	u	冲压头 (mm)	u	冲压头 (mm)	

O- A		O- B		O- C		
	损压头		损压头		损压头	

A-B		B-C	
	损压头		损压头

说明阻力损失的变化情况。

$d_A=d_c=16\text{mm}$ $d_B=25\text{mm}$

A		A				
u	u_{\max}	k	Re			

K-Re 作图

06 流量计校正测定实验

计划学时：4 学时

通过对文丘里、孔板等两种流量计的测定，熟悉其构造、性能、安装、使用，强化相关公式及参数的理解。

【实验目的】

1. 熟悉文丘里、孔板流量计的构造、性能及安装方法。
2. 掌握使用测验管与 U 形差压计容量法等测量原理。
3. 掌握两种流量计测定流量系数的方法。

【实验原理】

1、文丘里流量计测定

- 1) 文丘里流量计是一种测量有压管流中流体的仪器，它有渐缩段、喉管、渐扩段三部分组成。
- 2) 根据伯努利方程和连续性方程可列下面式子：

$$Z_1 + P_1/(\rho g) + V_1^2/2g = Z_2 + P_2/(\rho g) + V_2^2/2g$$

$$V_1 A_1 = V_2 A_2 \quad (1)$$

$$Q_{\text{理论}} = K[(Z_1 + P_1/\rho g) - (Z_2 + P_2/\rho g)]^{1/2} \quad (2)$$

$$K = \pi d_1^2 d_2^2 / [4(d_1^2 - d_2^2)]^{1/2} \times \sqrt{2g} \quad (3)$$

K 为文丘里常数

$$Q_{\text{实际}} = \mu K [(Z_1 + P_1/\rho g) - (Z_2 + P_2/\rho g)]^{1/2} \quad (4)$$

$$\mu = Q_{\text{实际}} / Q_{\text{理论}}$$

若 $(Z_1 + P_1/\rho g) - (Z_2 + P_2/\rho g)$ 水头差测得为 Δh ，则 $Q = \mu K \sqrt{\Delta h}$ 。

2、孔板流量计测定

孔板流量计是应用最广泛的节流式流量计之一，本实验采用自制的孔板流量计测定液体流量，用容量法进行标定，同时测定孔流系数与雷诺准数的关系。孔板流量计是根据流体的动能和势能相互转化原理而设计的，流体通过锐孔时流速增加，造成孔板前后产生压强差，可以通过引压管在压差计或差压变送器上显示。其基本构造如图 2 所示。

若管路直径为 d_1 ，孔板锐孔直径为 d_0 ，流体流经孔板前后所形成的缩脉直径为 d_2 ，流体的密度为 ρ ，则根据伯努利方程，在界面 1、2 处有：

$$\frac{u_2^2 - u_1^2}{2} = \frac{p_1 - p_2}{\rho} = \frac{\Delta p}{\rho} \quad (1)$$

$$\sqrt{u_2^2 - u_1^2} = \sqrt{2\Delta p / \rho} \quad (2)$$

由于缩脉处位置随流速而变化，截面积 A_2 又难以指导，而孔板孔径的面积 A_0 是已知的，因此，用孔板孔径处流速 u_0 来替代上式中的 u_2 ，又考虑这种替代带来的误差以及实际流体局部阻力造成的能量损失，故需用系数 C 加以校正。

$$\sqrt{u_2^2 - u_1^2} = C \sqrt{2\Delta p / \rho} \quad (3)$$

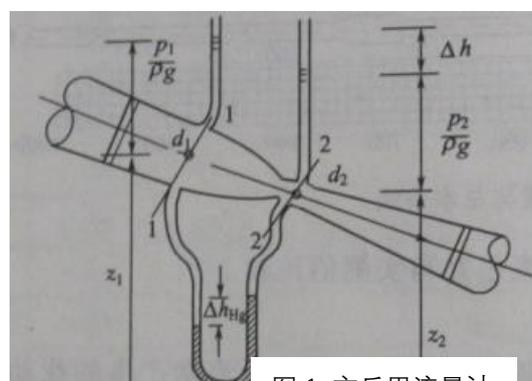


图 1 文丘里流量计

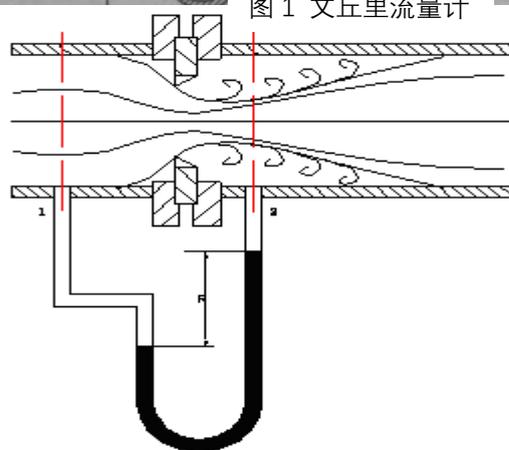


图 2 孔板流量计

对于不可压缩流体，根据连续性方程可知 $u_1 = \frac{A_0}{A_1} u_0$ ，代入式 (3-3) 并整理可得

$$u_0 = \frac{C\sqrt{2\Delta p/\rho}}{\sqrt{1-(\frac{A_0}{A_1})^2}} \quad (4)$$

令
$$C_0 = \frac{C}{\sqrt{1-(\frac{A_0}{A_1})^2}} \quad (5)$$

则式 (3-4) 简化为
$$u_0 = C_0\sqrt{2\Delta p/\rho} \quad (6)$$

根据 u_0 和 A_0 即可计算出流体的体积流量：

$$V = u_0 A_0 = C_0 A_0 \sqrt{2\Delta p/\rho} \quad (7)$$

或
$$V = u_0 A_0 = C_0 A_0 \sqrt{2gR(\rho_i - \rho)/\rho} \quad (8)$$

式中： V - 流体的体积流量， m^3/s ；

R - U形压差计的读数， m ；

ρ_i - 压差计中指示液密度， kg/m^3 ；

C_0 - 孔流系数，无因次；

C_0 由孔板锐口的形状、测压口位置、孔径与管径之比和雷诺数 Re 所决定，具体数值由实验测定。当孔径与管径之比为一定值时， Re 超过某个数值后， C_0 接近于常数。一般工业上定型的流量计，就是规定在 C_0 为定值的流动条件下使用。 C_0 值范围一般为 0.6-0.7。

孔板流量计安装时应在其上、下游各有一段直管段作为稳定段，上游长度至少应为 $10d_1$ ，下游为 $5d_2$ 。孔板流量计构造简单，制造和安装都很方便，其主要缺点是机械能损失大。由于机械能损失，使下游速度复原后，压力不能恢复到孔板前的值，称之为永久损失。 d_0/d_1 的值越小，永久损失越大。

【实验设备、材料/试样】

1) 文丘里流量测定

文丘里流量计实验仪由自循环供水器（循环水泵）、恒压水箱、溢流板、稳水孔板、可控硅无级调速器、实验管道、文丘里流量卡、流量调节阀、接水盒、回水管、复式差压计、滑动测量尺。

2) 孔板流量测定

主要部分由循环水泵、流量计、U型压差计、温度计和水槽等组成，实验主管路为 1 寸不锈钢管或者橡胶管（内径 25mm）。

【实验方法及步骤】

1) 文丘里实验。

1、熟悉实验仪器，记录有关参数；

2、启动电源供水，全开流量调节阀，排除管道内的气体，同时观察复式差压计液面是否处于滑尺读数

范围内，满足条件则进行下一步；

3、关闭流量调节阀，带复式差压计液面稳定后逐次松开压差计上的两气阀，使 1、4 测管液面大约为 28.5cm，2、3 测管液面大约为 24.5cm 后拧紧压差计气阀，然后全开流量阀，检查读数是否在读数范围内，直至都符合要求为止；

4、全开流量调节阀，待稳定后读取复式压差计读数，同时测算流量，并记入表中；

5、改变开度，重复 4 步骤，测 5 组不同流量；

6、实验完毕后，再次校核，无误后整理器材。

2) 孔板流量实验

1. 熟悉实验装置，了解各阀门的位置及作用。

2. 对装置中有关管道、导压管、压差计进行排气，使倒 U 形压差计处于工作状态。

3. 对应每一个阀门开度，用容积法测量流量，同时记下压差计的读数，按由小到大的顺序在小流量时测量 8-9 个点，大流量时测量 5-6 个点。为保证标定精度，最好再从大流量到小流量重复一次，然后取其平均值。

4. 测量流量时应保证每次测量中，计量桶液位差不小于 100mm 或测量时间不少于 40s。

【实验注意事项及安全操作规程】

1. 应严格按操作规程操作。

2. 实验前后要注意设备保护。

【实验结果的处理】

1) 文丘里流量计实验

实验过程中记录原始数据：记录仪器编号及有关参数、常数

管道直径 $d_1=1.42\text{cm}$, 喉管直径： $d_2=0.702\text{cm}$;

文丘里计算常数： $K=\pi d_1^2 d_2^2 / [4(d_1^2 - d_2^2)]^{1/2} \times \sqrt{2g}=17.66\text{cm}^{2.5}/\text{s}$

(1) 实验记录与计算如下表所示

(2) 流量与流量系数的关系绘制 $Re-\mu$ 、 $Q-\Delta H_p$ 曲线。

2) 孔板流量计实验

序号	雷诺数	复式压差计读数/cm					实际流量/cm	理论流量/(cm^3/s)	流量系数
		h1	h2	h3	h4	$\Delta h=h_1-h_2+h_3-h_4$			
1	13500	47.31	1.25	41.05	4.68	82.42	155.45	160.35	0.969
2	12500	44.92	3.79	38.45	7.65	70.93	143.94	148.73	0.968
3	11717	42.92	6.22	36.32	10.45	62.57	134.30	139.67	0.962
4	7392	34.65	15.21	27.45	21.45	25.45	85.12	89.09	0.955
5	5635	34.25	17.73	24.85	16.93	16.94	64.89	72.60	0.894

(1) 根据体积法（秒表配合计量筒）算得流量 V (m^3/h)；

(2) 根据 $u = \frac{4V}{\pi d^2}$ ；

(3) 读取流量 V （由闸阀开度调节）对应下的压差计高度差 R ，根据 $u_0 = C_0 \sqrt{2\Delta p / \rho}$ 和 $\Delta p = \rho g R$ ，求得 C_0 值。

(4) 根据 $Re = \frac{du\rho}{\mu}$ ，求得雷诺数，其中 d 取对应的 d_0 值。

(5) 在坐标纸上分别绘出孔板流量计和文丘里流量计的 $C_0 - Re$ 图。

【实验报告要求】

1. 将所有原始数据及计算结果列成表格，并附上计算示例。
2. 在单对数坐标纸上分别绘出孔板流量计和文丘里流量计的 $C_0 - Re$ 图。
3. 讨论实验结果。

思考题

1. 孔流系数与哪些因素有关？
2. 孔板、文丘里流量计安装时各应注意什么问题？
3. 如何检查系统排气是否完全？
4. 从实验中，可以直接得到 $\Delta R - V$ 的校正曲线，经整理后也可以得到 $C_0 - Re$ 的曲线，两表示方法各有什么优点？

07 流体流动阻力的测定

(学时：4 学时)

一、实验目的

1. 掌握测定流体流经直管、管件和阀门时阻力损失的一般实验方法。
2. 测定直管摩擦系数 λ 与雷诺准数 Re 的关系，验证在一般湍流区内 λ 与 Re 的关系曲线。
3. 测定流体流经管件、阀门时的局部阻力系数 ξ 。

二、基本原理

流体通过由直管、管件（如三通和弯头等）和阀门等组成的管路系统时，由于粘性剪应力和涡流应力的存在，要损失一定的机械能。流体流经直管时造成机械能损失称为直管阻力损失。流体通过管件、阀门时因流体运动方向和速度大小改变所引起的机械能损失称为局部阻力损失。

1. 直管阻力摩擦系数 λ 的测定

流体在水平等径直管中稳定流动时，阻力损失为：

$$h_f = \frac{\Delta p_f}{\rho} = \frac{p_1 - p_2}{\rho} = \lambda \frac{l}{d} \frac{u^2}{2} \quad (1)$$

即，

$$\lambda = \frac{2d\Delta p_f}{\rho l u^2} \quad (2)$$

式中： λ —直管阻力摩擦系数，无因次；

d —直管内径，m；

Δp_f —流体流经 l 米直管的压力降，Pa；

h_f —单位质量流体流经 l 米直管的机械能损失，J/kg；

ρ —流体密度， kg/m^3 ；

l —直管长度，m；

u —流体在管内流动的平均流速，m/s。

滞流(层流)时，

$$\lambda = \frac{64}{Re} \quad (3)$$

$$Re = \frac{du\rho}{\mu} \quad (4)$$

式中： Re —雷诺准数，无因次；

μ —流体粘度， $\text{kg}/(\text{m}\cdot\text{s})$ 。

湍流时 λ 是雷诺准数 Re 和相对粗糙度 (ε/d) 的函数，须由实验确定。

由式 (2) 可知，欲测定 λ ，需确定 l 、 d ，测定 Δp_f 、 u 、 ρ 、 μ 等参数。 l 、 d 为装置参数（装置参数表

格中给出）， ρ 、 μ 通过测定流体温度，再查有关手册而得， u 通过测定流体流量，再由管径计算得到。

例如本装置采用涡轮流量计测流量， V ， m^3/h 。

$$u = \frac{V}{900\pi d^2} \quad (5)$$

Δp_f 可用 U 型管、倒置 U 型管、测压直管等液柱压差计测定，或采用差压变送器和二次仪表显示。

(1) 当采用倒置 U 型管液柱压差计时

$$\Delta p_f = \rho g R \quad (6)$$

式中：R—水柱高度，m。

(2) 当采用 U 型管液柱压差计时

$$\Delta p_f = (\rho_0 - \rho) g R \quad (7)$$

式中：R—液柱高度，m；

ρ_0 —指示液密度， kg/m^3 。

根据实验装置结构参数 l 、 d ，指示液密度 ρ_0 ，流体温度 t_0 (查流体物性 ρ 、 μ)，及实验时测定的流量 V 、液柱压差计的读数 R ，通过式(5)、(6)或(7)、(4)和式(2)求取 Re 和 λ ，再将 Re 和 λ 标绘在双对数坐标图上。

2. 局部阻力系数 ξ 的测定

局部阻力损失通常有两种表示方法，即当量长度法和阻力系数法。

(1) 当量长度法

流体流过某管件或阀门时造成的机械能损失看作与某一长度为 l_e 的同直径的管道所产生的机械能损失相当，此折合的管道长度称为当量长度，用符号 l_e 表示。这样，就可以用直管阻力的公式来计算局部阻力损失，而且在管路计算时可将管路中的直管长度与管件、阀门的当量长度合并在一起计算，则流体在管路中流动时的总机械能损失 $\sum h_f$ 为：

$$\sum h_f = \lambda \frac{l + \sum l_e}{d} \frac{u^2}{2} \quad (8)$$

(2) 阻力系数法

流体通过某一管件或阀门时的机械能损失表示为流体在小管径内流动时平均动能的某一倍数，局部阻力的这种计算方法，称为阻力系数法。即：

$$h'_f = \frac{\Delta p'_f}{\rho g} = \xi \frac{u^2}{2} \quad (9)$$

故

$$\xi = \frac{2\Delta p'_f}{\rho g u^2} \quad (10)$$

式中： ξ —局部阻力系数，无因次；

$\Delta p'_f$ —局部阻力压强降，Pa；(本装置中，所测得的压降应扣除两测压口间直管段的压降，直管段的压降由直管阻力实验结果求取。)

ρ —流体密度， kg/m^3 ；

g —重力加速度， 9.81m/s^2 ；

u —流体在小截面管中的平均流速， m/s 。

待测的管件和阀门由现场指定。本实验采用阻力系数法表示管件或阀门的局部阻力损失。

根据连接管件或阀门两端管径中小管的直径 d ，指示液密度 ρ_0 ，流体温度 t_0 (查流体物性 ρ, μ)，及实验时测定的流量 V 、液柱压差计的读数 R ，通过式(5)、(6)或(7)、(10)求取管件或阀门的局部阻力系数 ξ 。

三、实验仪器及药品

流体力学综合实验台

四、实验步骤

- 1. 泵启动**：首先对水箱进行灌水，然后关闭出口阀，打开总电源和仪表开关，启动水泵，待电机转动平稳后，把出口阀缓缓开到最大。
- 2. 实验管路选择**：选择实验管路，把对应的进口阀打开，并在出口阀最大开度下，保持全流量流动 5 - 10min。
- 3. 排气**：在计算机监控界面点击“引压室排气”按钮，则差压变送器实现排气。
- 4. 引压**：打开对应实验管路的手阀，然后在计算机监控界面点击该对应，则差压变送器检测该管路压差。
- 5. 流量调节**：手控状态，变频器输出选择 100，然后开启管路出口阀，调节流量，让流量从 1 到 $4\text{m}^3/\text{h}$ 范围内变化，建议每次实验变化 $0.5\text{m}^3/\text{h}$ 左右。每次改变流量，待流动达到稳定后，记下对应的压差值；自控状态，流量控制界面设定流量值或设定变频器输出值，待流量稳定记录相关数据即可。
- 6. 计算**：装置确定时，根据 ΔP 和 u 的实验测定值，可计算 λ 和 ξ ，在等温条件下，雷诺数 $Re = du\rho/\mu = Au$ ，其中 A 为常数，因此只要调节管路流量，即可得到一系列 $\lambda \sim Re$ 的实验点，从而绘出 $\lambda \sim Re$ 曲线。
- 7. 实验结束**：关闭出口阀，关闭水泵和仪表电源，清理装置。

五、数据处理

根据上述实验测得的数据填写到下表：

实验日期：_____ 实验人员：_____ 学号：_____ 温度：_____ 装置号：_____

直管基本参数：光滑管径_____ 粗糙管径_____ 局部阻力管径_____

序号	流量 (m ³ /h)	光滑管压差 (KPa)	粗糙管压差 (KPa)	局部阻力压差 (KPa)

六、注意事项

- 1、注意严格按照步骤来进行操作；
- 2、每次水泵开启前要进行各个部件的检查、阀门的开关要循序渐进。

七、实验报告

1. 根据粗糙管实验结果，在双对数坐标纸上标绘出 $\lambda \sim Re$ 曲线，对照化工原理教材上有关曲线图，即可估算出该管的相对粗糙度和绝对粗糙度。
2. 根据光滑管实验结果，对照柏拉修斯方程，计算其误差。
3. 根据局部阻力实验结果，求出闸阀全开时的平均 ξ 值。
4. 对实验结果进行分析讨论。

八、思考题

1. 在对装置做排气工作时，是否一定要关闭流程尾部的出口阀？为什么？

2. 如何检测管路中的空气已经被排除干净?
3. 以水做介质所测得的 $\lambda \sim Re$ 关系能否适用于其它流体?如何应用?
4. 在不同设备上(包括不同管径), 不同水温下测定的 $\lambda \sim Re$ 数据能否关联在同一条曲线上?
5. 如果测压口、孔边缘有毛刺或安装不垂直, 对静压的测量有何影响?