

物理化学实验报告

班级：

姓 名：

学号：

实验日期： 2019年5月18日

实验名称：二元合金相图的绘制

一、 实验目的

- (一) 学习热分析法绘制相图的基本原理
- (二) 加深对相变过程的认识和理解

二、 实验原理

热分析法是一种常用的绘制相图方法。由于一切相变过程都伴随着热的吸收或放出，因此将系统均匀加热或冷却时，若不发生相变，则温度 T 随时间 t 变化的 $T-t$ 曲线是光滑的，即温度随时间的变化率是连续的；当系统发生相变化时，其 $T-t$ 曲线就会出现转折点或平台，其温度随时间的变化率会发生突跃。把这种温度随时间变化的 $T-t$ 曲线称为步冷曲线。步冷曲线上的转折点或平台对应的温度就是开始发生相变化的温度。根据多个组成不同的二组分系统的步冷曲线即可绘制出相图。图 2.9.1 (b) 就是一种常见的二组分简单低共熔物系的相图。所谓简单低共熔物系是指两种不同物质在固态互不相溶（即彼此不生成固溶体），这两种物质也不生成化合物。Pb-Sn 二元凝聚物系相图就属于简单低共熔混合物系相图。

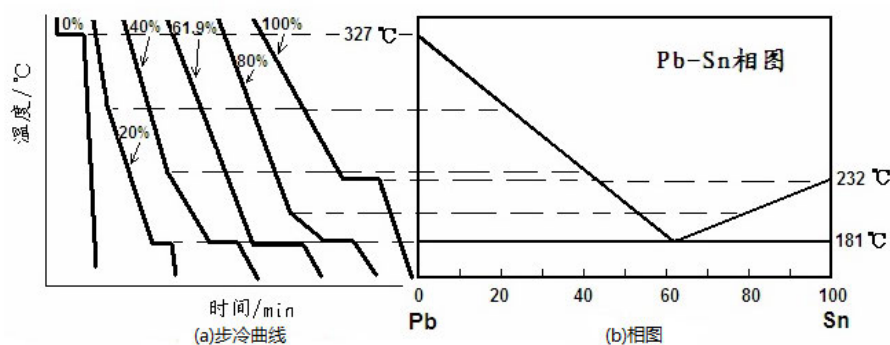


图2.9.1 步冷曲线和相图

对于纯物质而言，当把它冷却到凝固点时，其步冷曲线上会出现一个水平段。二组分液态混合物系的凝固过程并不是在一个温度点上完成的。在凝固过程中，随着某个纯固体组分的析出，溶液的组成会不断发生变化，所以它的凝固点（即二相平衡温度）也会发生不断变化。与此同时，由于凝固过程是放热的，即系统在对外

放热的同时也会得到部分热量的补充，所以其温度降低速度会明显放慢，其步冷曲线上会出现一个拐点。步冷曲线上的拐点与相图中的点有一一对应的关系。

在实验过程中需要注意以下几点：

(1) 因为待绘制的相图是平衡状态图，故实验过程中被测系统需时时处于或接近于平衡状态。所以在系统冷却时，冷却速度应足够缓慢。冷却过程中应尽量保持环境状况前后一致，不要搅拌，也不要晃动温度探头或样品管。

(2) 实验过程中，待测样品的实际组成应与标签一致。如果实验过程中样品未混合均匀或部分样品发生了氧化，则实验结果就误差越大。

(3) 测得的温度值必须能真正反映系统的温度。为此，测温探头的热容应足够小，而且热电偶的热端必须深入到被测系统的足够深处。

另外，在实验过程中常常会出现过冷现象，即当温度降低到凝固点以下才能发生凝固（即）结晶，这主要与表面现象有关。由于液体凝固时会放出大量的热，故凝固过程真正发生后的系统的温度会从过冷回升到正常凝固点。由于过冷现象的发生，往往会使纯物质的步冷曲线如图 2.9.2 中的曲线 a 所示，是 A、B 二组分混合物系的步冷曲线如图 2.9.2 中的曲线 b 所示。在这种情况下，对于纯物质，水平线段对应的温度就是该纯物质的凝固点；对于 A、B 二组分混合物系，将过冷后的步冷曲线段反向延长使其与过冷前的步冷曲线段相交，该交点对应的温度就是 A、B 二组分混合物系的凝固点。

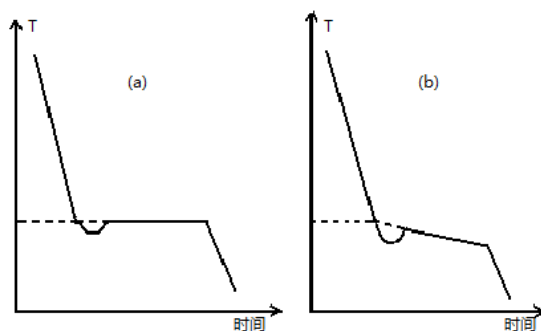


图2.9.2 过冷现象

三、 仪器和药品

铅粒、锡粒、活性炭（粉状）、电子天平、KWL-III 金属相图实验装置。

四、 实验步骤

(1) 在不同大试管中分别称取总质量均为 60g，Pb 的质量百分比浓度分别为 0%、15%、30%、50%、70%和 100%的样品。往各样品上方加一骨勺活性炭，使其与空气隔绝避免氧

化。并给各试管贴上标签以免混乱。

(2)把盛放样品的大试管放入电加热炉，并把数显温度计的探头插入大试管中。

(3)打开电源给样品加热，关掉电源前所有样品的温度都不能超过 328°C。

(4)当熔化后的样品开始降温时就开始每隔一段时间记录一次温度。对于纯物质，一直记录到步冷曲线的温度平台结束，并继续记录 5~6 个数据；对于 Pb-Sn 混合样品，也一直记录到步冷曲线的温度平台结束，并继续记录 5~6 个数据，如果温度平台不明显，就一直记录到 160°C 以下。

(5)对每个样品测读温度结束后，样品已完全凝固。必须对该样品重新加热使其熔化，才能拿出温度探头。所有的样品一般都可以反复使用，故实验结束后不要把样品倒掉。

五、实验数据记录

| 时间/s | 0% Pb | 15% Pb | 30% Pb | 50% Pb | 70% Pb | 100% Pb |
|------|-------|--------|--------|--------|--------|---------|
| 0 | 322.2 | 310.9 | 309.2 | 307.1 | 301.9 | 308.1 |
| 60 | 316.3 | 305.7 | 303.9 | 302.0 | 295.8 | 301.6 |
| 120 | 309.5 | 299.7 | 297.1 | 295.6 | 289.7 | 295.3 |
| 180 | 301.8 | 293.3 | 291.5 | 289.7 | 283.3 | 288.4 |
| 240 | 295.1 | 286.7 | 284.6 | 283.1 | 276.7 | 281.5 |
| 300 | 287.8 | 280.1 | 278.4 | 276.6 | 270.3 | 274.7 |
| 360 | 280.9 | 273.5 | 271.9 | 270.4 | 263.7 | 268.1 |
| 420 | 274.2 | 267.4 | 265.7 | 263.5 | 259.0 | 261.6 |
| 480 | 267.7 | 261.2 | 259.4 | 258.2 | 255.3 | 255.5 |
| 540 | 261.4 | 255.2 | 253.6 | 252.4 | 252.0 | 249.6 |
| 600 | 255.4 | 249.4 | 248.0 | 246.9 | 249.2 | 243.9 |
| 660 | 249.6 | 244.0 | 242.6 | 241.5 | 245.7 | 238.5 |
| 720 | 244.1 | 238.6 | 237.4 | 236.4 | 241.4 | 233.4 |
| 780 | 238.9 | 233.6 | 232.4 | 231.8 | 236.9 | 228.4 |
| 840 | 233.8 | 228.8 | 227.6 | 227.9 | 232.1 | 223.7 |
| 900 | 228.9 | 224.1 | 222.9 | 224.0 | 227.4 | 219.1 |
| 960 | 224.1 | 219.5 | 218.5 | 220.2 | 222.6 | 214.8 |
| 1020 | 219.6 | 215.1 | 214.3 | 216.6 | 217.7 | 210.6 |
| 1080 | 215.3 | 211.0 | 210.2 | 213.1 | 213.0 | 206.7 |
| 1140 | 219.9 | 207.0 | 206.6 | 209.5 | 208.2 | 202.8 |
| 1200 | 228.8 | 203.2 | 202.5 | 206.1 | 204.0 | 199.2 |
| 1260 | 229.2 | 199.5 | 198.9 | 202.8 | 199.7 | 195.9 |
| 1320 | 229.2 | 196.2 | 195.5 | 199.3 | 195.8 | 192.7 |
| 1380 | 229.1 | 193.0 | 191.9 | 196.1 | 192.0 | 189.5 |
| 1440 | 229.0 | 189.8 | 188.9 | 192.9 | 188.3 | 186.6 |
| 1500 | 228.8 | 186.7 | 185.7 | 189.9 | 184.8 | 183.7 |
| 1560 | 228.6 | 183.8 | 183.0 | 186.8 | 181.5 | 180.9 |

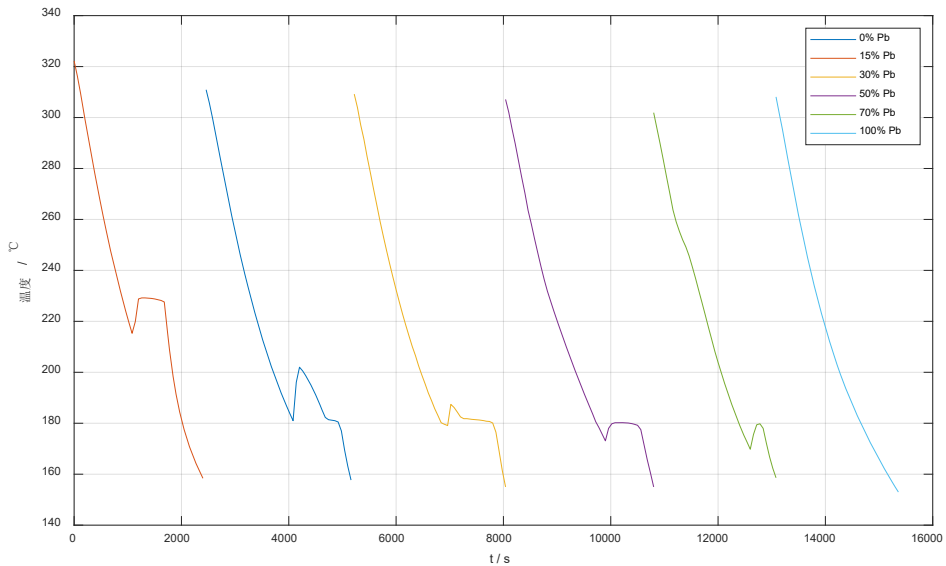
| | | | | | | |
|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 1620 | 228.2 | 181.0 | 180.2 | 183.8 | 178.4 | 178.2 |
| 1680 | 227.6 | 196.1 | 179.6 | 180.6 | 175.3 | 175.6 |
| 1740 | 215.8 | 202.0 | 179.1 | 178.3 | 172.6 | 173.2 |
| 1800 | 205.0 | 200.5 | 187.4 | 175.7 | 169.8 | 170.7 |
| 1860 | 196.3 | 198.5 | 186.2 | 173.1 | 175.6 | 168.3 |
| 1920 | 189.2 | 196.3 | 184.4 | 178.0 | 179.4 | 165.9 |
| 1980 | 183.3 | 193.8 | 182.5 | 179.8 | 179.8 | 163.7 |
| 2040 | 178.3 | 191.2 | 181.8 | 180.2 | 178.0 | 161.4 |
| 2100 | 174.0 | 188.3 | 181.8 | 180.2 | 172.2 | 159.3 |
| 2160 | 170.2 | 185.2 | 181.6 | 180.2 | 166.8 | 157.1 |
| 2220 | 166.9 | 182.3 | 181.5 | 180.2 | 162.3 | 155.0 |
| 2280 | 163.8 | 181.4 | 181.4 | 180.1 | 158.6 | 153.0 |
| 2340 | 161.1 | 181.2 | 181.2 | 179.9 | | |
| 2400 | 158.4 | 181.0 | 181.1 | 179.6 | | |
| 2460 | | 180.5 | 180.8 | 179.2 | | |
| 2520 | | 177.0 | 180.7 | 177.5 | | |
| 2580 | | 169.5 | 180.1 | 171.6 | | |
| 2640 | | 163.1 | 176.5 | 165.7 | | |
| 2700 | | 157.7 | 169.0 | 160.5 | | |
| 2760 | | | 161.3 | 155.0 | | |
| 2820 | | | 155.0 | | | |

| 时间/s | 温度/°C | 时间/s | 温度/°C | 时间/s | 温度/°C | 时间/s | 温度/°C |
|------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|
| 0 | 198.3 | 280 | 188.1 | 560 | 180.2 | 840 | 178.8 |
| 10 | 197.9 | 290 | 187.6 | 570 | 180.2 | 850 | 178.8 |
| 20 | 197.8 | 300 | 187.3 | 580 | 180.1 | 860 | 178.6 |
| 30 | 197.5 | 310 | 186.7 | 590 | 180.1 | 870 | 178.5 |
| 40 | 197.3 | 320 | 186.2 | 600 | 180.1 | 880 | 178.4 |
| 50 | 197.0 | 330 | 185.6 | 610 | 180.1 | 890 | 178.1 |
| 60 | 196.7 | 340 | 185.2 | 620 | 180.1 | 900 | 178.0 |
| 70 | 196.5 | 350 | 184.7 | 630 | 180.1 | 910 | 177.8 |
| 80 | 196.0 | 360 | 184.1 | 640 | 180.0 | 920 | 177.6 |
| 90 | 195.9 | 370 | 183.5 | 650 | 179.9 | 930 | 177.2 |
| 100 | 195.5 | 380 | 183.1 | 660 | 197.9 | 940 | 176.7 |
| 110 | 195.1 | 390 | 182.5 | 670 | 179.8 | 950 | 176.0 |
| 120 | 194.7 | 400 | 181.9 | 680 | 179.8 | 960 | 175.1 |
| 130 | 194.4 | 410 | 181.6 | 690 | 179.8 | 970 | 174.1 |
| 140 | 194.1 | 420 | 181.1 | 700 | 179.7 | 980 | 172.9 |
| 150 | 193.6 | 430 | 180.8 | 710 | 179.6 | 990 | 171.8 |
| 160 | 193.3 | 440 | 180.5 | 720 | 179.5 | 1000 | 170.5 |
| 170 | 193.0 | 450 | 180.4 | 730 | 179.5 | 1010 | 169.5 |
| 180 | 192.6 | 460 | 180.3 | 740 | 179.5 | 1020 | 168.3 |

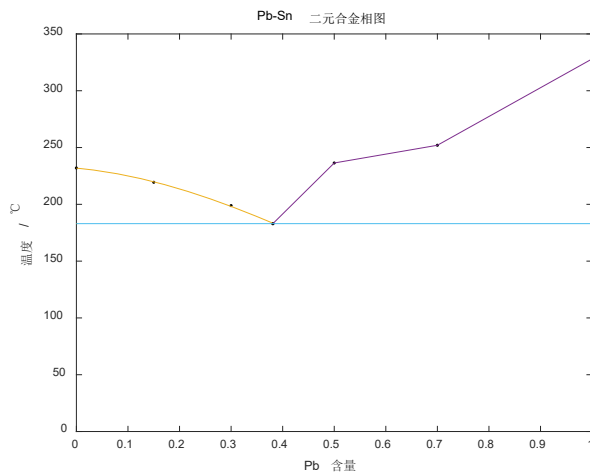
| | | | | | | | |
|-----|-------|-----|-------|-----|-------|------|-------|
| 190 | 192.1 | 470 | 180.3 | 750 | 179.4 | 1030 | 167.4 |
| 200 | 191.6 | 480 | 180.2 | 760 | 179.4 | 1040 | 166.3 |
| 210 | 191.3 | 490 | 180.4 | 770 | 179.4 | 1050 | 165.2 |
| 220 | 190.8 | 500 | 180.3 | 780 | 179.3 | 1060 | 164.2 |
| 230 | 190.3 | 510 | 180.3 | 790 | 179.2 | 1070 | 163.3 |
| 240 | 189.8 | 520 | 180.3 | 800 | 179.1 | 1080 | 162.4 |
| 250 | 189.5 | 530 | 180.3 | 810 | 179.1 | 1090 | 161.5 |
| 260 | 189.0 | 540 | 180.2 | 820 | 179.0 | 1100 | 160.5 |
| 270 | 188.6 | 550 | 180.2 | 830 | 178.9 | 1110 | 159.7 |

六、 实验数据处理

(1) 绘制步冷曲线如图

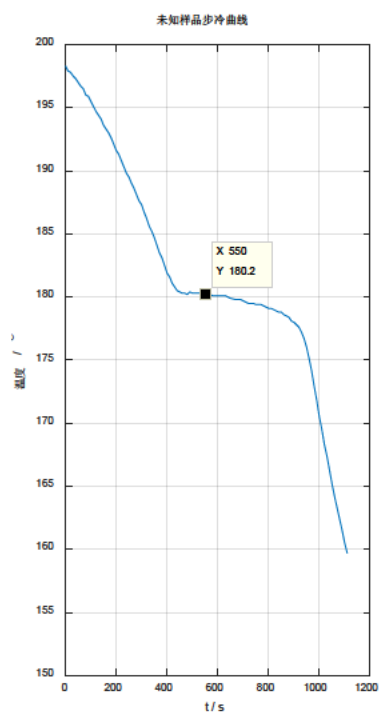


(2) 绘制相图



(3) 未知样品含量分析

未知样品步冷曲线:



低共熔温度约为 180°C，组成可能为 38%Pb-70%Sn