

高等学校教材

无机非金属材料专业 综合实验与课程实验

黄新友 主编



化学工业出版社

本书详细介绍了与无机非金属材料相关的一些实验,内容涉及比较广泛,包括信息功能陶瓷材料、玻璃材料及热工仪表、结构陶瓷材料三大系列的综合性内容;以及粉体工程、陶瓷工艺性能、材料物理性能和现代材料测试等多方面的实验内容。本书强调理论与实践的结合,同时具备可操作性,是一本具有一定实际应用价值的教材。

本书可作为高等学校教材,亦可供有关工程技术人员在科研、设计、生产、检测等方面参考。

林楚刘学等编

无机非金属材料专业综合实验与课程实验

黄新友主编

主编 黄新友

图书在版编目(CIP)数据

无机非金属材料专业综合实验与课程实验/黄新友主编.
北京:化学工业出版社,2008.5
高等学校教材
ISBN 978-7-122-02588-3

I. 无… II. 黄… 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051270号

责任编辑:杨菁

文字编辑:李玥

责任校对:宋夏

装帧设计:潘峰

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印 装:北京永鑫印刷有限责任公司

装 订:三河市万龙印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张15¼ 字数374千字 2008年7月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:28.00元

版权所有 违者必究

前 言

无机非金属材料实验教学是为了使学生进一步巩固和运用所学的材料科学与工程方面的基本理论,掌握材料制备与材料性能测试的基本知识和基本技能,培养和提高学生的实践动手能力、创新能力,提高学生的综合素质,为正确设计材料、生产材料和合理应用材料打好基础。

无机非金属材料专业综合实验课是高等学校无机非金属材料工程专业的一门独立、重要的课程,它在材料的研究和生产实践中起着重要的作用,无机非金属材料理论研究的发展、生产工艺的改进、产品质量的提高和新品种的开发,都与无机非金属材料的专业综合实验息息相关。因此实验教学也是无机非金属材料专业最重要的教学环节之一。为满足高等学校无机非金属材料专业的实验教学需要,同时为了适应新时代发展的需要,培养出具有宽广扎实的专业基础和较强的知识能力的无机非金属材料科学技术人员,我们在原《信息功能陶瓷材料综合实验指导书》、《玻璃材料及热工仪表综合实验指导书》、《无机材料综合实验——结构陶瓷材料系列实验指导书》和《无机材料物理性能课程实验指导书》的基础上编写了这本《无机非金属材料专业综合实验与课程实验》教材。以适应目前的教学要求。

在本教材的编写过程中,编者查阅参考了大量的文献资料,注意吸收国内外本学科专业的最新成果和国内有关的新标准、新规范的内容,听取了有关教师的建设性意见,使之更能适合目前宽口径专业的教学需要。在内容的选择上,以综合实验和基本实验为主,其目的主要是对学生在进行实验方案设计时起到指导作用,为学生较早地参加科研和开展创新活动创造有利的条件,使学生对无机非金属材料的研究工作有较完整和系统深刻的认识和掌握。本书知识面广,能够满足无机非金属材料专业的学生掌握全面系统的专业实验技能和实验课的教学要求,能有效地培养学生的创新能力和加强动手能力训练,使学生具有一定的科研能力和分析、解决问题的能力。为学生的学习实践能力和实际就业打下良好扎实的基础,适应了培养复合型人才的办学宗旨。

本书系统地介绍了无机非金属材料的基本性质及其典型性能的测量原理和实验方法,还介绍了现代材料结构分析的基本原理和实验方法。实验教材的主要内容包括了综合性实验和综合设计型实验、现代测试方法实验、物理性能实验、工艺性能实验、基础实验等。

全书共分为八章。第一章为测量误差及实验数据的处理。第二章为信息功能陶瓷材料综合实验,主要介绍了信息功能陶瓷材料的制备方法和完整的工艺实验方法以及主要的性能和测试技术。第三章是玻璃材料及热工仪表综合实验,介绍了有关物理、化学、工艺性能的经典测试和实验方法。第四章为结构陶瓷材料综合实验,主要介绍结构陶瓷材料的制备工艺和方法,同时也介绍了主要性能参数的测量方法。第五章是陶瓷工艺实验。第六章是粉体工程实验。第七章是物理性能实验。第八章是现代材料分析方法。为了培养学生分析和解决实际问题的能力,在每个实验后均附有思考题。

本书知识量大,专业面广,充分反映了江苏大学在该学科领域中的特色、专长和优势。本书适用于大专院校的本科生、专科生的实验教学和自学,对研究生和从事无机非金属材料

研究工作和生产一线的技术人员也具有一定的参考价值。

本书由黄新友主编，高春华、余正国参与了编写工作。在编写过程中吸取了历届学生在使用中提出的宝贵意见，也参考了许多兄弟院校的实验教材和有关著作，在此表示衷心的感谢。

由于编者水平所限，书中难免存在纰漏，书中不当之处，热忱欢迎读者批评指正，以便进一步订正和修改。

编者 黄新友 高春华 余正国
2008年2月

目 录

第一章 测量误差及实验数据的处理	1
一、误差	1
二、测量误差的分类	1
三、系统误差的消除方法	2
四、有效数字及其运算	2
五、实验要求	2
六、实验注意事项	3
七、实验室加热设备的使用要点	3
第二章 信息功能陶瓷材料综合实验	5
实验一 配料与混合	5
实验二 主晶相的固相法合成	8
实验三 差热分析	11
实验四 可塑法成型工艺	14
实验五 硅碳棒电炉的使用(烧结工艺实验)	18
实验六 陶瓷的金属化与封接	22
实验七 压电陶瓷的极化	25
实验八 陶瓷介电性能的测定	27
实验九 陶瓷压电性能的测定	32
实验十 PTC 热敏陶瓷阻-温特性的测定	35
第三章 玻璃材料及热工仪表综合实验	37
实验十一 玻璃原料化学成分分析	37
实验十二 玻璃配合料均匀度的测定	41
实验十三 玻璃热稳定性的测定	43
实验十四 玻璃析晶性能的测定	45
实验十五 玻璃熔制实验	48
实验十六 玻璃折射率和平均色散的测定	51
实验十七 玻璃内应力的测定	54
实验十八 玻璃软化点温度的测定	58
实验十九 玻璃退火温度的测定	61
实验二十 熔体高温黏度的测定	64
实验二十一 烟气成分分析	67
实验二十二 温度测量原理实验	70

实验二十三	炉窑温度自动控制原理实验	75
第四章	结构陶瓷材料综合实验	80
实验二十四	超微粉体的液相法合成	80
实验二十五	粉体的球磨与筛分	85
实验二十六	粉体的粒度及其分布的测定	88
实验二十七	颗粒的悬浮与分散	91
实验二十八	造粒与干压成型	94
实验二十九	烧结温度与烧结温度范围	98
实验三十	干燥、脱胶与收缩率的测定	101
实验三十一	体积密度和气孔率的测定	104
实验三十二	陶瓷试样的切割与表面加工	107
实验三十三	陶瓷弹性模量的测定	110
实验三十四	陶瓷弯曲强度的测定	113
实验三十五	陶瓷的硬度测定及压痕法测 K_{1c}	116
实验三十六	陶瓷试样的电镜观察	120
实验三十七	陶瓷的热压烧结	123
第五章	陶瓷工艺实验	127
实验三十八	陶瓷泥浆性能的测定	127
实验三十九	黏土或坯料可塑性的测定	130
实验四十	黏土泥浆 ξ 电位的测定	135
实验四十一	陶瓷坯釉应力的测定	138
实验四十二	釉面光泽度的测定	141
实验四十三	陶瓷坯料配方实验	143
实验四十四	陶瓷釉料的配方实验	147
实验四十五	熔块釉的熔制实验	150
实验四十六	陶瓷工艺综合性实验	152
第六章	粉体工程实验	154
实验四十七	Bond 球磨功指数的测定	154
实验四十八	粉体真密度的测定	162
实验四十九	粉体比表面积的测定	165
实验五十	粉体流动性的测定	170
实验五十一	球磨机粉磨实验	172
第七章	物理性能实验	174
实验五十二	高阻、低阻的测试方法	174
实验五十三	铁电电滞回线的测定	178
实验五十四	阻抗分析测试技术	180
实验五十五	材料热膨胀系数的测定	183

第八章 现代材料分析方法	187
实验五十六 综合热分析	187
实验五十七 X射线衍射仪多相物质的相分析	192
实验五十八 电子探针能谱仪的构造及成分分析	197
实验五十九 透射电镜的构造、原理、操作及明暗场成像	202
实验六十 扫描电镜结构、原理及组织观察	207
附录	213
附录一 热电偶分度表	213
附录二 各种筛子的规格	225
附录三 测温锥	226
附录四 正交实验表	228
参考文献	234

第一章 测量误差及实验数据的处理

一、误差

人们在实际测量中，希望得到被测量对象的客观真值，但由于受到各种条件的限制，如测量工具的准确度、测量方法的完善程度、测量条件的稳定程度及测量者的经验等，因此使测量的客观真值无法得到，所得的测量结果实际上是其近似值，即测量值与真值之间存在差别。该近似值与客观真值的差称为误差。测量误差由下式表示：

$$\Delta X = X - X_0$$

式中， X 代表测量值； X_0 代表被测量的真值； ΔX 称为绝对误差。绝对误差 ΔX 不能表达测量结果的可靠程度，常用绝对误差 ΔX 与真值之比来表达测量结果的好坏，即用相对误差 (E_r) 表示，有：

$$E_r = \Delta X / X_0$$

一般认为，误差越小，测量的值越准确。相对误差一般用百分数来表示。由于真值是需测量的对象，实际上是未知的，测量值与真值往往相差不大，上式的 X_0 可用 X 代替，表达为：

$$E_r = \Delta X / X \times 100\%$$

由于被测量的真值是未知的，所以不能用测量误差的计算公式算出测量值的真误差。为了对测量值的准确程度进行量化表达，在测量误差的基础上引入了测量不确定度的概念，表示测量值可能变动的范围，即以测量结果作为被测量真值的估计值时可能存在误差的范围，在这个范围内以一定的概率包含真值。该范围表示为：

$$\text{测量结果} = X \pm u(P)$$

式中， X 为测量值； u 为测量不确定度； P 为包含真值的概率。相对不确定度定义为：

$$U_r = u / X \times 100\%$$

二、测量误差的分类

根据实验中误差产生的来源，测量误差主要可分为以下几类。

1. 系统误差

系统误差主要指在相同条件下对同一测量物进行多次测量时，误差的绝对值和符号均保持不变，当条件改变时，误差的绝对值和符号按一定规律变化。该误差是由于测量工具误差、环境的影响、测量方法不完善及测量者生理和心理上的特点等造成的。如水银温度计的 0 点刻度偏离冰点等。系统误差主要分为：工具误差、附加误差、方法误差和个人误差。

- ① 工具误差由测量工具本身不完善决定。
- ② 附加误差由测量的条件和校正的条件不同所致。
- ③ 方法误差由间接测量后使用近似公式或测量方法不完善造成。
- ④ 个人误差由测量者的习惯和生理缺陷造成。

2. 随机误差

随机误差也称为偶然误差,是由某些偶然因素造成的。这种误差多数情况下是由对测量值影响微小且相互独立的多种变化因素导致的综合结果。如实验条件的波动使测量仪器和测量对象发生微小变化等。由于随机误差在多次测量中按统计规律分布,为使测量结果有更大的可靠性,常采取重复多次对同一测量物的测量,将多次测量值的平均值作为测量的结果。

3. 疏失误差

疏失误差是由于测量者粗心大意造成的。这种测量结果应该消除。

可见,要得到可靠的测量结果,必须消除系统误差、随机误差和疏失误差。

三、系统误差的消除方法

正确地使用测量设备,根据具体的测量要求和条件,采取相应的方法,尽量消除可能产生误差的根源,以保证测量结果的可靠性。可掌握的系统误差可以通过引入修正值的办法进行修正,主要有以下方法。

1. 正负误差补偿法

这种方法是进行两次测量,使测量结果中的系统误差一次为正,一次为负,取其结果的算术平均值,则该恒定的系统误差可消除。

2. 替代法

替代法是采用可变的标准量置换被测量使产生的效果与置换前相同的一种方法。即在测量装置上将被测量进行测量后,马上将一标准量替换被测量,再一次进行测量,将测量装置调整到与前测量同样的情况,则被测量等于已知的标准量数值。在该置换过程中应保持其他条件不变,这样由于测量装置特性产生的误差可被消除。

3. 引入校正值法

当已知系统误差的特性和大小时,可将相应的校正值直接引入到测量结果中,得到可靠的测量结果。

四、有效数字及其运算

从测量装置上读取数据,要读出整、分度的刻度数,也要尽可能地读出最小刻度的下一位估计数。如从指针式万用电表上读出某电阻的电阻值为 5.14Ω ,其中 5.1 是直接从仪表的刻度上读出的,“ 0.1 ”是最小刻度,小数点后第二位是测量者估读的,该估读数会因人而异,所以是有疑问的数字,称为存疑数字。有效数字是指含有一位存疑数字的所有直接从测量装置上读取的数字。所以,实验记录的原始数据,其最后一位数字应该是估读的,而测量数据不能因单位换算而改变有效数字的位数。

有效数字运算总的原则是:存疑数字与确切数字相加减或相乘除,其结果仍是存疑数字,在最后结果中,只保留一位存疑数字,其后的数字均应舍去,但对存疑数字后一位数,采用四舍五入法处理。和或差的存疑数字位置,与参与运算各量中存疑数字量值最大的一个相同。如:

$$51.2 + 26.73 = 77.93 \approx 77.9$$

一般几个数相乘或相除时,积或商的有效数字位数与乘或除运算各量中有效数字位数最少的有效数字位数相同。

$$2.256 \times 31.2 = 70.3872 \approx 70.4$$

五、实验要求

实验前应该做好充分准备,弄清实验原理、实验目的、要求以及实验条件和可能产生偏

差的因素等。

实验过程中应该操作准确、观察细心、正确地记录有关实验数据，并将实验过程中的异常现象及时记录下来。

实验数据的可靠性是分析与阐明实验结果，并作出必要结论的关键所在，所以在整个实验过程中，都应注意将实验误差限制在尽可能小的范围内，因此，对每一实验的操作、读数、记录都应认真对待，一丝不苟。

六、实验注意事项

1. 自觉遵守实验室规则。
2. 实验前应根据实验讲义进行充分准备，实验前经老师提问合格后，方可开始实验。
3. 实验过程中，严肃认真，保持实验室安静。严格按操作规程进行，注意安全，爱护仪器。
4. 实验时，每个学生都应了解、掌握整个实验过程。
5. 实验完毕，必须将实验记录交教师检查，合格者方可结束实验，不合格者重新进行实验。
6. 每人必须认真填写一份实验报告，实验报告除包括必要的实验目的及原理以外，还应包括原始数据、计算方法、必要的表格与图形、主要的实验过程等。另外，还应就实验结果做必要的讨论，分析引起偏差的原因。书写应清楚整洁。
7. 实验时应保持实验台整洁，实验结束后应整理仪器，做好室内清洁卫生。

七、实验室加热设备的使用要点

1. 电热干燥箱

常用温度在 $100\sim 150^{\circ}\text{C}$ 之间。各种干燥箱在使用时，应注意以下几点：①使用干燥箱时的电压与电源电压应一致；②接通地线及电源，检查电源指示灯，打开加热开关，让温度逐渐上升至所需数值，调节自动控制旋钮在断接点上（即自动控制灯亮、熄交替之间），以保证干燥箱定点恒温；③干燥箱内不应放置对金属有腐蚀性的物质，也不要放置易燃易爆的物品，箱内要经常保持清洁；④箱内放置物品时，不要放在门口，以免开门时不甚使制品滑下打破，放入的试样要排列整齐，不要直接放在隔板上，也不要用纸托，而是应放置在称量瓶、玻璃器皿、陶瓷器皿、搪瓷盘中；⑤干燥试样时，水分高的尽量放在上层，如做含水率测定的试样在接近称量时间时，就不要放入水分大的物品；⑥干燥箱在使用温度不超过 110°C ，并且温度控制系统灵敏时，方可长时间使用。

2. 马弗式电阻炉的使用要点

工作温度可达 $1000\sim 1200^{\circ}\text{C}$ 。马弗式电阻炉在使用时应注意以下几点。①电炉安置好后，不要轻易搬动。配用的热电偶正负极不可接错。热电偶外接线路的电阻应符合毫伏计所示内阻值，不符合则用外附电阻调整。②将毫伏计下端的红色指针调拨到设定的温度位置。③打开电源后，随着温度的升高，黑色温度指针慢慢向右移动，当红、黑两指针吻合时，达到所需定值温度时即自动切断电源。即停止升温，开始保温，当炉温低于所需的温度时则会自动接通电源，电路又开始自动升温，如此循环反复，最终达到自动恒温的目的。④煅烧物质被烧达到要求后，应先将温度设定旋钮旋到最小，关闭电源开关，再拉下电闸，切勿立即打开炉门，以避免炉膛骤然受冷碎裂。待温度降到 200°C 以下，方可开门用长柄钳取出试样。⑤高温下使用电炉时要在膛内垫一块石棉板，以防止台面受热过高而被损坏和引

起火灾。同时也勿使电炉受潮，以免漏电。

3. 硅碳（钼）棒电阻炉的使用要点

①最高使用温度分别不得超过 1350℃ 和 1600℃。②接线必须紧固，热电偶极性不能接错。③硅碳（钼）冷端必须紧裹些铝箔后再固定夹紧，应经常检查紧固夹在工作时是否发红。④使用时应防止硅碳（钼）棒其热端氧气、水蒸气、碱土金属、石棉和硼化物等与其接触。⑤炉膛底部应铺撒一层耐火粉（氧化铝粉、石英粉、耐火黏土熟料）以防止焙烧物黏结炉底。⑥炉内装试样时，不要碰撞硅碳（钼）棒，以防棒被折断。⑦升温过程中，电阻不断增大，为保证升温速率，应稳定功率，并同时增大电压，但不能超出容许的最大电压。在 200~300℃ 以下应手动缓慢升温，升温过快会导致炉子损坏。200℃、300℃ 以后高温炉会按所设定的温度自动升温。⑧煅烧物质达到被烧要求后，先关闭电源开关，再拉下电闸，切勿立即打开炉门，以避免炉膛骤然受冷碎裂。待温度降到 200℃ 以下，方可开启炉门用长柄钳取出试样。

（此处为模糊文字，疑似为实验原理或背景介绍，内容不可辨识）

（此处为模糊文字，疑似为实验目的或原理，内容不可辨识）

（此处为模糊文字，疑似为实验步骤或注意事项，内容不可辨识）

（此处为模糊文字，疑似为实验结果或结论，内容不可辨识）

第二章 信息功能陶瓷材料综合实验

实验一 配料与混合

一、实验目的

1. 熟练掌握配料配方的实验原理及实验方案的制订方法、配料操作规程和配料计算方法。
2. 了解影响配料配方的复杂因素, 针对生产工艺上出现的问题提出配料配方的修改措施。
3. 学会使用电子天平准确称量, 掌握行星磨混合工艺, 熟悉信息功能材料配料与混合的操作技能。

二、实验原理

单独一种原料, 很难直接用来制造陶瓷, 更难以满足产品的特定要求。通常都是采用多种原料互相配合, 才能制造出符合特定要求的陶瓷产品。制定配料配方, 尚缺乏完善方法, 主要原因是原料成分多变, 工艺制度不稳, 影响因素太多, 以致对预期效果的预测没有把握。

根据理论计算或凭经验摸索, 经过多次试验, 在既定的各种条件下, 均能找到成功配方, 但条件一变则配方的性能也随之而变。

在拟定原料配方时, 应遵循几条原则: ①配料的组成应满足产品的性能和使用要求; ②拟定配方时应考虑生产工艺及设备要求; ③考虑经济上的合理性; ④借鉴成熟配方; ⑤弄清各原料在陶瓷材料中的作用。

在陶瓷工艺中, 配料对制品的性能和以后各道工序的影响很大, 必须认真进行, 否则将会带来不可估量的影响。

对信息功能陶瓷材料通常采用细粉来进行配料混合, 不需要进行磨细。就均匀混合要求来说, 必须引起高度重视。

行星球磨机的工作原理是在一转盘上装有 4 个球磨罐, 当转盘转动时, 球磨罐在绕转盘轴公转的同时以绕自身作行星式自转运动, 罐中磨球在高速运动中研磨和混合样品。

行星球磨机能用于、湿两种方法粉碎和混合粒度不同、硬度各异的各种材料, 最小粒度可磨至 $0.5\mu\text{m}$ 。

1. 配料计算

在陶瓷生产中, 常用的配料计算方法有两种: 一种是按化学计量式 (ABDO_3 形式, 如 $\text{Ba}_{0.85}\text{Ca}_{0.15}\text{TiO}_3$, 其特点是 A 位置上和 B 位置上各元素右下角系数的和等于 1) 进行计算:

物质的质量(g) = 该物质的摩尔数 × 该物质的摩尔质量

为了配制任意质量的配方, 先要计算出各种原料在配料中的质量百分比。设各种原料的质量分别为 $m_i (i=1, 2, \dots, n)$; 各原料的摩尔数分别为 x_i ; 各原料的摩尔质量分别为 M_i , 则各原料的质量为: $m_i = x_i M_i$ 。

知道了各种原料的质量，应可求出各原料质量百分比。设质量百分比为 A_i ，则

$$A_i = \frac{m_i}{\sum m_i} \times 100\%$$

应当指出：上面的计算是按纯度为 100% 设想的。但一般原料都不可能有这样高的纯度，因此计算时，要根据原料的实际纯度再换成实际的原料质量。设实际的原料质量为 m ，

纯度为 p 时，则： $m' = \frac{m}{p}$ 。

另外，在配料称量前，如果原料不是很干，则需要进行烘干，或者扣除水分。

在配方计算时，原料有氧化物（如 MgO ），也有碳酸盐（如 $MgCO_3$ ）以及其他化合物。其计算标准一般根据所用原料化学分子式计算最为简便。只要把主成分按摩尔数计算配入配料中即可。对于用铅类氧化物配料，如果用 PbO 配料，则 PbO 为 1mol；如果用 Pb_3O_4 配料时，折合成 PbO 就是 3mol。

另一种是根据坯料预期的化学组成进行计算（计算方法略）。

2. 实验配方（可根据需要而定）

配方举例：实验所用的配方是以下两种配方之一或者根据需要自行确定。

(1) 高介电常数 $Ba(Zr, Ti)O_3$ 基铁电电容器陶瓷配方：

$BaTiO_3$ 85%， $BaZrO_3$ 15%， H_2WO_4 (WO_3) 0.5%， ZnO 0.4%， CeO 0.1%（皆为质量分数）。

(2) 压电陶瓷材料配方：

$[Pb(Mn_{1/3}Sb_{2/3})O_3]_{0.07} - (PbTiO_3)_{0.4825} - (PbZrO_3)_{0.4475}$ 。

三、仪器设备

FA/JA 型电子天平；ND2-2L 超级球磨机。

四、实验步骤

(一) 配料

(1) 根据产品性能要求，确定所选用的原料。

(2) 根据上述计算方法进行配料计算。

(3) 利用电子天平准确称取所需原料，注意大小料的称量次序。

(二) 混合

1. 操作准备

(1) 球磨罐 通常四个球磨罐重量（罐+配球+试样+辅料）应基本一致，以保持运转平稳，减小振动引起的噪声，延长设备使用寿命。若样品不足，对称使用（只装两个罐）也可。

(2) 试样 试样直径通常为 1mm 以下，固体颗粒一般不超过 3mm，土壤允许至 10mm。

(3) 装料最大容积（试样+配料+辅料）为球磨罐容积的三分之二，余下的三分之一作为运动空间。

(4) 基本规则 为了获取最佳效果，转速、球磨时间、配球（大小球合理搭配）及试样大小、多少和添加辅料等参数要选择恰当。混合常用转速为 180r/min 左右，球磨常用转速为 230r/min 左右。

为了获取最佳效果，通常大小球应搭配用（大小球配比常为 1:5 或者 1:6），大球用来配重与砸碎样品以及分散小球，小球用来混合及研磨样品。

湿球磨比干球磨可获得更细的实验试样。

2. 操作步骤

(1) 将已装好球、料的球磨罐正确安放在球磨机上, 然后用 V 形反手针压紧, 平把手锁紧, 再罩上安全罩 (若不罩安全罩, 电动机无法启动)。

(2) 用带插头的电线连接电源 (交流 $220\text{V} \pm 10\%$, 50Hz) 和控制器。

(3) 在控制器上设定运行方式后, 启动电动机。

ND2-2L 型超级行星球磨机专用变频器使用说明见表 2-1。

表 2-1 功能码表

功能码	功能说明
F1	运行方向设定: 0 单向运行, 1 换向运行
F2	定时方式设定: 0 连续运行, 1 定时运行
F3	换向运行周期设定: 1~99min
F4	被拖动系统传动比设定: 0. 10~200. 00
F5	显示方式: 0 显示频率, 1 显示转速
F6	定时运行时间设定: 1~999min

注: 1. 在拖动系统传动比设定为 3.75 的情况下, 显示的是大盘的实际转速 (每 1Hz 对应大盘的转速为 $8\text{r}/\text{min}$)。22Hz 对应的最大转速为 $180\text{r}/\text{min}$ 。

2. 变频器内默认值: 上限频率设定为 40Hz ; 加速时间设定为 10s ; 减速时间设定为 10s ; V/F 补偿曲线为 4。

3. 运行共有 4 种状态, 见表 2-2。

4. 功能码用“方式”键与“▲”、“▼”键选择。

5. 每次功能码与功能选定后, 均须按“设置”键才能确认。

6. 转速 (或频率) 用面板上的电位器调整 (转速最小不低于 $40\text{r}/\text{min}$)。

表 2-2 运行状态

项 目	F0=0	F0=1
F6=0	连续单向	连续换向
F6=1	定时单向	定时换向

(4) 待转盘停稳后, 卸去安全系数罩, 先拧松平把手, 再拧松 V 形把手, 卸下把手, 便可拿出球磨罐。

五、注意事项

1. 称量前必须仔细阅读 FA/JA 型电子天平使用说明书。
2. 配料称量时要准确, 要始终一致。
3. 球磨机只适用于 220V 交流电网, 不得使用其他电源。
4. 球磨机在“启动”前, 选择最佳运行方式, 以提高研磨效率并延长设备使用寿命。

六、实验报告要求

1. 实验目的、实验原理。
2. 配料的计算过程。
3. 实验操作步骤。
4. 个人体会及对实验改进的意见。

七、思考题

1. 配料中应注意哪些问题?
2. 球磨时应如何考虑加料次序?

实验二 主晶相的固相法合成

一、合成的目的和作用

1. 使各材料的固相反应充分均匀, 生成组成固定的固溶体, 以利于烧结时充分成瓷, 结晶致密均匀, 形成主晶相。当瓷料中某一种成分占的比例较少时, 如果不事先合成而直接用“生料”成型进行烧结, 这种本来在瓷料中比例就较少的原料, 在整个瓷料中占的比例就会显得更少, 混合均匀也就更加困难。这样烧结出来的陶瓷, 不仅主晶相分布不均匀, 而且在组成比例上也不合适, 陶瓷的最终性能就不能稳定。

2. 排除原料中的二氧化碳和水分, 减小瓷料的烧成收缩, 以便于控制制品的外形尺寸。在合成过程中, 随着温度的升高, 某些原料发生分解, 放出二氧化碳和氧气, 以及生成新的化合物。这时都伴随有很大的体积变化, 因而很容易引起制品变形、开裂。如果事先合成, 就可以充分排除二氧化碳和水分, 让多晶转变更充分完全, 从而得到致密均匀的制品, 收缩率和尺寸也易控制。

二、合成原理

主晶相的固相法合成是信息功能陶瓷材料制造过程中最重要的工序之一。对于锆钛酸铅压电陶瓷元件, 经球磨、混合后已压实的坯件, 通过合成这道工序, 在一定条件下, 可制出较为稳定的锆钛酸铅固溶体以及微量的极度不稳定的游离氧化铅、氧化锆、二氧化钛。确定合成条件的原则有两条: 一是务必使配方各组分的固相反应完全, 游离氧化物能达到最小极限; 二是要防止配方各组分的还原以及氧化铅的大量挥发。

1. 低温阶段 (室温至 200℃)

低温阶段实际上就是烘烤阶段。这一阶段主要是排除坯件中的水分及微量有机物, 并无化学变化。坯件中的水分及有机物被排除后, 取而代之的是空气, 所以气孔率增加, 相应的透气性随之增大, 坯件体积密度减小, 且体积呈现微量收缩。这一系列的变化都是物理变化, 没有任何新化合物的生成。

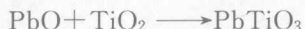
为使坯件中的残余水分和有机挥发物得到彻底干燥和充分排除, 必须通风良好, 炉门不能紧闭, 容器不能密封。若坯件中含水分过多, 且升温速度太快, 坯件很可能崩裂成碎块。

2. 分解、化合反应阶段 (200~850℃)

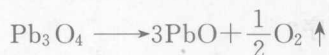
(1) 采用不同种类铅的化合物时, 合成固相反应的最高温度不相同。当采用碱式碳酸铅 $2\text{PbCO}_3 \cdot \text{Pb}(\text{OH})_2$ 或碳酸铅 PbCO_3 时, 600℃ 以前是分解反应阶段, 生成 PbO :



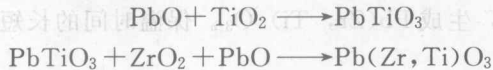
620℃ 开始有形成钛酸铅 PbTiO_3 的反应, 到 770℃ 或 775℃ 时产生共融液相, 使反应加剧, 到 850℃ 时 PZT 固溶体反应基本完成:



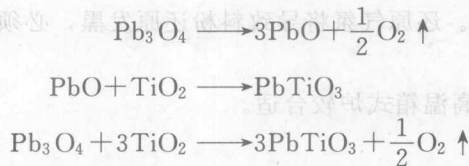
当采用红丹 Pb_3O_4 时, 在 627℃ 左右脱氧, 开始有形成 PbTiO_3 的反应, 到 650℃ 时反应显著, 液相在 780℃ 出现, 促使 PZT 反应加剧, 到 850℃ 时反应基本完成:



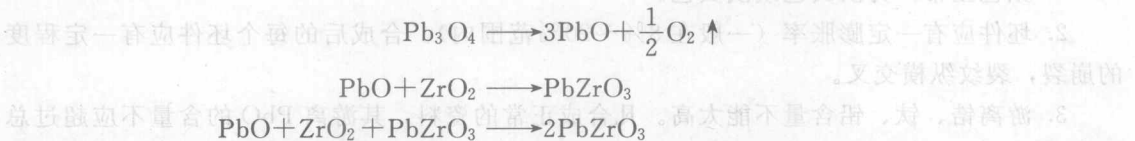
当采用活性较差的氧化铅 PbO 时, 开始形成 PbTiO₃ 的反应温度为 670℃, 液相在 810℃ 出现, 反应到 860℃ 时结束:



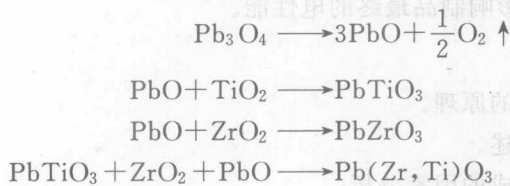
(2) 不同组分的反应历程不一样。就钛酸铅 PbTiO₃ 而言, Pb₃O₄ 在 627℃ 脱氧后, 生成有强烈反应能力的活性 PbO, 立即与 TiO₂ 反应, 生成 PbTiO₃, 到 700℃ 时反应基本完成:



Pb₃O₄ 在 627℃ 脱氧后新生成有强烈反应能力的活性 PbO, 但是, 它并不像 PbTiO₃ 那样, 立即与 ZrO₂ 作用, 大量生成 PbZrO₃, 而只是当 PbO、ZrO₂ 与已合成的少量 PbZrO₃ 在 790℃ 附近生成三元共熔点液相 (即 PbO、ZrO₂ 和 PbTiO₃) 时, 才发生 PbZrO₃ 的合成反应, 到 900℃ 时反应完成:



Pb₃O₄ 在 627℃ 脱氧后新生成有强烈反应能力的活性 PbO, 它先与 TiO₂ 反应, 形成 PbTiO₃。在 840℃ 液相出现, 紧接着形成 Pb(Zr, Ti)O₃ 固溶体, 到 850℃ 时反应基本完成:



3. 保温阶段 (850~900℃)

配方不同, 保温阶段的温度也有差异, 一般在 850~900℃ 之间。这一阶段主要是继续完成上阶段尚未完成的化学反应。固态物质的化合反应不像液相物质的化合反应那么容易, 必须有一定的反应时间。因此, 必须经过一定时间的保温, 使反应更加充分和完全。

三、合成的工艺条件

当采用活性四氧化三铅 Pb₃O₄ 为原料, 主晶相的固相合成工艺条件如下。

1. 装炉

将坯件装在坩埚内, 但坯件不能与坩埚直接接触, 坯件之间需要留一定间隙 (用碎垫板隔开)。坩埚加盖, 但不密封, 也留一定缝隙, 以便于气体和水分的逸出。每炉一次合成一批料粉较合适。

2. 升温速度和保温时间