

高等学校教材

功能材料 制备与性能实验教程

陈国华 主编

GONGNENG CAILIAO
ZHIBEI YU XINGNENG SHIYAN JIAOCHENG



化学工业出版社

高等学校教材

功能材料制备与性能 实验教程

陈国华 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

全书共分三部分：基础性实验部分、综合性实验部分和创新性实验部分。全书共有 49 个实验，内容涉及功能陶瓷粉体材料的合成制备与表征、各种先进介电、光电、磁电等功能陶瓷及薄膜材料的电学、光学、磁学、热学、电化学性能等的测试分析、材料的成型与烧结等内容。每个实验既阐明了实验目的、基本原理与实验内容，又较详细介绍了实验仪器设备、实验步骤与方法、实验注意事项，同时提出了对实验报告的要求，在每个实验后面都附有参考文献，旨在为功能材料制备与性能表征的实验教学提供指导。

本书可作为高等院校材料科学与工程、无机非金属材料工程、材料物理、材料化学、应用物理学等专业本科生和研究生的实验教学用书，也可供从事功能材料的科技人员和相关专业的工程技术人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

功能材料制备与性能实验教程/陈国华主编. —北京:
化学工业出版社, 2012. 11
ISBN 978-7-122-15453-8

I. ①功… II. ①陈… III. ①功能材料-性能试验-教材 IV. ①TB342

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 234003 号

责任编辑：陶艳玲

装帧设计：关 飞

责任校对：边 涛

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 刷：北京市振南印刷有限责任公司

装 订：三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 11¼ 字数 280 千字 2013 年 1 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：25.00 元

版权所有 违者必究

前言

实验教学是实现素质教育和创新人才培养的重要环节，也是培养卓越工程师的迫切需要。实验教学对培养学生实验技能、创新能力和综合研究能力及科研素养有着不可替代的作用。材料类专业要求培养的学生既要有深厚扎实的基础理论知识，又要具备多方面的实验研究能力，因此实验教学日益受到重视。近年来，新材料产业作为国家的新兴的战略产业越来越受到重视，因而许多高校的材料类专业大都设置了和新材料产业相关的功能陶瓷材料及薄膜专业方向，也不同程度开设了相关课程的实验。但总体上而言，实验内容较为分散且不够系统，有关与课程相配套的材料制备与性能实验教程还不多见。为了使实验教学与专业课程教学紧密联系，同时又有相对的独立性和针对性，并能满足现代开放实验室对实验教学的要求，我们编写了本书。

本实验教程以功能陶瓷材料类专业典型的共性实验为基础，主要包括现代陶瓷工艺学、先进功能无机材料、薄膜技术与材料、材料物理性能、光电材料、功能材料器件基础、复合材料学、无机非金属材料、专业综合实验、传感器与自动控制等专业主干课程的实验。在实验内容的选择上，尽可能安排以全面提高学生实验技能为主的常规基础性实验，并大体按照材料的制备工艺流程及性能表征进行实验排序，以实现内容编排的系统性和科学性。此外，根据学科专业发展的需要，还特意编写了相当数量的主要以培养学生科研素养、综合实验研究能力、创新能力为目的的“三性”实验，即综合性、设计性和研究创新性实验。

本实验教程有以下主要特点：一是根据材料学科发展的最新动态和专业实验教学的要求，坚持面向一级学科，拓宽专业面，加强常规的基础性实验。因此，基础性实验编写的尽可能详细，以便于学生独立操作实验，提高实验技能。二是注重实验教学体系新结构的探索。以全面提高学生实验技能为主的常规基础实验为基础，逐步提升实验层次和广度，满足学生的认知习惯和规律，因此精心编写了以提高学生的科研素养和综合研究能力及创新能力为主的“三性”实验。三是本实验教程相当部分是编者从近几年来最新的科研成果转化过来的实验，实验内容和表征手段新，且实验内容深度和广度适中，同时也吸取了国内部分相关实验教材的精华，增强了该实验教程的适用性、针对性、科学性和系统性。

本书所列实验共 49 个。每个实验的指导书由实验目的、实验基本原理、实验设备和材料、实验步骤与方法、数据记录与处理、实验内容、实验组织和程序、实验注意事项及参考文献等组成。学生在具体实验时根据条件，可以有选择地完成部分内容。建议采用如下的实验教学方法。

1. 基础性实验可按照教学大纲要求选择相关实验来做，其它实验可由学生自学。
2. 实验重点应放在材料的合成制备与性能表征方面。“三性”实验按组进行，采用轮换或每人做一部分，然后集中讨论分析结果的形式共同完成，以利于培养团队精神。
3. 实行实验室开放制度，学生独立自选实验教材内容或自行设计实验，解决实验教学

内容与实验时间的矛盾。

本书由桂林电子科技大学陈国华教授任主编，桂林电子科技大学袁昌来、朱归胜和周昌荣博士任副主编。其中陈国华教授负责策划和统稿，并负责编写实验 17, 19~22, 34, 37, 49; 袁昌来负责编写实验 29~31, 33, 41, 45, 46; 朱归胜负责编写实验 6~10, 39, 47, 48; 周昌荣负责编写实验 1, 3~4, 11, 13, 18, 35, 44; 许积文负责编写实验 12, 16, 23, 36, 40; 杨华斌负责编写实验 2, 5, 14, 15, 43; 张小文负责编写 26, 28, 42; 江民红负责编写实验 24, 25, 38; 颜东亮负责编写实验 32 和附录。袁昌来博士对书中的图表格式进行校对，全书由中南大学卢安贤教授主审。

本书在编写过程中，主要参考了桂林电子科技大学材料科学与工程学院所使用的实验指导书以及老师们的相关论文、部分兄弟院校的实验教材。桂林电子科技大学材料科学与工程学院的高原教授和徐华蕊研究员对本书编写提出了宝贵意见。本书的出版得到了桂林电子科技大学教务处和材料科学与工程学院的大力支持，谨此一并表示感谢。

由于编者水平有限，实践经验不足，书中难免存在不妥之处，恳请广大读者批评指正。

编者

2012 年 6 月于桂林电子科技大学花江校区

目 录

第一章 基础性实验	1
实验 1 烧结电阻炉及热电偶的认识和使用	1
实验 2 配料与混合	6
实验 3 功能陶瓷材料的成型	10
实验 4 功能陶瓷的烧结	14
实验 5 固相法合成陶瓷粉体	17
实验 6 共沉淀法合成陶瓷粉体	21
实验 7 溶胶-凝胶法合成粉体材料	23
实验 8 水热法合成粉体材料	25
实验 9 粉体材料的比表面积测试	28
实验 10 粉体材料的激光粒度分布测试	31
实验 11 电子陶瓷元件表面银电极的制作	34
实验 12 磁控溅射法制备光电薄膜	38
实验 13 固体电介质材料介电常数与介电损耗测量	42
实验 14 压电陶瓷的极化	47
实验 15 陶瓷材料压电系数 d_{33} 和机电耦合系数 K_p 的测量	52
实验 16 铁电材料的电滞回线测量	57
实验 17 材料绝缘电阻的测量	60
实验 18 介电材料的击穿强度测量	63
实验 19 微波陶瓷介电常数的测量	66
实验 20 微波陶瓷品质因数的测量	69
实验 21 微波陶瓷谐振频率温度系数的测量	72
实验 22 压敏电阻材料三参数的测量	74
实验 23 薄膜材料的方块电阻测量	78
实验 24 磁性材料磁滞回线的测量	83
实验 25 磁致伸缩材料的磁致伸缩系数测量	86
实验 26 材料发光亮度的测定	89
实验 27 材料色度的测定	93
实验 28 材料发光光谱的测量	96
实验 29 电子器件耐老化性能测试	99
实验 30 负温度系数热敏陶瓷的阻温特性测量	101

实验 31	正温度系数热敏陶瓷的阻温特性测量	104
实验 32	超级电容器用氧化锰电极的制备及其电化学性能测试	108
实验 33	材料热膨胀系数的测定	110
实验 34	玻璃材料的制备	113
第二章	综合性、设计性实验	121
实验 35	压电陶瓷的制备和性能测试	121
实验 36	铁电材料的制备与性能表征	123
实验 37	温度稳定型微波介电陶瓷复合材料的制备	125
实验 38	磁致伸缩材料的制备与性能分析	128
实验 39	透明导电纳米粉体材料的制备与表征	130
实验 40	透明导电薄膜的制备与表征	133
实验 41	电子浆料与丝印厚膜电阻的制备技术	135
实验 42	材料电光转换效率及发光性能的综合测试与评价	139
第三章	创新性实验	142
实验 43	高温无铅压电陶瓷的制备	142
实验 44	铁电陶瓷介电性能的温度特性及分析	145
实验 45	半导体敏感陶瓷的制备及其阻抗分析	148
实验 46	多铁性磁电耦合陶瓷的制备与性能表征	152
实验 47	电调可变薄膜电容器制备及性能表征	156
实验 48	白光 LED 发光材料的制备及性能表征	160
实验 49	低温共烧陶瓷用低熔点玻璃粉的制备及性能表征	164
附录		167
附录 1	热电偶电动势分度表	167
附录 2	常用物理量及转换	170
附录 3	筛子规格对照表	171

第一章

基础性实验

实验1 烧结电阻炉及热电偶的认识和使用

一、实验目的

- (1) 掌握热电偶的工作原理以及常见的热电偶类型。
- (2) 了解常见的烧结电炉及功能。
- (3) 掌握烧结电阻炉的使用方法。

二、实验基本原理

(一) 实验背景

用电加热实现预期工艺目的（如物料的冶炼、熔化、加热、热处理、烧结、烘干等）的电热设备称为电炉。电炉可分为电阻炉、感应炉、电弧炉、等离子炉、电子束炉等。

以电流通过导体所产生的焦耳热为热源的电炉称为电阻炉。按发热产生方式，电阻炉分为直接加热和间接加热两种。直接加热电阻炉一般适用于要求快速加热的工艺。

电阻炉一般由电热元件、砌体、金属壳体、炉门和电气控制系统等组成。加热功率从不足一千瓦到数千千瓦，加热元件穿于炉衬上、下、左、右的砌体中。

烧结电阻炉的主要参数：烧结温度、升温速率、功率。

目前，烧结电阻炉基本采用程序控温，因此要掌握程序的设置方法以及注意事项。

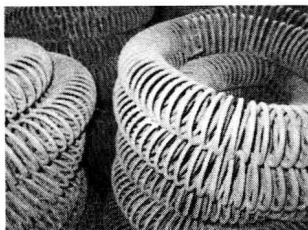
热电偶是温度测量仪表中常用的测温元件，是由两种不同成分的导体两端接合成回路时，当两接合点热电偶温度不同时，就会在回路内产生热电流。如果热电偶的工作端与参比端存有温差时，显示仪表将会指示出热电偶产生的热电势所对应的温度值。热电偶的热电动势将随着测量端温度升高而增长，它的大小只与热电偶材料和两端的温度有关，与热电极的长度、直径无关。各种热电偶的外形常因需要而极不相同，但是它们的基本结构却大致相同，通常由热电极、绝缘套保护管和接线盒等主要部分组成，通常和显示仪表，记录仪表和电子调节器配套使用。

(二) 基本原理

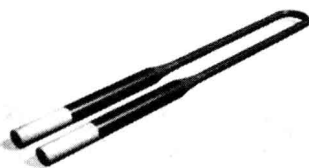
1. 烧结电阻炉

分类：按温度分为高温、中温、低温炉。按加热体分为电阻丝炉、硅碳棒炉、硅钼棒炉

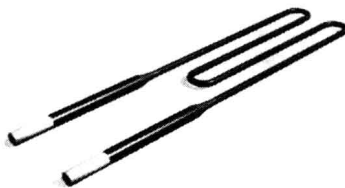
(图 1, 图 2)。



电阻丝

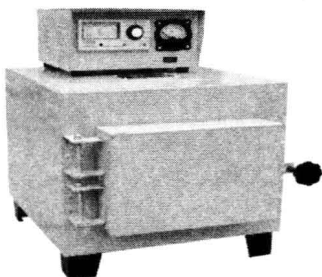


硅碳棒

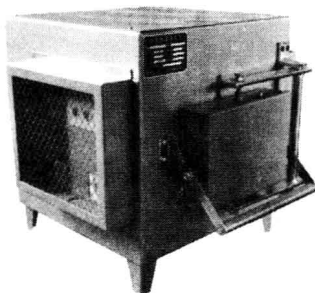


硅钼棒

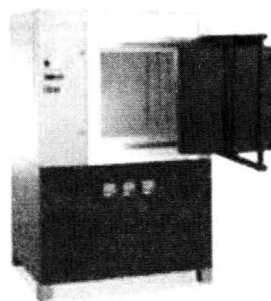
图 1 烧结电阻炉加热体



电阻丝炉



硅碳棒炉

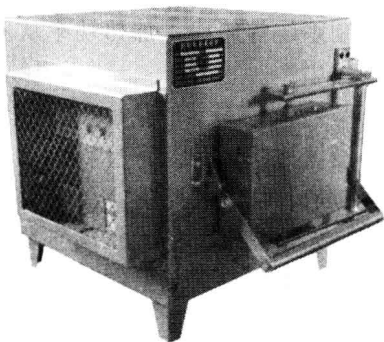


硅钼棒炉

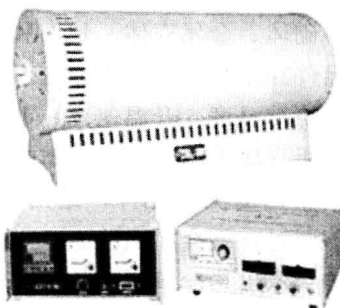
图 2 烧结电阻炉

电阻丝炉额定温度一般 $\leq 1200^{\circ}\text{C}$ ，硅碳棒炉额定温度一般 $\leq 1350^{\circ}\text{C}$ ，硅钼棒炉额定温度一般 $\leq 1700^{\circ}\text{C}$ ，不适合长期在低于 1000°C 使用。

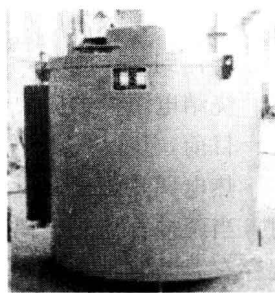
按外形分为箱式炉、管式炉、坩埚炉等 (图 3)。



箱式炉



管式炉



坩埚炉

图 3 烧结电阻炉

按炉内使用气氛和真空度，电阻烧结炉分为普通气氛烧结炉和真空电阻烧结炉 (图 4)。

2. 热电偶的测温原理

热电偶是两种不同成分的材质导体 (称为热电偶丝材或热电极) 组成闭合回路，当

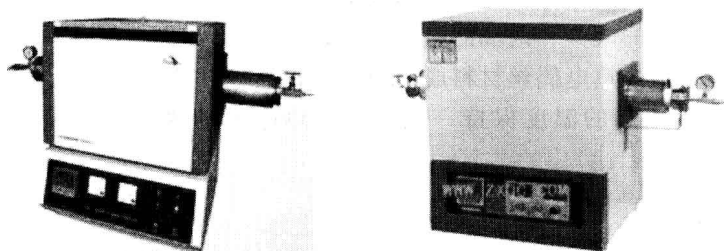


图4 真空电阻烧结炉

接合点两端的温度不同，存在温度梯度时，回路中就会有电流通过，此时两端之间就存在电动势——热电动势，这就是所谓的塞贝克效应。两种不同成分的均质导体为热电极，温度较高的一端为工作端（也称为测量端），温度较低的一端为自由端（也称为补偿端），自由端通常处于某个恒定的温度下（图5）。根据热电动势与温度的函数关系，制成热电偶分度表；分度表是自由端温度在 0°C 时的条件下得到的，不同的热电偶具有不同的分度表。



热电偶工作原理图

图5 热电偶测温的基本原理

在热电偶回路中接入第三种金属材料时，只要该材料两个接点的温度相同，热电偶所产生的热电势将保持不变，即不受第三种金属接入回路中的影响。因此，在热电偶测温时，可接入测量仪表，测得热电动势后，即可知道被测介质的温度。不同型号的热电偶如图6所示。



图6 不同型号的热电偶

热电偶实际上是一种能量转换器，它将热能转换为电能，用所产生的热电势测量温度，对于热电偶的热电势，应注意如下几个问题。

- (1) 热电偶的热电势是热电偶两端温度函数的差，而不是热电偶两端温度差的函数；

(2) 热电偶所产生的热电势的大小，当热电偶的材料是均匀时，与热电偶的长度和直径无关，只与热电偶材料的成分和两端的温差有关；

(3) 当热电偶的两个热电偶丝材料成分确定后，热电偶热电势的大小，只与热电偶的温度差有关；若热电偶冷端的温度保持一定，这样热电偶的热电势仅是工作端温度的单值函数。

3. 热电偶的种类

热电偶种类的主要区别在于其热电偶芯（两根偶丝）的材质不同而不同，它所输出的电动势也不同，热电偶主要有以下几种（见表 1）。

表 1 热电偶的种类和特性

名称	型号(代号)	分度号	测温范围/℃	允许偏差/℃
镍铬-镍硅	WRN	K	0~1200	±2.5 或 0.75% t
镍铬-铜镍	WRE	E	0~900	±2.5 或 0.75% t
铂铑 10-铂	WRP	S	0~1600	±1.5 或 0.25% t
铂铑 30-铂铑 6	WRR	B	600~1700	±1.5 或 0.25% t
铜-铜镍	WRC	T	-40~350	±1.0 或 0.75% t
铁-铜镍	WRF	J	-40~750	±2.5 或 0.75% t

三、实验设备和材料

- (1) 箱式烧结电阻炉：包括电阻丝炉、硅碳棒炉、硅钼棒炉。
- (2) 管式烧结电阻炉：包括电阻丝炉、硅碳棒炉、硅钼棒炉；普通气氛炉、真空气氛炉。
- (3) 烧结素坯
- (4) 承烧板、烧舟、坩埚等

四、实验步骤与方法

- (1) 检查电炉状况，放入烧结素坯，打开电源开关；
- (2) 设定烧结程序如下（具体要看电炉使用说明）。
 - ① 点按 **PRG** 键一下，仪表进入程序设定状态，此时温控表状态窗显示窗显示 000，表示程序的第一段，测量值显示窗显示 T000，参数值显示窗显示温度，可按 **Λ**、**V** 键进行设定起始温度（一般为室温）。
 - ② 按 **set** 键一下，此时温控表测量值显示窗显示 t—01，参数值显示窗显示时间，可按 **Λ** **V** 进行设定第一段的升温时间。
 - ③ 再按 **set** 键一下，此时温控表测量值显示窗显示 U，可按 **<** **Λ** **V** 进行 U 值设置（一般不动，U 值大小表示设置温度与实际温度的跟随程度）。
 - ④ 再按 **set** 键一下，此时温控表测量值显示窗显示 F（F 值在 0~100 直接，边上功率

的大小)，可按 $\boxed{\wedge}\boxed{V}$ 进行设定第一段的功率设置。功率大小根据温度的高低设置，一般温度高，F 值设置大。

⑤ 按 $\boxed{\text{set}}$ 键一下，此时温控表显示窗显示 T—01，设定第一段的结束温度（亦即第二段的起始温度）。

⑥ 再按 $\boxed{\text{set}}$ 键一下，此时温控表测量值显示窗显示 t—01，参数值显示窗显示时间，可按 $\boxed{<}\boxed{\wedge}\boxed{V}$ 进行设定第二段的升温时间。

依次类推按 $\boxed{\text{set}}$ 键进行设定第 n 段的温度和时间，U 与 F 值.....

⑦ 程序终止时把最后一段的时间设定为—121（有些电炉设置为 0），此时当运行结束后，自动切断电源，电炉自然冷却。

⑧ 程序设定好后，同时按下 $\boxed{\text{set}}$ 和 $\boxed{<}$ 键退出程序设定状态，或 15 秒无动作可自己退出。

⑨ 程序运行，长按 $\boxed{V}$ 键 2 秒，参数窗显示 run，进入程序运行，程序运行中长按 $\boxed{V}$ 键 2 秒，参数窗显示 pause，程序暂停。

⑩ 程序终止，长按 $\boxed{\wedge}$ 键 2 秒，参数窗显示 end，程序结束，关闭所有输出。

五、数据记录与处理

烧结工艺制定

程序段	起始温度/℃	时间/min	设置温度/℃	功率 F	U
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					

六、实验组织和程序

(1) 每班分成若干组，每组 5~8 人，在运行温控仪的程序前要请指导老师检查一遍程序设置是否正确。待烧结试样可用在做成型实验时压制的样品。

(2) 不同组学生可改变烧结工艺进行实验，通过对比分析，讨论烧结工艺对样品密度和收缩率的影响。

七、实验注意事项

- (1) 实验前先制定好烧结工艺制度。
- (2) 放置烧结样品时要放置在热电偶的正下方。

- (3) U 值的设置与 F 值的设置要匹配, 以免影响电炉的使用寿命。
- (4) 最高烧结温度务必低于电炉的额定温度。
- (5) 实验前要清理炉内杂物, 以防杂物接触加热元件造成加热元件损坏。
- (6) 仪表显示 300℃ 以上时不应打开炉门, 以免损坏炉膛。

● 思考题 ●

- (1) 怎样正确使用电炉?
- (2) 如何正确安装与使用热电偶?

参 考 文 献

- [1] 杨永森. 热处理电阻炉的现状与发展趋势 [J]. 工业加热, 1990, 2: 22-24.
- [2] 常定轩. 电阻炉的现状与动向 [J]. 工业加热, 1980, 5: 35-41.
- [3] 梁建明. 电阻炉炉温控制系统的研究 [D]. 天津: 河北工业大学, 2003.

实验 2 配料与混合

一、实验目的

- (1) 熟练掌握按照实验配方计算各原料质量的方法。
- (2) 熟练掌握配料、混料的操作规程和基本方法。
- (3) 了解影响配料准确性的各种因素。
- (4) 熟练掌握电子天平的使用以及行星球磨机的操作。

二、实验基本原理

采用传统固相法制备陶瓷, 需要经过配料、混料、烘干、过筛、预烧、二次球磨、烘干、造粒、成型以及烧结等工序。其中配料和混料是最基本的工序。配料的准确性和混料的过程, 直接影响到后续实验结果的好坏, 是实验中最重要的一环。配料是保证所设计配方准确性的基础。混料的作用是将各种原料在物理上混合均匀, 同时也能将原料磨细。混料均匀可使预烧反应更加充分, 有利于主晶相的合成, 同时避免生成杂相。

行星球磨机的工作原理是在运行时, 四个球磨罐在绕转盘轴公转的同时, 又绕自身作行星式自转运动, 罐中的磨球在运动中研磨和混合样品。

行星球磨机可用干、湿两种方法粉碎和混合颗粒不同、硬度各异的各种原料, 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: 按照质量百分比和化学计量比计算。实验室一般是按照化学计量比计算。

$$\text{物质的质量(g)} = \text{该物质的摩尔数} \times \text{该物质的摩尔质量}$$

在配料前, 先按照化学计量比计算各种原料在配料中的摩尔数。设各种原料的摩尔数分

别为 x_i ；质量分别为 m_i ($i=1, 2, 3, 4, \dots, n$)；各原料的摩尔质量分别为 M_i ，则各种原料的质量为

$$m_i = x_i \times M_i$$

应当指出：上面的计算是按原料纯度为 100% 考虑的，但实际上原料的纯度不可能为 100%。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： $m' = m/p$ 。

另外，在配料称量前，所有原料必须经过烘干以保证称量的准确性。

为方便、简便、快速计算配料单，我们采用 WORD 文档中的 EXCEL 功能计算。下图为采用 EXCEL 计算 $(0.95-x)(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3 - 0.05LiSbO_3 - xBiYbO_3$ 的 EXCEL 工作表，具体的使用方法可参考有关 EXCEL 使用指南。

2. 实验配方（具体实验配方由实验室指导老师确定）

配方举例：无铅压电陶瓷配方： $Ba(Zr_{0.2}Ti_{0.8})TiO_3 - 0.5(Ba_{0.7}Ca_{0.3})TiO_3$ 。

自己计算配方，制成如图 1 所示的表格。

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
1		成分	$xBiYbO_3 - (0.95-x)(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3 - 0.05LiSbO_3$							配0.07mol	
2											
3		x	Bi2O3	Yb2O3	K2CO3	Na2CO3	Nb2O5	Li2CO3	Sb2O3	总的质量	
4		0.0005	0.0082	0.0069	2.2965	1.7611	8.8335	0.1293	0.5102	13.5456	
5		0.001	0.0163	0.0138	2.2953	1.7602	8.8289	0.1293	0.5102	13.5539	
6		0.0015	0.0245	0.0207	2.2940	1.7593	8.8242	0.1293	0.5102	13.5622	
7		0.002	0.0326	0.0276	2.2928	1.7584	8.8196	0.1293	0.5102	13.5704	
8											
9		Bi2O3: 0.07*0.5x*465.9582									
10		Yb2O3: 0.07*0.5x*394.0782									
11		K2CO3: 0.07*1/4*(0.95-x)*138.2058									
12		Na2CO3: 0.07*1/4*(0.95-x)*105.9888									
13		Nb2O5: 0.07*0.5*(0.95-x)*265.8098									
14		Li2CO3: 0.07*0.05*0.5*73.8912									
15		Sb2O3: 0.07*0.05*0.5*291.5182									
16											
17		Bi2O3		Yb2O3		K2CO3		Li2CO3			
18		465.9582g/mol		394.0782g/mol		138.2058g/mol		73.8912g/mol			
19											
20		Na2CO3		Nb2O5							
21		105.9888g/mol		265.8098g/mol							

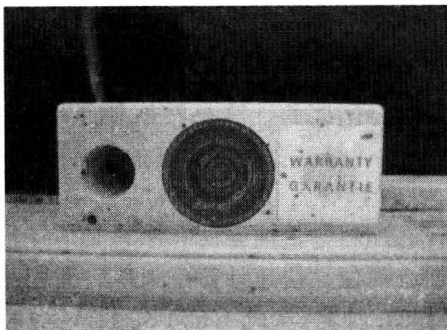
图 1 EXCEL 计算工作表

三、实验仪器及设备

BS110 型电子天平一台（图 2）、QM-BP 行星球磨机（图 3）一台、玛瑙球磨罐 4 个、 ZrO_2 磨球、实验用药品、药勺、棉花、酒精、称量纸等。

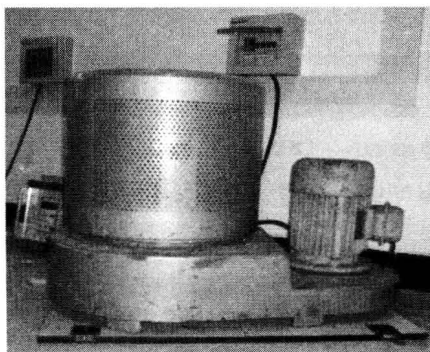


(a) 电子天平



(b) 天平背部的水准仪

图 2 BS110 型电子天平



(a) 球磨主机



(b) 球磨机控制器

图 3 QM-BP 行星球磨机

四、实验步骤和方法

(1) 配方计算 使用 EXCEL 表计算各成分的质量。为保证配料的准确性要求两个人按照同一配方独立计算，将每人计算的结果对比，确认无误后，方能称量原料；

(2) 配料前的准备 将配料时要用的球磨罐事先清洗干净并烘干。实验用各种原料必须先烘干水分，防止因吸潮影响纯度。同时准备好称量纸、药勺、棉花等；

(3) 称量 若称量原料品种和称量次数较多，称量时间比较长，为防止称量出错，一般需要两个人合作，一个称量，一个负责核对，确认无误后，再倒入球磨罐中；

(4) 混料 在球磨罐中加入适量酒精和磨球，一般以酒精刚刚淹没粉料为好。然后将球磨罐放入行星球磨机中球磨 24 小时。设定好运行程序，在机器开始运转后，要观察一段时间（几分钟）看设备运转是否正常，在确定设备正常运转后方能离开。

(5) 烘干 将混好的料浆（一般呈奶油状为好）倒入烧杯或托盘中，然后置于烘箱中，烘干温度 70°C 左右。同时，为防止烘箱中的杂物落入烧杯或托盘中，在烧杯上或托盘上面盖一张白纸或锡箔纸，但不要完全密封。

(6) 过筛造粒 烘干的粉体，用 50~150 目的筛子过筛。

(7) 如果需要知道粉体的粒度分布情况，可用粒度分析检测来评估球磨效果。

五、实验记录与处理

试验者			
日 期	年 月 日	配 方	
球磨机 /(r/min)		机器运转情况 (正常/异常)	

六、试验组织和程序

- (1) 每班分成若干组，每组 2~3 人，具体配方由指导老师确定。
- (2) 要求每组学生参照上述实验步骤进行实验，并做好试验记录。

七、注意事项

- (1) 称量前必须仔细阅读 BS210 型电子天平的使用注意事项，保证称量的准确性；
- (2) 球磨机只适用于 220V 交流电网，不得使用其它电源；
- (3) 球磨机“启动”前，选择最佳运行方式，提高研磨效率并延长设备使用寿命；
- (4) 每次球磨的量不能过多（球+料+酒精总计不得超过球磨罐容积的三分之二）。

附注 1：BS110S 型电子天平的使用规范

一、型号：BS110S；参数：精度为 0.001g；量程：110g

二、使用步骤

- (1) 调整天平的水平：天平的正后方有一个水平仪，天平前方左右两个支点可以调整天平的水平，通过调整两边的旋钮，将水平仪中的气泡调整至正中央。
- (2) 插上电源，按“on/off”打开电源，检查天平的灵敏度是否正常。
- (3) 天平有“归零”功能，先将称量药品的称量纸或者容器，放到天平上，按“TARE”键，即可自动归零。
- (4) 如果使用称量纸称量，必须保证称量纸不要下垂触到称量盘以外的地方。
- (5) 添加药品时，动作要轻，做到轻取轻放。
- (6) 在称量过程中，务必关闭门窗，保持房间内空气的静止，不要让无关人员在天平前走动，以防气流流动影响天平称读数准确性。
- (7) 称量时要等到天平的读数稳定后，再确定其读数，不得在读数还未稳定的情况下，取走称量药品。
- (8) 天平使用过程中，必须注意单次称量总量不得超过天平的最大量程（110g）；
- (9) 天平使用完毕后，必须关闭电源，并清理卫生。

附注 2：行星球磨机的使用

一、型号：QM-BP 行星球磨机

二、行星球磨机操作步骤

- (1) 将已装好球、料的球磨罐正确安装在球磨机上，然后用 V 形扳手压紧，平把手锁紧，再罩上安全罩。
- (2) 用带插头的电线连接电源（交流 220V±10%，50Hz）和控制器。

(3) 在控制器上设定运行方式，设定好程序后运行。

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	运行方向设定:0 单向运行,1 换向运行	
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	
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) 取出时:先停止运转,再断开电源,待转盘停稳后,卸去安全罩,先扭开把手,再拧松 V 形把手,卸下把手,便可取出球磨罐。

三、注意事项

(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,以保持运行平稳,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。

(3) 装料最大容积(试样+配料+辅料)应不超过球磨罐容积的三分之二。

(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 250r/min 左右。为了获取最佳效果,通常大小球应搭配用(大小球配比常数 1:5 或者 1:6),大球用来配重与磨碎样品以及分散小球,小球用来混合及研磨样品。

(5) 由于行星球磨机的转速高,因此务必将固定球磨罐的螺丝拧紧,以防运转过程中螺丝松脱,损坏设备。

● 思考题 ●

(1) 影响配料准确性的因素有哪些?如何尽可能地避免?

(2) 使用球磨机要注意哪些事项?

参 考 文 献

殷庆瑞,祝炳和.功能陶瓷的显微结构、性能与制备技术 [M].北京:冶金工业出版社,2005.

实验 3 功能陶瓷材料的成型

一、实验目的

(1) 掌握模压成型用坯料处理的原理与方法。

(2) 了解模压成型原理与方法。