

“十二五”普通高等教育本科规划教材

功能材料实验指导书

● 张丰庆 主编 ● 车全德 岳雪涛 副主编

GONGNENG CAILIAO SHIYAN
ZHIDAOSHU



化学工业出版社

“十二五”普通高等教育本科规划教材

功能材料实验指导书

张丰庆 主编

车全德 岳雪涛 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

为适应高校创新实践教学改革的需要,基于高校材料物理专业背景,对实验教学内容进行理性的设计和整合,全书包含 28 大类实验,并从实验教学内容、教学方法和教学手段入手,围绕实验设计、合成与制备、性能表征、结果分析展开,结合不同材料的特点对各种材料的电学、热学、磁学、光学等性能进行具体的测试和表征,以深化读者对物理性能的理解,提高学生的实验动手能力,分析解决问题的能力,加强学生实践能力与创新能力的培养。

本书可以作为普通高等学校材料类及相关专业本科生与研究生的实验教学用书,也可以为从事功能材料工作的科技人员和相关专业的工程技术人员提供参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

功能材料实验指导书/张丰庆主编. —北京: 化学工业出版社, 2015. 7

“十二五”普通高等教育本科规划教材

ISBN 978-7-122-23967-9

I. ①功… II. ①张… III. ①功能材料-实验-高等学校-教材 IV. ①TB34-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 101921 号

责任编辑: 杨 菁 李玉晖

文字编辑: 李锦侠

责任校对: 吴 静

装帧设计: 刘丽华

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: 北京云浩印刷有限责任公司

装 订: 三河市瞰发装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 9 $\frac{3}{4}$ 字数 236 千字 2015 年 8 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: 29.00 元

版权所有 违者必究

前 言

功能材料是一类具有特定的电、热、声、光、磁等物理特性及其相互转换效应的新型材料，以高性能的新型功能材料为基础的各种敏感（如热敏、气敏、压敏、力敏、光敏、磁敏等）元器件以及功能转换（如电声转换、光电转换、热电转换等）元器件，在不同行业和领域都具有广泛的用途和重要的作用。功能材料是国家重点发展的领域，近年来我国对从事功能材料的研究、生产与应用等方面工作的人才的需求量呈现不断增加的趋势。在功能材料的研究、开发和生产中，人们越来越注重采用新型化学合成与制备技术，以充分提高材料、产品或器件的性能，更好地满足实际应用的需要。因此，加强对学生在功能材料的化学合成与制备等方面的基本知识、基本能力和基本技能的培养和训练，是造就适应社会需要的合格人才的客观要求。

本书是高等学校功能材料系列实验教材之一，基于高等学校材料物理专业背景，为适应高校创新实践教学改革的需要，对实验教学内容进行理性设计和整合，从实验教学内容、教学方法和教学手段三个方面入手，围绕实验设计、合成与制备、性能表征、结果分析展开。专业实验是充实、加深和强化学生对相关专业知识的认识和理解的重要教学环节，在培养和提高学生对基础理论、基本知识的实际运用能力方面起着不可替代的作用。本书旨在进一步充实、加深和强化学生对相关专业知识的认识和理解，使学生与时俱进，掌握材料合成与加工的新方法及功能材料的物理性能测试方法，对功能材料的电学、热学、光学、磁学、电化学等性能进行具体的测定和表征。以深化对材料物理性能的理解，具备材料设计、正确选择设备进行材料合成以及对材料进行工艺、结构、性能相关性研究的能力；使学生深化对材料制备技术和物理性能表征手段的理解，提高学生的实验技能、动手能力、分析问题和解决问题的能力，加强学生实践能力和创新能力的培养，为今后改进现有材料的制备工艺或探索新型功能材料打下基础。

本书内容丰富、涉及面广、实用性强。全书共设 28 大类实验，既涉及功能材料的典型制备技术，又包含一些研究热点材料的制备技术，制备的材料既有纳米材料、薄膜材料又有研究得比较热门的光伏、光电材料，并涉及材料的电学、热学、光学、磁学和电化学等性能，旨在让学生能全方位对功能材料有一个初步的认识。每个实验均配有思考题，以帮助学习者巩固学习重点。

本书由张丰庆任主编，车全德、岳雪涛任副主编，刘科高、武卫兵、石磊参与了本书部分章节的编写工作，王翠娟、郭晓东、解肖斌、代金山对本书的编写出版也给予了大力支

持，本书出版得到了山东建筑大学材料科学与工程学院的大力支持，谨此一并表示感谢。

鉴于编者水平所限，书中难免存在疏漏及欠妥之处，希望使用本书的老师、同学及读者及时向我们提出宝贵意见，便于我们在工作中及时改进。

张丰庆
2015 年 5 月

目 录

实验 1	溶胶-凝胶法合成粉体材料	1
实验 2	水热法合成粉体材料	3
实验 3	粉体的粒度及其分布的测定	6
实验 4	功能陶瓷材料的普通压制成型	12
实验 5	功能陶瓷的等静压成型	15
实验 6	陶瓷材料烧结工艺和性能测试	20
实验 7	压电陶瓷的极化	29
实验 8	介电材料的击穿强度	34
实验 9	电子陶瓷元件表面银电极的制作	37
实验 10	超细粉末的制备与半导体性能、热膨胀性能测试	40
实验 11	陶瓷的加工与电性能分析	51
实验 12	锆铋钛铁电陶瓷粉体的快速制备实验	76
实验 13	钙锆铋钛铁电薄膜的制备实验	79
实验 14	钙锆铋钛铁电厚膜的制备实验	84
实验 15	镍酸钬衬底材料的制备实验	89
实验 16	铁酸铋薄膜的制备及铁电性能测试	92
实验 17	微波介质陶瓷的制备工艺和介电性能	98
实验 18	锆钛酸铅压电陶瓷的制备实验	102
实验 19	铁磁性材料居里点的测定	106
实验 20	化学法制备羟基磷灰石实验	111
实验 21	钛酸锶钡陶瓷制备和性能测试实验	115
实验 22	草酸络合物沉淀法制备钛酸钡超细粉体	118
实验 23	染料敏化太阳电池的制作	120
实验 24	超级电容器的组装及性能测试	126
实验 25	发光二极管的光电特性实验	131
实验 26	四探针法测试薄膜的电阻率实验	136
实验 27	非晶硅薄膜太阳能电池的基本特性实验	141
实验 28	光刻法构造电路图实验	144
参考文献		148

实验 1 溶胶-凝胶法合成粉体材料

一、实验目的

掌握溶胶-凝胶法的制备粉体的技术。

二、实验基本原理

溶胶-凝胶法 (Sol-Gel) 是将金属醇盐和其他金属盐按一定配比溶于共同的溶液, 经过水解和聚合形成均匀稳定的前驱体溶液, 达到分子级的混合, 溶胶经过陈化、聚合, 形成三维聚合物空间网络。溶胶-凝胶法的基本原理是: 易水解的金属化合物在有机溶剂中首先形成溶胶 (Sol), 然后经过水解与缩聚过程形成湿凝胶 (Gel), 再经过干燥、预烧以及热分解, 除去残余的有机物和水分, 最终经过热处理形成超细粉体。

溶胶-凝胶法的优点如下。

- ① 组分纯度可以达到相当高的水平, 这是由于所用原料本身纯度较高, 且溶剂在实验过程中易被除去。
- ② 所制备的组分及掺杂控制精确, 组分易于调整。
- ③ 均匀性好, 溶胶-凝胶过程是在溶液中进行的, 所以起始组分在分子层次上均匀分布, 使得组分具有高度的均匀性。
- ④ 工艺过程温度低, 可以在较低温度下获得超细粉体。
- ⑤ 设备简单, 制备成本低。

三、实验设备和材料

(1) 实验设备和仪器 恒温水浴、烧杯、量杯、坩埚、马弗炉、研钵等。

(2) 实验材料 乙酸钙、乙酸铈、硝酸铋、乙二醇、乙酰丙酮、钛酸四丁酯, 所用试剂均为 AR 级。

四、实验步骤与方法

以溶胶凝胶-自蔓延燃烧法制备 $\text{Ca}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{Bi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ($\text{C}_{0.4}\text{S}_{0.6}\text{BTi}$) 纳米粉体, 以乙酸钙 $[\text{Ca}(\text{CH}_3\text{OO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 、乙酸铈 $[\text{Sr}(\text{CH}_3\text{OO})_2 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}]$ 、硝酸铋 $[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$ 和钛酸四丁酯 $[\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4]$ 分别作为 Ca、Sr、Bi 和 Ti 的离子源, 乙二醇作溶剂。按照化学组成式 $\text{Ca}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{Bi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ 将乙酸钙、乙酸铈、硝酸铋溶于乙二醇, 乙酰丙酮溶于钛酸四丁酯中充分搅拌, 再将混合均匀的上述两种溶液充分搅拌, 得到淡黄色的透明溶液。在 50°C 下, 于真空干燥箱中干燥 10 天左右, 直至形成深黄色凝胶, 将凝胶在坩埚中点燃, 取最终的黄色粉末, 然后在 800°C 下进行热处理得到复合氧化物粉体。其制备工艺流程如图 1 所示。

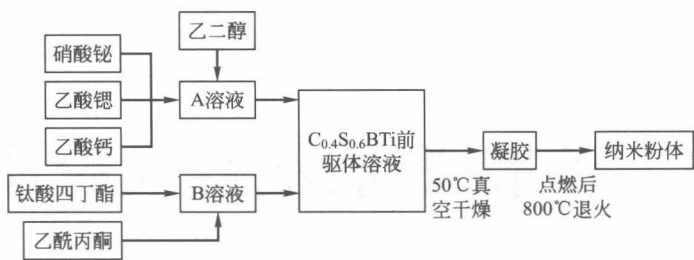


图 1 $\text{Ca}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{Bi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ 粉体的合成工艺流程

五、数据记录与处理

测试干燥温度与粉体粒度的关系。

六、实验注意事项

- ① 实验所用试剂含酸、碱，过程涉及高温煅烧等工序，请在实验前做好相应的安全防护措施。
- ② 在使用相关试剂前，应检查试剂是否有吸潮等现象，如有请找指导老师更换。

七、思考题

- ① 分析影响溶胶-凝胶法制备粉体的因素。
- ② 溶胶到凝胶的转变条件是什么？

实验 2 水热法合成粉体材料

一、实验目的

- ① 了解水热法合成粉体的基本原理。
- ② 掌握钛酸钡粉体水热合成方法。

二、实验基本原理

水热法是在特制的密闭反应容器（高压釜）里，采用水、溶液为反应介质，通过对反应容器加热，创造一个高温、高压的反应环境，使得通常难溶或不溶的物质溶解并且重结晶。水热法是在百余年前由地质学家模拟地层下的水热条件研究某些矿物和岩石的形成原因，在实验室内进行仿地质水热合成时形成的一种方法。

水热法是合成具有特种结构、功能、性质的固体化合物和新型材料的重要途径和有效方法。水热法制备粉体的方法主要有：水热沉淀、水热脱水、水热结晶、水热合成、水热分解、水热氧化等。水热沉淀是水热法中最常用的方法，制粉过程通过高压釜中的可溶性盐或化合物与加入的沉淀剂反应，形成不溶性氧化物或含氧盐的沉淀；水热脱水是借助于金属分离物将水从水热溶液中脱出；水热结晶法是以非晶态氢氧化物、氧化物或水凝胶作为前驱物，在水热条件下结晶成新的氧化物晶粒；水热合成是将两种或两种以上成分的氧化物、氢氧化物、含氧盐或其他化合物在水热条件下处理，重新生成一种或多种氧化物、含氧盐的方法；水热分解是将氢氧化物或含氧盐在酸或碱溶液中的水热条件下分解形成氧化物粉体或将氧化物在酸或碱溶液中再分散成细粉；水热氧化采用金属单质为前驱物，经水热反应，得到相应的金属氧化物粉体。

水热合成陶瓷粉体，粉体晶粒的形成经历了“溶解—结晶”两个阶段。水热法制备粉体常采用固体粉体或新配置的凝胶作前驱物，所谓“溶解”是指在水热反应初期，前驱物微粒之间的团聚和连接遭到破坏，以使微粒自身在水热介质中溶解，以离子或离子团的形式进入溶液，进而成核、结晶而形成晶粒。通常，前驱物在水热溶液中的溶解度较小，在高温高压下水的临界密度为 0.32g/mL 。在高温高压下的超临界态水中，水的离子积增大很多，如在 60°C 和 2000 大气压条件下，水的离子积是常温常压下的 105 倍，这意味着许多在平常条件下不溶于水的物质，在高温高压下变成可溶。反应过程的驱动力是最后可溶的前驱物或中间产物与稳定氧化物之间的溶解度差。

水热法借助高压釜可以获得通常条件下难以获得的几个纳米到几十纳米的粉体，是制备结晶良好、分散性佳的超细陶瓷粉体的优选方法之一。而且，水热法制得的粉体粒度分布窄、团聚程度低、成分纯净、制备过程污染小、成本较低。与其他湿化学合成法比较，水热法有如下特点。

- ① 用水热法可直接得到结晶良好的粉体，不需要高温灼烧处理，避免了在此过程中可

能形成的粉体硬团聚及晶粒长大现象，因此，水热法制备的粉体活性高。

② 粉体晶粒的物相和形貌与水热反应条件有关，如以 ZrOCl_2 加氨水制得的 $\text{Zr}(\text{OH})_4$ 胶体为前驱物，在酸性和强碱性溶液里，水热反应制得的是单斜相 ZrO_2 晶粒，而在中性介质中则可得四方/立方相 ZrO_2 晶粒。

- ③ 可通过改变反应温度、反应时间及前驱物形式等水热条件调节粉体晶粒尺寸大小。
- ④ 制备工艺较为简单。
- ⑤ 化学计量准确。
- ⑥ 纯度较高，由于在结晶过程中可排除前驱物中的杂质，因而大大提高了纯度。

三、实验设备和材料

- (1) 实验设备 水热反应釜、烧杯、电子天平、磁力搅拌器、抽滤装置、烘箱、坩埚、研钵等。
- (2) 实验材料 氯化钡 ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)、四氯化钛 ($\text{TiCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)、氢氧化钠 (NaOH)、纯净水，所用试剂为 AR 级。

四、实验步骤与方法

- (1) 典型实验条件 $\text{Ba}/\text{Ti}=1.2:1$ ， NaOH 过量 1.5mol/L ，水热反应条件： $240^\circ\text{C}/12\text{h}$ 。所得产物为高纯四方相钛酸钡粉末，粉末粒度小于 100nm ，均匀，易分散，比表面积为 $12\text{m}^2/\text{g}$ 。
- (2) 氢氧化钠溶液配制 取一个 250mL 的塑料烧杯，称取 60g 氢氧化钠加入适量的纯水中溶解，待溶液冷却至室温后，定容至 100mL ，获得 10mol/L 的氢氧化钠溶液，待用。
- (3) 水热前驱体配制 根据配制前驱体溶液总体积为 100mL 计算，取 150mL 烧杯，按 $\text{Ba}/\text{Ti}=1.2:1$ （摩尔比）的比例计算氯化钡和四氯化钛的用量，称量氯化钡至烧杯，并加入适量纯水搅拌溶解，随后加入四氯化钛溶液，并按过量 1.5mol/L 量取氢氧化钠溶液（上述配制的 10mol/L ）加入到钡钛混合溶液中，使其沉淀并搅拌均匀，倒入 150mL 的水热反应釜中，并将反应釜拧紧密闭。
- (4) 水热反应 将上述反应釜放到烘箱中，并升温到 240°C ，保温 12h 。
- (5) 抽滤、洗涤和干燥 待反应釜温度降至室温后开釜取出反应物，并用纯水进行抽滤洗涤至无氯离子即可，将样品放入烘箱于 80°C 下干燥 6h 即得样品。

五、数据记录与处理

水热法制备钛酸钡粉体材料

实验人员：		实验日期：		天气：		温度/湿度：	
样品编号	配料			反应和洗涤			
	氯化钡 /g	四氯化钛 /(mol/L)	氢氧化钠 /(mol/L)	反应温度时间 /(℃/h)	洗涤情况		
1							
2							
3							

六、实验注意事项

① 实验所用试剂含酸、碱，过程涉及高温煅烧等工序，请实验前要做好相应的安全防护措施。

② 在使用相关试剂前，应检查试剂是否有吸潮等现象，如有请找指导老师更换。

③ 因氢氧化钠的溶解过程中会产生放热现象，因此配制氢氧化钠溶液时注意将氢氧化钠慢慢加入纯水中，防止局部过热而发生爆沸。

④ 由于反应物中钡元素是过量的，又加上强碱条件，因此水热反应结束开釜后，要尽可能减少釜内溶液在空气中停留的时间，以免溶液与空气中的碳反应生成碳酸钡。在洗涤过程中最好是滴加 1~2 滴冰醋酸，可以有效减少碳酸钡的生成。

七、思考题

① 分析影响水热法制备钛酸钡粉体的过程因素。

② 如何通过水热过程的因素控制实现纳米级、高分散性、高均匀性的钛酸钡粉体的制备？

③ 为何水热法可以在低温下制备出四方相的钛酸钡？

实验 3 粉体的粒度及其分布的测定

一、实验目的

- ① 掌握粉体粒度测试的原理及方法。
- ② 了解影响粉体粒度测试结果的主要因素，掌握测试样品制备的步骤和注意事项。
- ③ 学会对粉体粒度测试结果数据进行处理及分析。

二、实验基本原理

粒度分布的测量在实际应用中非常重要，在工农业生产和科学研究中的固体原料和制品，很多都是以粉体的形态存在的，粒度分布对这些产品的质量和性能起着重要的作用。例如催化剂的粒度对催化效果有着重要影响；水泥的粒度影响凝结时间及最终的强度；各种矿物填料的粒度影响制品的质量与性能；涂料的粒度影响涂饰效果和表面光泽；药物的粒度影响口感、吸收率和疗效等。因此在粉体加工与应用的领域中，有效控制与测量粉体的粒度分布，对提高产品质量，降低能源消耗，控制环境污染，保护人类的健康具有重要意义。

粉体粒度及其分布是粉体的重要性能之一，对材料的制备工艺、结构、性能均产生重要的影响，凡采用粉体原料来制备材料者，必须对粉体粒度及其分布进行测定。粉体粒度的测试方法有许多种：筛分析、显微镜法、沉降法和激光法等。激光法是用途最广泛的一种方法。它具有测试速度快、操作方便、重复性好、测试范围宽等优点，是现代粒度测量的主要方法之一。

激光粒度测试是利用颗粒对激光产生衍射和散射的现象来测量颗粒群的粒度分布的，其基本原理为：激光经过透镜组折射成具有一定直径的平行光，照射到测量样品池中的颗粒悬浮液时，产生衍射，经傅氏（傅里叶）透镜的聚焦作用，在透镜的后焦平面位置设有多元光电探测器，能将颗粒群衍射的光通量接收下来，光-电转换信号再经模数转换，送至计算机处理，根据夫琅禾费衍射原理关于任意角度下衍射光强度与颗粒直径的公式，进行复杂地计算，并运用最小二乘法原理处理数据，最后得到颗粒群的粒度分布。

三、实验设备和材料

- (1) 制样 超声清洗器、烧杯、玻璃棒、蒸馏水、六偏磷酸钠。
- (2) 测量 Easysizer20 激光粒度仪、微型计算机、打印机。

四、实验步骤与方法

1. 测试准备

(1) 仪器及用品准备

- ① 仔细检查粒度仪、电脑、打印机等，看它们是否连接好，放置仪器的工作台是否牢

固，并将仪器周围的杂物清理干净。

② 向超声波分散器分散池中加入大约 250mL 的水。

③ 准备好样品池、蒸馏水、取样勺、取样器等实验用品，装好打印纸。

(2) 取样与悬浮液的配置

激光粒度仪是通过对少量样品进行粒度分布测定来表征大量粉体粒度分布的。因此要求所测的样品具有充分的代表性。取样一般分三个步骤：大量粉体 (10kg) → 实验室样品 (10g) → 测试样品 (10mg)。

① 从大量粉体中取实验室样品应遵循的原则 尽量从粉体包中多点取样；在容器中取样，应使用取样器，选择多点并在每点的不同深度取样。每次取完样后都应把取样器具清洗干净，禁止用不洁净的取样器具取样。

② 实验室样品的缩分

a. 勺取法 用小勺多点（至少四点）取样。每次取样都应将进入小勺中的样品全部倒进烧杯或循环池中，不得抖出一部分，保留一部分。

b. 圆锥四分法 将试样堆成圆锥体，用薄板沿轴线将其垂直切成相等的四份，将对角的两份混合再堆成圆锥体，再用薄板沿轴线将其垂直切成相等的四份，如此循环，直到其中一份的量符合需要（一般在 1g 左右）为止。

c. 分样器法 将实验试样全部倒入分样器中，经过分样器均分后取出其中一份，如这一份的量还多，应再倒入分样器中进行缩分，直到其中一份（或几份）的量满足要求为止。

③ 配制悬浮液

a. 介质 激光粒度仪进行粒度测试前要先将样品与某液体混合配制成悬浮液，用于配制悬浮液的液体叫做介质。介质的作用是使样品呈均匀的、分散的、易于输送的状态。对介质的一般要求是：(a) 不使样品发生溶解、膨胀、絮凝、团聚等物理变化；(b) 不与样品发生化学反应；(c) 对样品的表面应具有良好的润湿作用；(d) 透明纯净无杂质。可选作介质的液体很多，最常用的有蒸馏水和乙醇。特殊样品可以选用其他有机溶剂作介质。

b. 分散剂 分散剂是指加入到介质中的少量的、能使介质表面张力显著降低，从而使颗粒表面得到良好润湿作用的物质。不同的样品需要用不同的分散剂。常用的分散剂有焦磷酸钠、六偏磷酸钠等。分散剂的作用有两个方面：(a) 加快“团粒”分解为单体颗粒的速度；(b) 延缓和阻止单个颗粒重新团聚成“团粒”。分散剂的用量为沉降介质重量的 2‰~5‰。使用时可将分散剂按上述比例先加到介质中，待充分溶解后即可使用。

说明：用有机系列介质（如乙醇）时，一般不用加分散剂。因为多数有机溶剂本身具有分散剂作用。此外还因为一些有机溶剂不能使分散剂溶解。

c. 悬浮液浓度 将加有分散剂的介质（约 80mL）倒入烧杯中，然后加入缩分得到的实验样品，并进行充分搅拌，放到超声波分散器中进行分散，如图 1 所示。此时加入样品的量只需粗略控制，80mL 介质加入 (1/3)~(1/5) 勺就可以了。通常是样品越细，所用的量越少；样品越粗，所用的量越多。

说明：测量同样规格的样品时，要大致找出一个比较合适的样品和介质的比例，这样每次测试该样品时就可以按相同的规程操作了。

④ 分散时间 将装有配好的悬浮液的烧杯放到超声波分散器中，打开电源开关就开始进行超声波分散处理了。由于样品的种类、粒度以及其他特性的差异，不同种类、不同粒度颗粒的表面能、静电、黏结等特性都不同，所以要使样品得到充分分散，不同种类的样品以

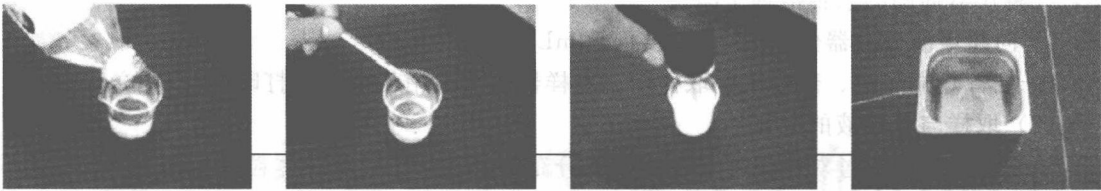


图 1 悬浮液的配制与分散

及同一种类不同粒度的样品，超声波分散时间也往往不同。表 1 列出了不同种类和不同粒度的样品所需要的分散时间。

表 1 不同样品的超声波分散时间

粒度 $D_{50}/\mu\text{m}$	滑石、高岭土、石墨	碳酸钙、锆英砂等	铝粉等金属粉	其他
>20	1~2min	1~2min	1~2min	1~2min
20~10	3~5min	2~3min	2~3min	2~3min
10~5	5~8min	2~3min	2~3min	2~3min
5~2	8~12min	3~5min	3~5min	3~8min
2~1	12~15min	5~7min	5~7min	8~12min
<1	15~20min	7~10min	7~10min	12~15min

2. 测试步骤

- ① 打开电脑及激光粒度分析仪，预热半小时。
- ② 打开水池边的水龙头。
- ③ 打开桌面分析软件。
- ④ 依次点击编辑—进样器—进水—系统校对。
- ⑤ 点击“配置—新建测量参数”，输入相应数据。
- ⑥ 点击“测量—选择测量参数”。
- ⑦ 点击“新建”（桌面上将出一个模板）。
- ⑧ 点击“自动”，然后根据仪器的相应提示操作，系统将根据用户设定的测量参数自动完成测量过程中所有的操作。
- ⑨ 将数据导出到 excel 中，以及使用复制键把粒度分布图转到 excel 中。

3. 测量结果的真实性确认

对于一个新样品，得到测试结果后，不应马上向外报告结果，因为初次测得的结果未必是真实的。在测量过程中，很多因素会使测量结果失真，例如分散不良、悬浮液中有气泡、测量窗口玻璃结露、粗颗粒沉降、取样的代表性不佳，等等。本节介绍测量结果可靠性的判断方法，造成测量失真的原因、现象及排除方法。

(1) 重复性是粒度测量结果可信性的重要指标

测量结果的重复性又称为再现性，是指仪器对同一待测粉末材料进行多次测量所得结果之间的相对误差。这里的多次测量分两种情况：①同一次取样，反复测量；②多次取样，多次测量。第二种情况测得的结果反映的重复性是全面的，第一种情况不能反映取样的代表性所引起的重复性问题。

影响重复性的因素可分为三大类：一是仪器本身的性能，是由仪器的质量决定的，与操

作无关；二是样品的特性，如分布宽度、密度、分散性等；三是操作。二、三类因素有时相互交叉，相互影响，下面各小节将详细讨论。

粒度测量的重复性一般要用三个测量值的重复性来描述，他们是平均粒径（体积平均粒径或 D_{50} ）、上限粒径（如 D_{90} 、 D_{95} ）和下限粒径（如 D_{10} 、 D_7 ）。

在本仪器中，重复性是用被考察特征粒径的相对标准偏差来定义的。

利用本仪器软件的统计报告格式，可自动计算测量值的均方差和相对均方差。

(2) 分散不良的影响

分散不良是影响测量结果可信性的常见原因。

影响样品分散效果的主要因素有以下几方面。

① 样品颗粒的团聚性。同颗粒本身的表面物理特性有关，同颗粒的粗细有关。一般来说颗粒越小，则团聚性越强，越不容易分散。

② 悬浮液的选择。不同材料的样品往往要用不同的悬浮液。悬浮液合适与否可以从液体能否浸润颗粒表面观察出来。如果能够浸润，则样品投入盛有悬浮液的量杯后，会很快下沉；否则就会有相当一部分浮在液面上，浮在液面上的比例越少，说明浸润越好，即悬浮液越恰当。

③ 分散剂的使用。分散剂是用来增进颗粒在悬浮液中的分散效果的。当有样品颗粒漂浮在悬浮液表面时，加进合适的分散剂后，浮在上面的颗粒会明显减少。

④ 超声振荡。一般情况下，悬浮液和样品颗粒混合成的混合液要在超声波清洗机内做超声振荡，超声波要有足够的功率，超声时间也要适当。

分散是否良好可以通过显微镜观察混合液发现。如果混合液中的颗粒有两颗或多颗粘连的情况，则说明分散不好。有时从测量的重复性也可反映出分散效果，考察不同次取样测量的重复性时，分散不良的样品的测量结果往往是不稳定的。

(3) 气泡的影响

由于在测量中使用了液体，因此容易产生气泡。气泡同液体中的颗粒一样，也要散射光，所以会干扰测量。

气泡产生的原因有：①盖上静态样品池上盖时气泡没有排干净；②第一次使用循环进样器，或循环系统内液体被完全排空后再次使用时循环系统内空气没完全排出；③循环进样器的循环速度太高，以致产生强烈的漩涡，空气被卷进液体，产生气泡；④分散剂中含有发泡剂，循环进样器循环时产生气泡；⑤由两种液体（如乙醇和水）混合而成的悬浮液在循环进样器内循环时可能产生气泡。

原因①产生的气泡，用肉眼仔细观察静态样品池的窗口就可发现。本小节主要讨论后三种原因产生的气泡，它们都是在循环进样器中产生的。

原因②产生的气泡，一般来说颗粒都比较大，用肉眼仔细观察循环进样器的测量窗口也可发现。从背景光能分布上也能看出来：背景光能比正常情况强，且不稳定。只要让它多循环一会儿就会消失。

原因③产生的气泡也可通过肉眼观察测量窗口的方法观察到。从背景光能上看，循环速度的高低对其有明显的影晌。如在高速挡有气泡，就将仪器调到较低的挡位运行。

含有发泡剂的分散剂只能在静态样品池中使用，不能在循环进样器中使用；否则会产生大量的气泡。当悬浮液和发泡剂混合但未经搅拌时，不会产生气泡。循环进样器开始循环之后，气泡逐渐增多，一定时间之后达到顶峰。原因⑤产生的气泡现象与原因④相似。在情况

比较严重时,可以看到悬浮液由透明变成白色,同时背景光能会明显增高。对这两种原因产生的少量的气泡,可以按以下步骤观察。

步骤 1: 把循环速度设为最低速,仪器处于背景测量状态。

步骤 2: 启动循环,循环正常(约 3s)后,作背景采样。

步骤 3: 背景采样结束(屏幕上的光能分布表下方的“背景测量”按钮变成“样品分析”)后,将循环速度调到较高挡(加样槽不会产生漩涡),观察样品光能分布(此时实际上并没有样品)。

如果观察到的光能分布是稳定、光滑的,说明有气泡,看到的光能实际就是气泡散射的光能。

(4) 测量窗口玻璃结露

当实验室温度较低(比如低于 10°C),同时湿度又较高(例如高于 90%)时,进样器的测量窗口插入测量单元后,玻璃上会逐渐产生一层雾。这是由于玻璃表面的温度明显低于测量单元内部温度的缘故。雾滴如同沾在玻璃表面上的尘埃颗粒,将光散射,从而干扰样品的粒度测量。

当测量窗口刚插入测量单元时,玻璃表面还没有雾滴。雾滴是缓慢产生的,也会自动消失。因此在背景测量状态下,会看到背景光能逐步变高,然后又渐渐恢复正常。当背景光能明显高于正常状态时,抽出测量窗口,会看到玻璃上有一层水雾。

显然,有水雾时不能进行背景或样品测量,必须等水雾散尽才行。水雾会自动散去,而且静态样品池比循环进样器散得快。

(5) 粗颗粒沉降

用循环进样器测量样品时,要求投入加样槽的所有样品颗粒都有相同的机会参与循环过程,以保证测量的代表性。然而在实际测量中,粗颗粒(例如粒径大于 $60\mu\text{m}$ 的颗粒)容易在管路系统中沉淀下来,在样品数据采集时测不到它们,从而使测量结果偏小。因此,我们在测量样品时,要尽量避免粗颗粒下沉。

当有粗颗粒沉降发生时,循环的时间越长,测得的粒度越小。

避免粗颗粒下沉或减少下沉对测量可信性的影响的方法有以下几种:

- ① 在不卷起气泡的前提下,尽量提高循环速度;
- ② 选用黏度较高的悬浮液;
- ③ 如果确实无法避免下沉,则在保证颗粒已在悬浮液内混合均匀的前提下,尽量缩短投进样品至数据采集的时间间隔。

(6) 宽分布样品的测量

当样品中的最大粒与最小粒之比大于 15,或 $(D_{90} \sim D_{10})/D_{50} > 1.5$ 时,就可以认为样品是宽分布的。一般来说,样品的粒度分布越宽,测量的重复性就越差。为提高宽分布样品的测量重复性,可采用以下几种方法:

- ① 适当提高测量时的样品浓度;
- ② 延长采样的持续时间;
- ③ 多次取样测量,多次测量的平均值作最终报告。

五、数据记录与处理

记录相关实验数据。

六、实验注意事项

- ① 采用超声波分散器对样品进行分散处理时，控制分散时间，尽量分散彻底。
- ② 分散剂用量不宜过多，以免影响实验结果。

七、思考题

列举 2~3 个影响测试结果可靠性的因素。