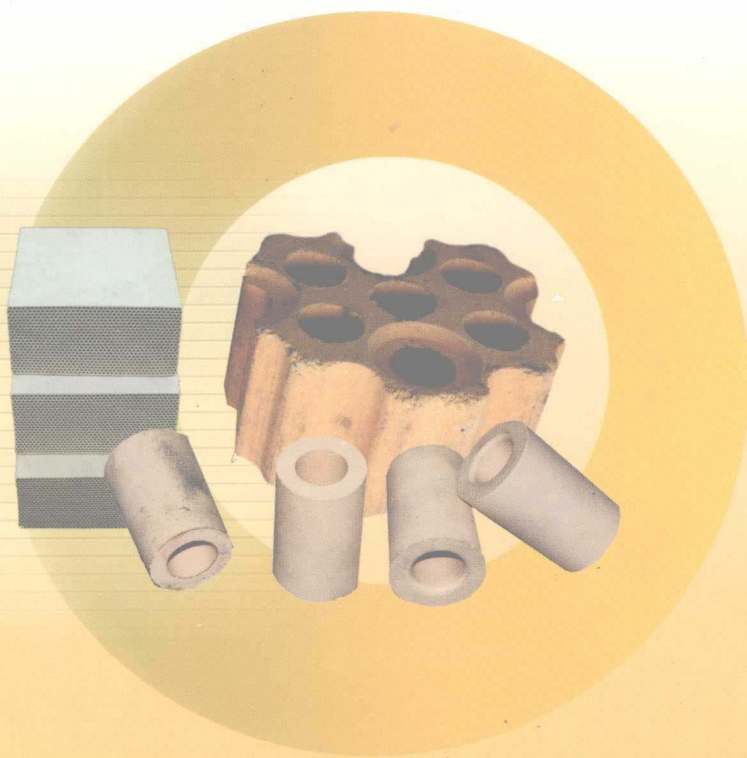




高等学校实验实训规划教材

无机非金属材料 实验教程

葛 山 尹玉成 编著



冶金工业出版社

<http://www.cnmp.com.cn>

无机非金属材料 实验教程

王 强 尹卫红 编著



清华大学出版社
Tsinghua University Press

高等学校实验实训规划教材

无机非金属材料实验教程

葛 山 尹玉成 编著

北 京
冶 金 工 业 出 版 社
2008

内 容 提 要

本书介绍了作为实验基础的实验设计与实验数据处理、无机非金属材料实验用设备的原理、使用方法及日常维护方面的知识以及实验用试样的制备方法。重点介绍了无机非金属材料专业相关的、有代表性的实验项目,包括传统的基础实验项目和综合性及设计性的实验项目。项目内容以耐火材料为主,也兼顾陶瓷、水泥和玻璃方面的实验,知识涵盖了无机非金属材料的力学、热学、电学性能。同时,也引入先进的无机非金属材料实验方法,例如导热系数的激光闪光法测定、压汞法测定材料孔径分布等;还介绍了实验报告及检测报告应包括的内容和编写要求。

本书可作为无机非金属材料专业的实验教学用书,也可作为科研工作中无机非金属材料性能检测的参考书,并可供无机非金属材料专业的工程技术人员阅读。

图书在版编目(CIP)数据

无机非金属材料实验教程/葛山,尹玉成编著. —北京:冶金工业出版社, 2008. 10

高等学校实验实训规划教材

ISBN 978-7-5024-4523-2

I. 无… II. ①葛… ②尹… III. 无机材料: 非金属材料—实验—高等学校—教材 IV. TB321. 02

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 056845 号

出 版 人 曹胜利

地 址 北京北河沿大街嵩祝院北巷 39 号, 邮编 100009

电 话 (010)64027926 电子信箱 postmaster@cnmp. com. cn

责任编辑 朱华英 美术编辑 张媛媛 版式设计 张 青

责任校对 王贺兰 责任印制 李玉山

ISBN 978-7-5024-4523-2

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

2008 年 10 月第 1 版, 2008 年 10 月第 1 次印刷

787mm×1092mm 1/16; 16 5 印张; 435 千字; 250 页; 1-3000 册

33. 00 元

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(100711) 电话: (010)65289081

(本书如有印装质量问题, 本社发行部负责退换)

前 言

无机非金属材料工程专业是一门和实验科学密切相关的科学技术，由于无机非金属材料非均质性和各向异性，目前其各项性能指标主要靠实验检测获得。任何一种新材料的研发与诞生都离不开实验技术，耐火材料的生产和应用质量监督也需要实验检测。因此，作为无机非金属材料工程专业的学生和科学技术工作者，必须具备一定的实验设计能力和实验技术，熟悉实验原理和设备的操作技术，能够合理高效地处理实验数据，分析实验结果并写出实验报告。

耐火材料是无机非金属材料中一种非常重要的材料，在高温工业中被广泛使用，也是无机非金属材料科学研究的主要方向之一。实践教学在该专业学生的培养过程中是重要的环节，但是一直没有合适的实验教材。国内近些年来出版了一些类似的实验教材，但是大多是针对水泥、玻璃、陶瓷以及新材料的教材，对于耐火材料方向不太适用。近年来，许多新的先进的实验技术在国内逐渐地得到推广，武汉科技大学拥有一批世界领先的材料研究与检测设备，诸如场发射扫描电镜、激光导热仪、压汞仪、热线法导热仪、美国进口双样品热膨胀仪等，并且在几年的实践过程中积累了一些使用的经验，为教学与科研水平的提高提供了强大的技术基础。为了培养无机非金属材料专业学生的实践能力和普及无机非金属材料实验技术，出版一本针对耐火材料方向的实验教材是非常重要的也是非常有实际意义的。因此本实验教材欲取其他教材之长，以耐火材料为特色，兼顾传统实验技术与先进检测技术，在服务好教学的同时，推广先进的无机非金属材料实验技术。

本实验教材首先介绍了作为实验基础的实验设计与实验数据处理、无机非金属材料实验用设备的原理、使用方法及日常维护方面的知识以及实验用试样的制备方法；还重点介绍了无机非金属材料专业相关的、有代表性的实验项目，这些实验项目既有传统的基础实验项目，也有综合性及设计性的实验项目，项目内容以耐火材料为主，也兼顾陶瓷、水泥和玻璃方面的实验，知识涵盖了无机非金属材料的力学、热学、电学性能，同时也紧跟科技发展前沿，引

入先进的无机非金属材料实验方法，例如导热系数的激光闪光法测定、压汞法测定材料孔径分布等；最后讲述实验报告及检测报告应包括的内容和编写要求。

本实验教材由武汉科技大学组织编写。参编人员有：前言、目录、第1、2、3章由尹玉成编写；第4、5、6章由葛山编写。全书由葛山统稿定稿。在本书的编写过程中，武汉科技大学无机非金属材料工程专业的多位老师和实验室其他的工作人员提供了部分实验项目的资料，在此向他们表示感谢。

另外，要特别感谢顾华志教授对本实验教材的专业知识组成和组织结构提出了宝贵的意见，以及材料与冶金学院的刘静副院长对本实验教材出版工作的关心和支持。

本实验教材是编者结合无机非金属材料工程专业多年来的实验教学以及实验仪器的使用与维护方面的经验，在参考大量参考文献资料的基础上整理编写的。在此向所有文献资料的作者表示衷心的感谢。由于编者知识面有限，在编写过程中难免存在不足之处，敬请读者提出宝贵意见。

编 者

2008年4月于武汉科技大学

冶金工业出版社部分图书推荐

书 名	作 者	定价(元)
工业炉砌筑施工操作技术	张志贤 等	36.00
特种耐火材料实用技术手册	胡宝玉 等	70.00
化学热力学与耐火材料	陈肇友	66.00
材料的晶体结构原理	毛卫民	26.00
材料科学基础	陈立佳	20.00
钒钛材料	杨绍利 等	35.00
不锈钢的金属学问题(第2版)	肖纪美	58.00
材料的结构	余永宁 毛卫民	49.00
泡沫金属设计指南	刘培生 等译	25.00
多孔材料检测方法	刘培生 马晓明	45.00
金属材料的海洋腐蚀与防护	夏兰廷 等	29.00
超细晶钢——钢的组织细化理论与控制技术	翁宇庆 等	188.00
功能陶瓷显微结构、性能与制备技术	殷庆瑞 祝炳和	58.00
超强永磁体——稀土铁系永磁材料(第2版)	周寿增 董清飞	56.00
材料评价的分析电子显微方法	[日] 进藤大辅 及川哲夫 刘安生 译	38.00
材料评价的高分辨电子显微方法	[日] 进藤大辅 平贺贤二 刘安生 译	68.00
耐磨高锰钢	张增志	45.00
材料组织结构转变原理	刘宗昌 等	32.00
金属材料工程概论	刘宗昌 等	26.00
材料腐蚀与保护	孙秋霞	25.00
合金相与相变	肖纪美 主编	37.00
薄膜材料制备原理技术及应用(第2版)	唐伟忠	28.00
金属材料学	吴承建	32.00
现代材料表面技术科学	戴达煌	99.00
材料加工新技术与新工艺	谢建新 等	26.00
Ni-Ti 形状记忆合金在生物医学领域的应用	杨大智 等	33.00
金属固态相变教程	刘宗昌	30.00
新材料概论	谭 毅 李敬锋	89.00
炭材料生产技术 600 问	许 斌 王金铎 编著	35.00
材料成型设备	周家林 主编	46.00
高等学校实验实训规划教材		
材料成型及控制工程综合实验指导书	赵 刚 胡衍生	22.00
无机非金属材料实验教程	葛 山 尹玉成	33.00
镁质材料生产与应用	全 跃 主编	160.00
耐火材料手册	李红霞 主编	188.00
刚玉耐火材料	徐平坤	59.00

目 录

1 实验方案设计方法	1
1.1 实验设计概述	1
1.1.1 实验设计的定义	1
1.1.2 实验设计的类型	1
1.1.3 实验设计的要素与原则	3
1.1.4 实验设计的基本概念	3
1.1.5 实验设计的四原则	4
1.2 单因素优化实验设计	5
1.2.1 单因素实验的定义及其应用场合	5
1.2.2 均分法	6
1.2.3 对分法	7
1.2.4 黄金分割法	8
1.2.5 分数法	10
1.3 多因素优化实验设计	11
1.3.1 多因素优化实验概述	11
1.3.2 因素轮换法	13
1.3.3 随机实验	14
1.3.4 正交设计	15
1.3.5 均匀设计	23
2 实验数据的处理	30
2.1 实验数据处理的意义	30
2.2 实验数据的误差分析	31
2.2.1 真值与平均值	31
2.2.2 误差的基本概念	33
2.2.3 实验数据误差的来源及分类	36
2.2.4 实验数据的精准度	36
2.2.5 实验数据误差的估计与检验	38
2.2.6 有效数字和实验结果的表示	41
2.2.7 误差的传递	45
2.3 测量不确定度	47
2.3.1 测量不确定度概述	47
2.3.2 测量不确定度定义	47

2.3.3 测量不确定度与误差	48
2.3.4 标准不确定度的评定	48
2.3.5 测量不确定度的合成	50
2.3.6 不确定度的报告	51
2.3.7 测量不确定度应用实例	52
3 无机非金属材料取样及制样方法	59
3.1 耐火原料和不定形耐火材料取样方法	59
3.1.1 取样有关的术语	59
3.1.2 取样的基本原则	60
3.1.3 取样步骤	61
3.1.4 份样量的要求	61
3.2 不定形耐火材料的制样方法	61
3.2.1 注浆成型法	61
3.2.2 可塑成型法	63
3.2.3 振动成型法	63
3.2.4 捣打成型法	63
3.3 定形耐火制品的取样及制样方法	64
3.3.1 定形耐火制品的取样及制样的术语和定义	64
3.3.2 制样部位的确定原则	64
3.3.3 试样的制备	64
3.4 定形耐火制品取样数量的一般要求	69
4 无机非金属材料取样及制样设备	70
4.1 斜槽式分样器	70
4.2 密封式化验制样粉碎机	70
4.2.1 密封式制样粉碎机构造	70
4.2.2 密封式制样粉碎机的使用	71
4.3 玛瑙乳钵研样机	71
4.3.1 玛瑙乳钵研样机构造	71
4.3.2 玛瑙乳钵研样机的使用	72
4.4 金刚石切割机	72
4.4.1 金刚石切割机构造	72
4.4.2 金刚石切割机的使用	73
4.5 金刚石钻样机	73
4.5.1 金刚石钻样机构造	73
4.5.2 金刚石钻样机的使用及维护	74
4.6 双端面磨床	74
4.7 压力试验机	75

4.7.1 压力试验机简介	75
4.7.2 压力试验机的使用	75
4.8 胶砂搅拌机	75
4.8.1 JJ-5 型水泥胶砂搅拌机主要规格及技术参数	76
4.8.2 主要结构及工作原理	76
4.8.3 操作与使用	76
4.8.4 调整与保养	77
4.9 流动度跳桌	77
4.9.1 主要参数	78
4.9.2 安装调试	78
4.9.3 使用方法	78
4.9.4 维护与保养	78
4.10 振动台	79
4.10.1 GZ-85 型振动台的技术参数	79
4.10.2 GZ-85 型振动台的构造和工作原理	79
4.10.3 安装调整与使用	80
4.11 颚式破碎机	80
4.11.1 颚式破碎机工作原理	80
4.11.2 颚式破碎机的结构组成	80
4.12 对辊破碎机	81
4.13 振动磨	82
4.14 摇筛机	83
4.15 混碾机	83
5 无机非金属材料专业实验	85
5.1 实验1 耐火材料物理检验用粉状料的制备	85
5.2 实验2 原料破碎及筛分曲线的绘制	86
5.3 实验3 耐火材料用结合黏土可塑性检验方法	87
5.4 实验4 致密定形耐火制品常温强度的测定	89
5.5 实验5 常温耐磨性能的测定	91
5.6 实验6 致密定形耐火制品及陶瓷制品体积密度和显气孔率的测定	94
5.7 实验7 耐火材料颗粒体积分数的测定	95
5.8 实验8 耐火材料真密度的测定	97
5.9 实验9 耐火可塑料可塑性指数实验方法	99
5.10 实验10 锥入度法测定耐火泥浆稠度	101
5.11 实验11 耐火泥浆稠度跳桌法测定	103
5.12 实验12 耐火泥浆黏结时间的测定	105
5.13 实验13 耐火泥浆常温抗折黏结强度的测定	106
5.14 实验14 耐火泥浆粒度分布筛分析	108

5.15	实验 15	耐火纤维制品加热永久线变化率的测定	110
5.16	实验 16	耐火纤维渣球含量的测定	111
5.17	实验 17	耐火纤维抗拉强度的测定	113
5.18	实验 18	水流量平板法测定耐火材料导热系数	115
5.19	实验 19	十字热线法测定耐火材料的导热系数	118
5.20	实验 20	耐火材料导热系数热线法(热阻法)测定	122
5.21	实验 21	平行热线法测定耐火材料的导热系数	126
5.22	实验 22	激光闪光法测定无机非金属材料导热系数	130
5.23	实验 23	耐火材料耐火度的测定	133
5.24	实验 24	轻质耐火砖重烧线变化率的测定	134
5.25	实验 25	致密定形耐火制品加热永久线变化的测定	136
5.26	实验 26	耐火材料高温线膨胀系数测定	139
5.27	实验 27	耐火材料荷重软化温度的测定(非示差—升温法)	141
5.28	实验 28	耐火材料荷重软化温度测定(示差—升温法)	144
5.29	实验 29	耐火材料抗热震性试验方法(水急冷法)	148
5.30	实验 30	耐火材料高温抗折强度试验方法	149
5.31	实验 31	耐火材料高温耐压强度的测定	151
5.32	实验 32	耐火材料蠕变率的测定	153
5.33	实验 33	耐火材料抗渣性评定——静态坩埚法	154
5.34	实验 34	耐火材料抗渣性评定——转动试样浸渣通气法	156
5.35	实验 35	耐火材料抗渣性评定——静止试样浸渣通气法	160
5.36	实验 36	耐火材料抗渣性评定——回转法	162
5.37	实验 37	耐火材料抗碱性评定——碱蒸气法	164
5.38	实验 38	耐火材料抗碱性熔碱坩埚法测定	166
5.39	实验 39	耐火材料抗碱性的熔碱埋覆法评定	167
5.40	实验 40	耐火材料高温应力-应变关系的测定	168
5.41	实验 41	致密耐火浇注料抗爆裂温度的测定	170
5.42	实验 42	含碳耐火材料抗氧化性的测定	172
5.43	实验 43	炭素材料电阻率的测定	173
5.44	实验 44	致密定形耐火制品透气度的测定	175
5.45	实验 45	耐火材料孔径分布测定	178
5.46	实验 46	无机非金属材料半球点的测定	180
5.47	实验 47	无机非金属材料高温黏度的测定	182
5.48	实验 48	水泥标准稠度用水量及凝结时间的测定	184
5.49	实验 49	水泥熟料单矿的合成	187
5.50	实验 50	玻璃的熔制	190
5.51	实验 51	陶瓷的烧结	192
5.52	实验 52	沉淀-喷雾干燥法制备超细粉体材料	194
5.53	实验 53	冷冻干燥法制备超细粉体材料	196

5.54	实验 54	光片样品制备	198
5.55	实验 55	淬冷法研究相平衡	200
5.56	实验 56	粉体粒度分布的测定	202
5.57	实验 57	Zeta 电位的测定	204
5.58	实验 58	综合热分析	206
5.59	实验 59	X 射线衍射仪 (XRD) 的构造及物相分析	211
5.60	实验 60	偏光显微镜的种类、构造及使用	214
5.61	实验 61	单偏光镜下的晶体光学性质观察	216
5.62	实验 62	正交偏光镜下的晶体光学性质观察	219
5.63	实验 63	锥光镜下的晶体光学性质观察	222
5.64	实验 64	透明矿物的系统鉴定	225
5.65	实验 65	耐火材料显微结构观察 (一)	226
5.66	实验 66	耐火材料显微结构观察 (二)	230
5.67	实验 67	扫描电子显微镜的结构原理及功能	231
5.68	实验 68	场发射扫描电子显微镜的结构原理及显微组织观察	234
5.69	实验 69	不定形耐火材料的浇注成型	236
5.70	实验 70	定形耐火制品的机压成型	238
5.71	实验 71	低气孔黏土砖的研制	239
5.72	实验 72	高抗热震性黏土砖的研制	240
5.73	实验 73	刚玉质浇注料的研制	242
5.74	实验 74	轻质耐火砖的研制	243
5.75	实验 75	日用陶瓷的制备	244
5.76	实验 76	碳复合耐火材料的研制	244
6	实验报告		246
6.1	验证性实验报告的格式和内容		246
6.1.1	标题部分		246
6.1.2	正文部分		246
6.2	设计性实验报告的格式和内容		247
6.3	综合设计性实验报告		247
	参考文献		249

1 实验方案设计方法

20 世纪 20 年代，英国学者费希尔（R. A. Fisher）在农业生产中使用实验设计方法以来，实验设计已经得到广泛的发展与完善，统计学家与各领域的科学工作者共同发现了很多非常有效的实验设计技术，实验设计也在众多的领域发挥了不可替代的作用。费希尔在农业实验中运用均衡排列的拉丁方，解决了长期未解决的实验条件不均衡问题，提出了方差分析方法，创立了实验设计。随后，实验设计方法大量应用于农业和生物科学，从 20 世纪 30 年代起，英国的纺织业中也开始使用实验设计。在第二次世界大战中，美国的军工企业开始使用实验设计方法。二战以后，美国和西欧的化工、电子、机械制造等众多行业都纷纷使用实验设计，实验设计已经成为理工农医各个领域各类实验的通用技术。

理工农医专业的学生经常要做实验，在很多的情况下，要想把实验做好仅靠专业知识是不够的，还需要事先设计实验、分析实验数据。实验设计课程就是解决这个问题的。本章简要介绍实验设计的一些基本内容以及相关概念。

1.1 实验设计概述

1.1.1 实验设计的定义

在进行具体的实验之前，要对实验的有关影响因素和环节做出全面的研究和安排，从而制订出行之有效的实验方案。实验设计（design of experiments, DOE），就是对实验进行科学合理的安排，以达到最好的实验效果。实验设计是实验过程的依据，是实验数据处理的前提，也是提高科研成果质量的一个重要保证。一个科学而完善的实验设计，能够合理地安排各种实验因素，严格地控制实验误差，并且能够有效地分析实验数据，从而用较少的人力、物力和时间，最大限度地获得丰富而可靠的资料。反之，如果实验设计存在缺点，就必然造成浪费，减损研究结果的价值。

1.1.2 实验设计的类型

根据实验设计内容的不同，可以分为专业设计与统计设计。实验的统计设计使得实验数据具有良好的统计性质（例如随机性、正交性、均匀性等），由此可以对实验数据做所需要的统计分析。实验的设计和实验结果的统计分析是密切相关的，只有按照科学的统计设计方法得到的实验数据才能进行科学的统计分析，得到客观有效的分析结论。反之，一大堆不符合统计学原理的数据可能是毫无作用的，统计学家也会对它束手无策。因此对实验工作者而言，关键是用科学的方法设计好实验，获得符合统计学原理的科学有效的数据。至于对实验结果的统计分析，很多方法都可以借助统计软件由实验人员自己完成，必要时还可以请统计专业人员帮助完成。本书重点讲述实验的统计设计。

根据不同的实验目的，实验设计可以划分为五种类型。

1.1.2.1 演示实验

实验目的是演示一种科学现象，中小学的各种物理、化学、生物实验课所做的实验都是这

种类型的实验。只要按照正确的实验条件和实验程序操作,实验的结果就必然是事先预定的结果。对演示实验的设计主要是专业设计,其目的是为了更简便易行,实验的结果更直观清晰。

1.1.2.2 验证实验

实验目的是验证一种科学推断的正确性,可以作为其他实验方法的补充实验。本书中讲述的很多实验设计方法都是对实验数据做统计分析的,通过统计方法推断出最优实验条件,然后对这些推断出来的最优实验条件做补充的验证实验给予验证。验证实验也可以是对已提出的科学现象的重复验证,检验已有实验结果的正确性。

1.1.2.3 比较实验

比较实验 (comparative experiments) 的实验目的是检验一种或几种处理的效果,例如对生产工艺改进效果的检验,对一种新药物疗效的检验,其实验的设计需要结合专业设计和统计设计两方面的知识,对实验结果的数据分析属于统计学中的假设检验问题。

1.1.2.4 优化实验

优化实验 (optimization experiments) 的实验目的是高效率地找出实验问题的最优实验条件,这种优化实验是一项尝试性的工作,有可能获得成功,也有可能不成功,所以常把优化实验称为试验 (test),以优化为目的的实验设计则称为优化实验设计。例如目前流行的正交设计和均匀设计的全称分别是正交实验设计和均匀实验设计。

优化实验是一个十分广阔的领域,几乎无所不在。在科研、开发和生产中,可以达到提高质量、增加产量、降低成本以及保护环境的目的。随着科学技术的迅猛发展,市场竞争的日益激烈,优化实验将会越发显示其巨大的威力。

优化实验的内容十分丰富,是本书主要讲述的内容,可以划分为以下的几种类型:

(1) 按实验因素的数目不同可以划分为单因素优化实验和多因素优化实验。本书本章 1.2 节详细讲述单因素优化实验设计,从本章 1.3 节以后属于多因素优化实验设计的内容。

(2) 按实验目的的不同可以划分为指标水平优化和稳健性优化。指标水平优化的目的是优化实验指标的平均水平,例如增加化工产品的回收率、延长产品的使用寿命、降低产品的能耗。稳健性优化是减小产品指标的波动 (标准差),使产品的性能更稳定,用廉价的低等级的元件组装出性能稳定高质量的产品。

(3) 按实验的形式不同可以分为实物实验和计算实验 (computer experiments)。实物实验包括现场实验和实验室实验两种,都是主要的实验方式。计算实验是根据数学模型计算出实验指标,在物理学中有大量的应用。

现代的计算机运行速度很高,人们往往认为对已知数学模型的情况不必再做实验设计,只需要对所有可能情况全面计算,找出最优条件就可以了。实际上这种观点是一个误解,在因素和水平数目较多时,即使高速运行的大型计算机也无力承担所需的运行时间。例如,为了研究 $\text{Si}(100)2 \times 1$ 半导体表面原子结构,美国的 Bell 实验室和 IBM 实验室等几家最大的研究机构都投入了巨大的人力和物力进行了多年的研究工作,但是始终没有获得有效的进展。 $\text{Si}(100)2 \times 1$ 的一个原胞中有 5 层共 10 个原子,每个原子的位置用三维坐标来描述,每个坐标取 3 个水平,全面计算需要 3^{30} 次,而每次计算都包括众多复杂的步骤和公式,需要几个小时才能完成,因此对这个问题的全面计算是不可能实现的。后来我国学者建议采用正交实验设计方法,并与美国学者合作,经过两轮 $L_{27}(3^3)$ 与几轮 $L_9(3^4)$ 正交实验,仅做了几十次实验就找到 $\text{Si}(100)2 \times 1$ 表面原子结构模型的最优结果。原子位置准确到原子距的 2%,达到了当今这一课题所能达到的最高精度,得到了世界的公认。

(4) 按实验的过程不同可以分为序贯实验设计和整体实验设计。序贯实验是从一个起点出发, 根据前面实验的结果决定后面实验的位置, 使实验指标不断优化, 形象地称为“爬山法”。0.618 法、分数法、因素轮换法都属于爬山法。整体实验是在实验前就把所要做的实验的位置确定好, 要求设计这些实验点能够均匀地分布在全部可能的实验点之中, 然后根据实验结果选择最优的实验条件。正交设计和均匀设计都属于整体实验设计。

1.1.2.5 探索实验

对未知事物的探索性科学研究实验称为探索实验, 具体来说包括探究对象的未知性质, 了解它具有怎样的组成, 有哪些属性和特征以及与其对象或现象的联系等的实验。目前, 高校和中小学都会安排一些探索性实验课, 培养学生像科学家一样思考问题和解决问题, 包括实验的选题、实验条件的确定、实验的设计、实验数据的记录以及实验结果的分析等。

探索实验在工程技术中属于开发设计, 其设计工作既要依靠专业技术知识, 也需要结合使用比较实验和优化实验的方法。前面提到的研究 $\text{Si}(100)2 \times 1$ 半导体表面原子结构的问题就属于探索性实验, 在这些实验中使用优化设计技术可以大幅度地减少实验次数。

1.1.3 实验设计的要素与原则

一个完善的实验设计方案应该考虑到如下问题: 人力、物力和时间满足要求; 重要的观测因素和实验指标没有遗漏, 并做了合理安排; 重要的非实验因素都得到了有效的控制; 实验中可能出现的各种意外情况都已考虑在内并有相应的对策; 对实验的操作方法、实验数据的收集、整理、分析方式都已确定了科学合理的方法。从设计的统计要求来看, 一个完善的实验设计方案应该符合三要素与四原则。在讲述实验设计的要素与原则之前, 首先介绍实验设计的几个基本概念。

1.1.4 实验设计的基本概念

实验因素 (factor) 简称为因素或因子, 是实验的设计者希望考察的实验条件。因素的具体取值称为水平 (level)。

按照因素的给定水平对实验对象所做的操作称为处理 (treatment)。接受处理的实验对象称为实验单元。

衡量实验结果好坏程度的指标称为实验指标, 也称为响应变量 (response variable)。

从专业设计的角度看, 实验设计的三个要素就是实验因素、实验单元和实验效应, 其中实验效应可用实验指标反映。在前面已经介绍了这几个概念, 下面再对有关问题作进一步的介绍。

1.1.4.1 实验因素

实验设计的一项重要工作就是确定可能影响实验指标的实验因素, 并根据专业知识初步确定因素水平的范围。若在整个实验过程中影响实验指标的因素很多, 就必须结合专业知识, 对众多的因素做全面分析, 区分哪些是重要的实验因素, 哪些是非重要的实验因素, 以便选用合适的实验设计方法妥善安排这些因素。因素水平选取得过于密集, 实验次数就会增多, 许多相邻的水平对结果的影响十分接近, 将会浪费人力、物力和时间, 降低实验的效率; 反之, 因素水平选取得过于稀少, 因素的不同水平对实验指标的影响规律就不能真实地反映出来, 就不能得到有用的结论。在缺乏经验的前提下, 可以先做筛选实验, 选取较为合适的因素和水平数目。

实验的因素应该尽量选择为数量因素, 少用或不用品质因素。数量因素就是对其水平值能

够用数值大小精确衡量的因素,例如温度、容积等;品质因素水平的取值是定性的,如药物的种类、设备的型号等。数量因素有利于对实验结果做深入的统计分析,例如回归分析等。

在确定实验因素和因素水平时要注意实验的安全性,某些因素水平组合的处理可能会损坏实验设备(例如高温、高压)、产生有害物质、甚至发生爆炸。这需要参加实验设计的专业人员能够事先预见,排除这种危险性,处理或者做好预防工作。

1.1.4.2 实验单元

接受实验处理的对象或产品就是实验单元。在工程实验中,实验对象是材料和产品,只需要根据专业知识和统计学原理选用实验对象。在医学和生物实验中,实验单元也称为受试对象,选择受试对象不仅要依照统计学原理,还要考虑到生理和伦理等问题。仅从统计学的角度看需要考虑以下问题:

(1) 在选择动物为受试对象时,要考虑动物的种属品系、窝别、性别、年龄、体重、健康状况等差异。

(2) 在以人作为受试对象时,除了考虑人的种族、性别、年龄状况等一般条件外,还要考虑一些社会背景,包括职业、爱好、生活习惯、居住条件、经济状况、家庭条件和心理状况等。

这些差异都会对实验结果产生影响,这些影响是不能完全被消除的,通过采用随机化设计和区组设计而降低其影响程度。

1.1.4.3 实验效应

实验效应是反映实验处理效果的标志,它通过具体的实验指标来体现。与对实验因素的要求一样,要尽量选用数量的实验指标,不用定性的实验指标,这个问题将在1.3.1.1节中详细说明。另外要尽可能选用客观性强的指标,少用主观指标。

1.1.5 实验设计的四原则

费希尔在实验设计的研究中提出了实验设计的三个原则,即随机化原则、重复原则和局部控制原则。半个多世纪以来,实验设计得到迅速的发展和完善,这三个原则仍然是指导实验设计的基本原则。同时,人们通过理论研究和实践经验对这三个原则也给予进一步的发展和完善,把局部控制原则分解为对照原则和区组原则,提出了实验设计的四个基本原则:分别是随机化原则(randomization)、重复原则(replication)、对照原则(contrast)和区组原则(block)。目前,这四大实验设计原则已经是被人们普遍接受的保证实验结果正确性的必要条件。同时,随着科学技术的发展,这四大原则也在不断发展完善之中。

1.1.5.1 随机化原则

随机化是指每个处理以概率均等的原则,随机地选择实验单元。

例如有A、B两种处理方式,将30只动物分为两组,A组10只。在实际分组时可以采用抽签的方式,把30只动物按任意的顺序排30号,用外形相同的纸条写出1~30个号码,从中随机抽取10个号码,对应的10只动物分给A组,剩余的20只动物分给B组。

实验设计随机化原则的另外一个作用是有利于应用各种统计分析方法,因为统计学中的很多方法都是建立在独立样本的基础上的,用随机化原则设计和实施的实验就可以保证实验数据的独立性。本书后面的内容总是假定实验,是按照随机化原则设计和实施的,实验的数据满足统计学的独立性要求。那些事先加入主观因素,以致不同程度失真的资料,统计方法是不能弥补其先天不足的,往往是事倍而功半。

1.1.5.2 重复原则

由于实验的个体差异、操作差异以及其他影响因素的存在，同一处理对不同的实验单元所产生的效果也是有差异的。通过一定数量的重复实验，该处理的真实效应就会比较确定地显现出来，可以从统计学上对处理的效应给以肯定或予以否定。

从统计学的观点看，重复例数越多（样本量越大）实验结果的可信度就越高，但是这就需要花费更多的人力和物力。实验设计的核心内容就是用最少的样本例数保证实验结果具有一定的可信度，以节约人力、经费和时间。

在实验设计中，“重复”一词有以下两种不同的含义：

(1) 独立重复实验。在相同的处理条件下对不同的实验单元做多次实验，这是人们通常意义下所指的重复实验，其目的是为了降低由样品差异而产生的实验误差，并正确估计这个实验误差。

(2) 重复测量。在相同的处理条件下对同一个样品做多次重复实验，以排除操作方法产生的误差。遗憾的是，这种重复在很多场合是不可实现的。如果实验的样品是流体（包括气体、液体、粉末），可以把一份样品分成多份，对每份样品分别做实验，以排除操作方法产生的误差。

(3) 对照原则。俗话说有比较才有鉴别，对照是比较的基础，对照原则是实验的一个主要原则。除了因素的不同处理外，实验组与对照组中的其他条件应尽量相同。只有高度的可比性，才能对实验观察的项目做出科学结论。对照的种类有很多，可根据研究目的和内容加以选择。

(4) 区组原则。人为划分的时间、空间、设备等实验条件成为区组（block）。区组因素也是影响实验指标的因素，但并不是实验者所要考察的因素，也称为非处理因素。任何实验都是在一定的时间、空间范围内并使用一定的设备进行的，把这些实验条件都保持一致是最理想的，但是这在很多场合是办不到的。解决的办法是把这些区组因素也纳入实验中，在对实验做设计和数据分析中也都作为实验因素。

1.2 单因素优化实验设计

1.2.1 单因素实验的定义及其应用场合

单因素优选法是指在安排实验时，影响实验指标的因素只有一个。实验的任务是在一个可能包含最优点的实验范围 $[a, b]$ 内寻求这个因素最优的取值，以得到优化的实验目标值。在多数情况下，影响实验指标的因素不止一个，称为多因素实验设计。有时虽然影响实验指标的因素有多个，但是只考虑一个影响程度最大的因素，其余因素都固定在理论或经验上的最优水平保持不变，这种情况也属于单因素实验设计问题。

优选问题在实验研究、开发设计中经常碰到。例如在现有设备和原材料条件下，如何安排生产工艺，使产量最高、质量最好，在保证产品质量的前提下使产量高而成本低。为了实现以上目标就要做实验，优化实验设计就是关于如何科学安排实验并分析实验结果的方法。

单因素优化实验设计包括均分法、对分法、斐波那契（Fibonacci）数法、黄金分割法等多种方法，统称为优选法。这些方法都是在生产过程中产生和发展起来的，从 20 世纪 60 年代起，我国著名数学家华罗庚教授在全国大力推广优选法，取得了巨大的成效。

单因素优化实验设计有多种方法，对一个实验应该使用哪一种方法与实验的目标、实验指标的函数形状、实验的成本费用有关。在单因素实验中，实验指标函数 $f(x)$ 是一元函数，它