



普通高等教育“十三五”规划教材

PUTONG GAODENG JIAOYU “13·5” GUIHUA JIAOCAI

材料制备实验

王 旭 编著



冶金工业出版社
www.cnmp.com.cn



普通高等教育“十三五”规划教材

材料制备实验

王旭 编著

北 京
冶金工业出版社
2019

内 容 简 介

本书是将具体的制备技术结合材料学和物理、化学的原理来阐明材料的合成、结构、性能的应用型教材。本书共 18 个实验,并根据制备方法的不同将实验分为四部分:第一部分(实验 1、实验 2)介绍了高温固相法或传统固相烧结的制备方式;第二部分(实验 3~实验 5)介绍了溶胶凝胶法的制备方式;第三部分(实验 6~实验 13)介绍了溶剂热法的制备方式;第四部分(实验 14~实验 18)介绍了其他一些常见的制备方式。

本书可作为高等院校材料类相关专业的教材,也可供新材料、新能源材料和材料物理等领域的科技人员阅读或参考。

图书在版编目(CIP)数据

材料制备实验/王旭编著. —北京:冶金工业出版社,
2019. 1

普通高等教育“十三五”规划教材

ISBN 978-7-5024-7925-1

I. ①材… II. ①王… III. ①材料制备—实验—高等学校—教材 IV. ①TB3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2018)第 275920 号

出 版 人 谭学余

地 址 北京市东城区嵩祝院北巷 39 号 邮编 100009 电话 (010)64027926

网 址 www.cnmp.com.cn 电子信箱 yjcbbs@cnmp.com.cn

责任编辑 杜婷婷 美术编辑 彭子赫 版式设计 禹蕊

责任校对 郭惠兰 责任印制 牛晓波

ISBN 978-7-5024-7925-1

冶金工业出版社出版发行;各地新华书店经销;三河市双峰印刷装订有限公司印刷

2019 年 1 月第 1 版,2019 年 1 月第 1 次印刷

787mm×1092mm 1/16;7 印张;168 千字;99 页

22.00 元

冶金工业出版社 投稿电话 (010)64027932 投稿信箱 tougao@cnmp.com.cn

冶金工业出版社营销中心 电话 (010)64044283 传真 (010)64027893

冶金工业出版社天猫旗舰店 yjgycbs.tmall.com

(本书如有印装质量问题,本社营销中心负责退换)

前 言

材料制备实验技术是一门以实验为主的学科，对于新材料研发的重要地位不言而喻，这一教学环节是培养学生动手能力的重要组成部分，使学生在解决实际问题的过程中建立自己的专业知识体系。材料制备实验涉及内容广泛，它旨在结合具体的制备技术与材料学和物理学、化学的原理来阐明材料的合成、结构、性能的应用领域。

近年来，随着新材料和新能源技术的大力发展，许多国内高校增设了材料物理、新能源材料类专业，然而很多该专业的学生仍沿用材料学科的以材料工程为基础内容的实验教材，或者使用各学校老师自编的讲义。根据国家教育部高等院校教学指导委员会规划教材建设的精神，通过多年的教学实践和调查研究，同时结合盐城工学院“品牌专业”的特色，编写了这本实用性实验教材。

本书主要根据制备方法的不同将实验分为四部分，第一部分（实验1、实验2）介绍了高温固相法或传统固相烧结的制备方式，主要收集了常见陶瓷的相关制备实验；第二部分（实验3~实验5）介绍了溶胶凝胶法的制备方式，主要收录了关于光催化、荧光粉等的制备实验；第三部分（实验6~实验13）介绍了溶剂热法的制备方式，整理了热学、光学、电学磁学性能的相关制备实验；第四部分（实验14~实验18）介绍了其他一些常见的制备方式，收集了新材料及新能源材料的材料制备实验。

本书的主要特色是：注重基本概念和原理的准确描述，夯实学生材料实验的基础知识；结合材料实验技术的最新动态，使学生掌握最新实验技术；以实用性为主要原则，使学生通过本书的学习可以直接进行实验操作和相关数据的处理。

本书由盐城工学院王旭编著，参编人员有张霞、温永春、顾大国、张雅恒、张德伟以及其他专业系教师。本书在编写过程中，参考了其他院校的

实验教材以及相应的著作、自编讲义、网络资源等。本书得到盐城工学院材料科学与工程学院领导的大力支持，以及“江苏高校品牌专业建设工程资助项目（项目编号：PPZY2015A025）”的资助，在此一并表示衷心的感谢。

由于编者水平所限，书中不妥之处，恳请广大读者批评指正。

编 者
2018 年 7 月

目 录

实验 1 高温固相法合成堇青石红外辐射材料	1
1.1 实验目的	1
1.2 实验原理	1
1.2.1 堇青石简介	1
1.2.2 堇青石红外陶瓷的发展	2
1.2.3 红外辐射机理	2
1.2.4 常用制备工艺	3
1.2.5 研究的主要内容	4
1.3 实验耗材及仪器设备	4
1.4 实验步骤	5
1.5 样品测试与分析	6
1.6 注意事项	6
参考文献	6
实验 2 透明铌酸钾钠压电陶瓷的制备与性能	8
2.1 实验目的和要求	8
2.2 实验原理	8
2.3 实验设备和材料	8
2.4 实验内容和步骤	9
2.4.1 配料	9
2.4.2 混料	9
2.4.3 预烧	10
2.4.4 二次球磨	10
2.4.5 成型	11
2.4.6 排胶、烧结	11
2.4.7 样品烧结后的处理	12
2.5 实验注意事项	12
参考文献	13
实验 3 sol-gel 法纳米材料 (TiO_2 粉体或薄膜) 的制备	14
3.1 实验目的	14
3.2 实验原理	14

3.2.1 实验研究的目的是与意义	14
3.2.2 纳米 TiO_2 的制备方法	15
3.2.3 国内外研究进展	17
3.3 实验耗材及仪器设备	21
3.3.1 实验主要设备及器材	21
3.3.2 实验主要用药品	21
3.3.3 二氧化钛的制备	22
3.3.4 二氧化钛表征	23
3.3.5 光催化实验	23
3.4 测试及分析	24
3.5 注意事项	24
参考文献	24
实验4 多元素共掺 CaTiO_3 基荧光粉的制备与性能	25
4.1 实验目的和要求	25
4.2 实验原理	25
4.2.1 溶胶凝胶法	25
4.2.2 高温固相法	26
4.2.3 水热法	26
4.3 实验设备和材料	26
4.4 实验内容和步骤	27
4.4.1 溶胶凝胶法制备 $\text{CaTiO}_3: \text{Pr}^{3+}, \text{Ce}^{3+} \setminus \text{Tb}^{3+} \setminus \text{Bi}^{3+}$ 荧光粉的制备工艺	27
4.4.2 溶胶凝胶法制备 $\text{CaTiO}_3: \text{Pr}^{3+}, \text{Eu}^{2+}$ 荧光粉的制备工艺	28
4.4.3 高温固相法制备 $\text{CaTiO}_3: \text{Dy}^{3+}, \text{Eu}^{3+}$ 荧光粉的制备工艺	28
4.5 实验注意事项	30
参考文献	30
实验5 $\text{SiO}_2@ \text{YAG}: \text{Ce}^{3+}$ 核壳结构荧光粉的制备及性能研究	31
5.1 实验目的和要求	31
5.2 实验原理	31
5.2.1 核壳结构	31
5.2.2 SiO_2 包覆材料	32
5.3 实验设备和材料	32
5.4 实验内容和步骤	33
5.5 实验注意事项	34
参考文献	34
实验6 溶剂热法制备 $\text{Cu}_2(\text{Zn}_x\text{Fe}_{1-x})\text{SnS}_4$ 及其性能的研究	35
6.1 实验目的和要求	35

6.2 实验原理	35
6.3 实验设备和材料	36
6.3.1 实验试剂	36
6.3.2 实验仪器	37
6.4 实验内容和步骤	37
6.5 注意事项	38
参考文献	38
实验7 Pr^{3+} 掺杂对钨酸铋结构和光催化性能的影响	39
7.1 实验目的和要求	39
7.2 实验原理	39
7.2.1 光催化剂的反应机理	40
7.2.2 钨酸铋粉体前驱液与水热反应机理	41
7.3 实验设备和材料	41
7.3.1 实验仪器型号	41
7.3.2 实验药品	41
7.4 实验内容和步骤	42
7.5 实验注意事项	43
参考文献	43
实验8 双层碳包覆金属氧化物核壳结构的制备及其储锂性能研究	44
8.1 实验目的和要求	44
8.2 实验原理	44
8.2.1 MnO/MnO_2 纳米复合材料	45
8.2.2 SnO_2 纳米复合材料	45
8.2.3 NiO 纳米复合材料	45
8.3 实验设备和材料	45
8.3.1 实验所用试剂	45
8.3.2 实验所用仪器	46
8.4 实验内容和步骤	47
8.4.1 制备 200nm 单分散 SiO_2 球	47
8.4.2 制备 $\text{SiO}_2@ \text{PF resin}$ (酚醛树脂) 复合材料	47
8.4.3 制备 $\text{SiO}_2@ \text{PF resin}@ \text{M}_x\text{O}_y$ ($\text{M}=\text{Fe}, \text{Sn}$) 复合材料	47
8.4.4 制备 $\text{SiO}_2@ \text{PF resin}@ \text{M}_x\text{O}_y@ \text{PF resin}$ 复合材料	48
8.4.5 制备 $\text{C}@ \text{M}_x\text{O}_y@ \text{C}$ 复合材料 ($\text{M}=\text{Fe}, \text{Sn}$)	48
8.5 实验注意事项	49
参考文献	49
实验9 水热法制备纳米钽酸钠及其光催化性能的研究	50
9.1 实验目的和要求	50

VI	
9.2	实验原理..... 50
9.2.1	半导体光催化原理..... 50
9.2.2	水热法制备钽酸钠..... 51
9.3	实验设备和材料..... 51
9.3.1	实验药品..... 51
9.3.2	实验仪器..... 51
9.4	实验内容和步骤..... 52
9.4.1	钽酸钠的制备..... 52
9.4.2	过渡金属 Zn^{2+} 掺杂纳米 NaTaO_3 粒子的制备..... 52
9.4.3	实验反应时间对性能的影响..... 53
9.4.4	实验反应温度对性能的影响..... 53
9.4.5	OH^- 浓度对性能的影响..... 54
9.4.6	Zn^{2+} 的掺杂..... 54
9.5	实验注意事项..... 54
	参考文献..... 54
实验 10	Si@M ($\text{M}=\text{Co}, \text{Ni}, \text{Cu}$)/C 复合的制备及其储锂性能..... 55
10.1	实验目的和要求..... 55
10.2	实验原理..... 55
10.3	实验设备和材料..... 56
10.3.1	实验所用试剂..... 56
10.3.2	实验所用仪器、设备..... 56
10.4	实验内容和步骤..... 57
10.4.1	实验制备方法..... 57
10.4.2	制备 Si@SiO_2 材料..... 57
10.4.3	制备 $\text{Si@SiO}_2@\text{M}_x\text{O}_y$ ($\text{M}=\text{Co}, \text{Ni}, \text{Cu}$ 等) 复合材料..... 57
10.4.4	制备 $\text{Si@SiO}_2@\text{M}$ ($\text{M}=\text{Co}, \text{Ni}, \text{Cu}$ 等) 复合材料..... 58
10.4.5	制备 Si@V@M/C 复合材料..... 58
10.4.6	制备电池负极..... 58
10.4.7	组装电池..... 59
10.5	实验注意事项..... 59
	参考文献..... 59
实验 11	$\text{Cu}_{2-x}\text{FeSnS}_4$ 的制备及其光催化性能..... 60
11.1	实验目的和要求..... 60
11.2	实验原理..... 60
11.2.1	铜铁锡硫的结构..... 60
11.2.2	铜铁锡硫粉体的制备方法..... 60
11.2.3	溶剂热法的原理和优缺点..... 60

11.3 实验设备和材料	61
11.3.1 实验设备	61
11.3.2 实验试剂	61
11.4 实验内容和步骤	62
11.4.1 溶剂热法合成 CFTS 颗粒	62
11.4.2 CFTS 粉末的提取	62
11.4.3 CFTS 晶体的性质测试	63
11.4.4 X 射线衍射仪	64
11.4.5 扫描电子显微镜	64
11.4.6 紫外可见分光光度计	64
11.5 实验注意事项	64
参考文献	64
实验 12 纳米钨酸锌的水热法制备及其光催化性能研究	65
12.1 实验目的和要求	65
12.2 实验原理	65
12.3 实验设备和材料	66
12.4 实验内容和步骤	67
12.5 实验注意事项	67
参考文献	68
实验 13 高储锂性能氧化钴及其复合材料的调控制备	69
13.1 实验目的和要求	69
13.2 实验原理	69
13.3 实验设备和材料	70
13.3.1 实验试剂	70
13.3.2 实验所用设备	71
13.4 实验内容和步骤	71
13.4.1 制备单分散 PS 球	71
13.4.2 优化制备 Co_3O_4 材料	72
13.4.3 制备 $\text{PS}@ \text{Co}_3\text{O}_4/\text{C}$ 或 $\text{PS}@ \text{Co}_3\text{O}_4/\text{石墨烯}$ 复合材料	72
13.4.4 制作具有中空结构的 $\text{Co}_3\text{O}_4/\text{C}$ 或 $\text{Co}_3\text{O}_4/\text{石墨烯}$ 复合材料	73
13.4.5 制备电池	73
13.5 实验注意事项	74
参考文献	74
实验 14 电泳沉积法制备无铅压电陶瓷厚膜研究	75
14.1 实验目的和要求	75
14.2 实验原理	75

14.3 实验设备和材料	76
14.3.1 实验试剂	76
14.3.2 实验仪器设备	76
14.4 实验内容和步骤	77
14.4.1 配料	77
14.4.2 混料	77
14.4.3 预烧	77
14.4.4 球磨	78
14.4.5 沉积	78
14.4.6 厚膜烧结	81
14.5 实验注意事项	81
参考文献	81
实验 15 磁控溅射法制膜实验	82
15.1 实验目的	82
15.2 实验原理	82
15.2.1 溅射	82
15.2.2 磁控溅射	83
15.3 操作过程	84
15.4 思考题	84
15.5 实验注意事项	84
实验 16 一步溶液法制备钙钛矿太阳能电池吸收层研究	85
16.1 实验目的和要求	85
16.2 实验原理	85
16.2.1 硅基太阳能电池	85
16.2.2 多元化合物薄膜太阳能电池	85
16.2.3 硅薄膜太阳能电池	85
16.2.4 染料敏化太阳能电池	86
16.2.5 有机—无机杂化钙钛矿太阳能电池	86
16.3 实验设备和材料	87
16.3.1 制备 $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 所需的药品	87
16.3.2 制备 $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 所需要的实验仪器	87
16.4 实验内容和步骤	87
16.4.1 $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 粉末制备	88
16.4.2 不同前驱体溶液浓度制备 $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 粉末	88
16.4.3 $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ 薄膜制备	89
16.4.4 前驱体溶液浓度	89
16.4.5 热退火温度	89

16.4.6 旋涂速率	90
16.5 实验注意事项	90
参考文献	90
实验 17 等离子体烧结制备技术	91
17.1 实验目的	91
17.2 等离子体烧结技术原理	91
17.3 实验设备	92
17.4 等离子体烧结技术的工艺流程	93
17.5 实验步骤	94
17.6 数据采集分析	95
17.7 思考题	95
参考文献	95
实验 18 蒸发镀膜技术	96
18.1 实验目的	96
18.2 实验原理	96
18.3 实验设备	98
18.4 实验内容	98
18.5 思考题	98
参考文献	99

实验 1 高温固相法合成堇青石红外辐射材料

1.1 实验目的

- (1) 掌握高温固相法制备材料的基本流程；
- (2) 掌握红外辐射材料的测试和分析。

1.2 实验原理

1.2.1 堇青石简介

堇青石的化学式为 $\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$ ，其内部具有六元环结构，如图 1-1 所示，堇青石的化学式也可以用 $2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{MgO} \cdot 5\text{SiO}_2$ 来表示。

它的主要化学组分（质量分数）为 MgO （13.79%）、 Al_2O_3 （34.88%）、 SiO_2 （51.34%）。它具有 α 、 β 以及 γ 三种不同的晶格类型： α -堇青石的晶格类型属于六方晶系，空间点阵为 $P6/mcc$ ； β -堇青石的晶格类型属于斜方晶系，空间点阵为 $Cccm$ ； μ -堇青石属于菱形晶相。不同的制备条件下会生成不同的晶格类型，从而影响堇青石单体或堇青石复合材料的物理化学特性。

一般人们根据自身的需求合成出具有优良特性的堇青石陶瓷材料，通常这些材料具有许多优点，例如：热膨胀性较低，抗热震性优良，机械强度较高，介电常数低，以及电阻率高等。随着堇青石材料制备工艺不断地改善，人工堇青石的物理化学特性也有较大的改善。

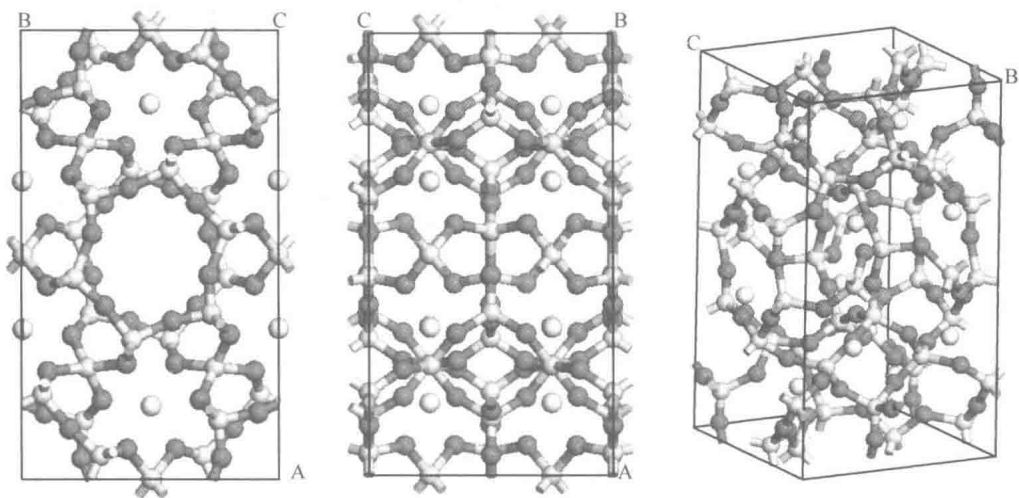


图 1-1 堇青石结构

1.2.2 堇青石红外陶瓷的发展

堇青石红外陶瓷是指以堇青石 ($2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{MgO} \cdot 5\text{SiO}_2$) 为主要晶相且具有许多优良特性的一类高红外辐射陶瓷。

发展现状：自 19 世纪末期以来，红外辐射陶瓷材料一直被人们广泛关注，甚至有些早已实现了商品化。堇青石陶瓷以其优良辐射特性、较高热稳定性等优势成为一种非常重要的高红外辐射材料。

随着红外材料技术的飞速发展，红外陶瓷材料在我国工业生产及日常生活中的应用越来越广泛，从古老的干燥加热领域渐渐地向节能低碳材料、医疗保健及抗菌材料、建筑涂层材料、散热材料、红外辐射电热复合材料等领域发展。

前景展望：在未来几年内，堇青石高红外辐射陶瓷材料主要集中在以下几个方面：

- (1) 堇青石高红外纳米陶瓷材料的制备与研究；
- (2) 深入研究高红外堇青石陶瓷的红外辐射机制；
- (3) 制备并研究梯度堇青石陶瓷材料；
- (4) 堇青石陶瓷材料的复合，以及其功能多元化；
- (5) 发展先进的陶瓷制备工艺，并不断完善；
- (6) 开发并使用日用堇青石红外陶瓷，并推广日用堇青石陶瓷的使用。

1.2.3 红外辐射机理

材料红外辐射的产生条件：从理论上讲，日常生活中基本上所有材料都具有红外辐射特性；但从科学的角度讲，红外辐射材料一般是指能够吸收热辐射并辐射出大量红外线的一类材料。

一般而言，红外材料中的短波段的红外辐射主要是受到其电子跃迁的影响，而在长波段的红外辐射则由晶格振动所决定。对于多数红外辐射材料而言，由于分子转动或振动而伴随着电偶极矩的对称性变化产生红外辐射，这就是其产生红外辐射的机制。

红外辐射产生的必要条件：对于双原子分子而言，产生红外辐射的必要条件是存在固有电偶极矩；对于多原子分子来说则要复杂一些，其是否能够产生红外辐射取决于晶体结构是否存在电偶极矩的变化。

黑体辐射率为 1。堇青石材料的红外辐射率是指堇青石的红外波段辐射总量与黑体的红外波段辐射总量的比值。同样的，半球辐射率为辐射体辐出度与黑体的辐出度比值，其具有两种表达方式（全发射率与光谱发射率），具体表示为：

$$\text{半球全发射率: } \varepsilon_h = M(t)/M_b(t);$$

$$\text{半球光谱发射率: } \varepsilon_h = M_\lambda(t)/M_{\lambda b}(t);$$

对应的来讲，也可以在与辐射材料表面平行方向成 ($90^\circ - \theta$) 角的小立体角测量，这一发射率被人们称为方向发射率，同样它也有两种表示方法，具体表示为：

$$\text{方向全发射率: } \varepsilon(\theta) = L/L_b;$$

$$\text{方向光谱发射率: } \varepsilon(\theta, \lambda) = L_\lambda/L_{\lambda b};$$

由能量守恒定律可得： $\alpha + \rho + \tau = 1$ ；（吸收 α 、透过率 τ 和反射率 ρ 三者之间的关系）

所以可得： $\alpha = \varepsilon$ 。（可由基尔霍夫定律求得）

因此,发射率可以作为堇青石陶瓷的红外辐射特性的测试表征中一个重要参考依据。

提高堇青石陶瓷近红外辐射率的理论依据:

为了提高材料的近红外辐射率,也就是说,降低材料在 $8 \sim 14 \mu\text{m}$ 波段的红外辐射率,并提高 $3 \sim 5 \mu\text{m}$ 波段的红外辐射率,由公式 $\gamma = 1/\lambda$ 可知:要提高材料的近红外辐射率必须使 γ 变大。

一般而言,陶瓷内的原子之间的结合主要有离子键与共价键两种结合类型。其具有离子键与共价键的统一结合性,当然还有一些其他的综合类型。但无论其原子结合力性质怎样,其内部总是具有一定的相互作用的能量以及运动能量,因而在未发生辐射时固体中的电子和晶格离子总是处于确定的稳定能量状态。

采用双原子振动模型,即构成分子的两个原子各自做相反或相同的(近似)简谐运动,通过解其质量的运动方程可以得到谐振子的振动频率 γ_0 为:

$$\gamma_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k(m_1 + m_2)}{m_1 m_2}} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{\mu}}$$

式中 μ ——折合质量。

因此,要使 γ_0 变大就必须使其弹性模量 k 变大或使其折合质量 μ 变小。由于堇青石陶瓷的基本元素为 Mg、O、Al、Si,属于相对原子质量较轻的元素,因此,首先考虑 Mg、O、Al、Si 附近的相对原子质量较轻元素且弹性模量 k 变大的一些元素。考虑到只有离子半径相差 $\pm 15\%$,所以如 Cr(铬)、V(钒)、Fe(铁)、Ti(钛)、Zn(锌)、Co(钴)、Ni(镍)、Cu(铜)、Mn(锰)等一些元素可以替换对应原子(本课题暂选择这几种常见元素作为掺杂因子)。

根据固体物理中相关知识,对于离子晶体而言,弹性模量可以由内能函数决定(共价晶体可以近似等价于离子晶体)。通过相应的公式进行计算可得,在平衡状态下离子晶体的弹性模量 k 可以表示为:

$$k = \frac{1}{18} \left\{ -\frac{2A}{r_0^3} + \frac{n(n+1)B}{r_0^{n+1}} \right\} = \frac{(n-1)\alpha q^2}{4\pi\epsilon_0 \times 18r_0^4}$$

式中, α 为马德隆常数,其与堇青石的晶格类型有关,所以为定值; n 为排斥力参数,变化不大可以忽略; q 为离子所带电荷; r 为离子半径,它们对应的指数相对较固定,所以 q 与 r 为最主要的影响因素。

同样地,对于共价晶体来讲,其可以近似等价于离子晶体,也可以得到相同的结论。

所以,由图 1-2 可知:在原始堇青石中掺杂 Fe、Ni、Cu、Zn、Co 等离子有可能提高材料的近红外辐射的辐射率。

1.2.4 常用制备工艺

在实际生产与应用中,为了满足市场对堇青石产品越来越广泛的需求,人们对传统的陶瓷制备工艺不断地改善,降低成本、提高质量,以研发出新的陶瓷产品,并使其得以推广。

固相烧结法是制备堇青石陶瓷的一种简单且实用的方法,这种制备方法主要是指在固相条件下制备陶瓷的一种工艺技术。

与溶胶凝胶法相比,这种方法的实验过程工艺简单、成本较低、原料广泛、效率高,因而它能适合实际生产。但这种方法也存在许多不足,如它的烧结温度较高、能耗非常

Mg 136 M ²⁺ 65											Al 118 共 118 M ³⁺ 50	Si 117 共 118 M ⁴⁺ 42
Ca 174 M ²⁺ 99	Sc 144 M ³⁺ 81	Ti 132 M ²⁺ 90 M ³⁺ 76 M ⁴⁺ 68	V 122 M ²⁺ 88 M ³⁺ 74	Cr 118 M ²⁺ 84 M ³⁺ 69	Mn 117 M ²⁺ 80 M ³⁺ 66	Fe 117 M ²⁺ 76 M ³⁺ 64	Co 116 M ²⁺ 74 M ³⁺ 63	Ni 115 M ²⁺ 72 M ³⁺ 62	Cu 117 M ⁺ 96 M ²⁺ 72	Zn 125 M ²⁺ 74	Ga 126 共 126 M ⁺ 113 M ³⁺ 62	Ge 122 共 122 M ⁴⁺ 53 M ²⁺ 73
Sr 191 M ²⁺ 113	Y 162	Zr 145 M ⁴⁺ 80	Nb 134 M ⁵⁺ 70	Mo 130 M ⁶⁺ 62	Tc 127	Ru 125 共 125 M ²⁺ 81	Rh 125 共 125 M ²⁺ 80	Pd 128 共 128 M ²⁺ 85	Ag 134 M ⁺ 126 M ²⁺ 89	Cd 148 M ²⁺ 97	In 144 共 144 M ⁺ 132 M ³⁺ 81	Sn 140 共 141 M ⁴⁺ 71 M ²⁺ 93

图 1-2 部分原子、离子半径表

大、成本较昂贵，这些因素都制约这一工艺技术广泛应用与不断发展，需要对这一工艺技术进行改善。

1.2.5 研究的主要内容

- (1) 研究预烧处理、烧结温度以及保温时间对堇青石红外陶瓷微观结构和红外辐射特性的影响，制定最佳制备工艺。
 - (2) 研究掺杂离子的加入对堇青石基陶瓷红外辐射特性的影响，确定最佳掺杂离子和最佳掺杂量。
- 工艺路线：根据传统的堇青石陶瓷固相烧结的方法，将其制备工艺不断优化与改进，制定的工艺流程如图 1-3 所示。

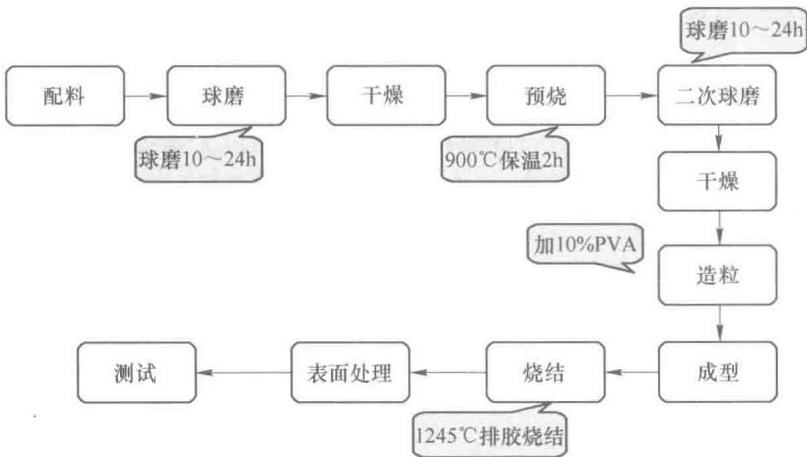


图 1-3 实验工艺路线

1.3 实验耗材及仪器设备

主要原材料见表 1-1。

表 1-1 制备的主要原材料

名称	分子式	原料品质	相对摩尔质量	原料生产厂家
碱式碳酸镁	$4\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	分析纯	485.80	上海山浦化工
氧化铝	Al_2O_3	分析纯	102.00	国药集团
二氧化硅	SiO_2	分析纯	60.08	天津市大茂化学试剂
聚乙烯醇	1750	分析纯	$44.05 \times n$	国药集团
无水乙醇	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$	分析纯	46.07	上海中试化工
二氧化钛	TiO_2	分析纯	79.87	国药集团
氧化钐	Sm_2O_3	分析纯	349.00	国药集团
氧化铜	CuO	分析纯	79.55	国药集团
九水硝酸铁	$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	分析纯	404.00	国药集团
五水乙酸钴	$\text{C}_4\text{H}_6\text{CoO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	分析纯	249.08	国药集团
五水乙酸镍	$\text{C}_4\text{H}_6\text{NiO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	分析纯	248.84	国药集团
其他	—	分析纯	—	—

实验需要用到的仪器见表 1-2。

表 1-2 主要的实验仪器

仪器名称	型号	厂 家
超级恒温水浴锅	HH-601	江苏省金坛市融化仪器制造有限公司
节能箱式电炉	SX-G02123	天津市中环实验电炉有限公司
双波段发射率测量仪	IR-2	上海诚波光电子技术科技有限公司
数显恒温磁力搅拌器	HJ-6A	江苏省金坛市金城国胜实验仪器厂
电热鼓风干燥箱	SD101-1AS	南通博斯科仪器设备有限公司
X 射线衍射仪	DX-2700	丹东衍射集团
电子分析天平	FA2204B	上海精密科学仪器有限公司
粉末压片机	469YP-40C	天津市科器高新技术有限公司

1.4 实验步骤

(1) 配料：每组分别配制 20g 的料，通过计算算出原料（碱式碳酸镁、氧化铝、二氧化硅）以及掺杂物（二氧化钛、氧化钐、氧化铜、九水硝酸铁、五水乙酸钴、五水乙酸镍）所需质量，称取试剂并混合均匀。

(2) 一次球磨：将配料装入球磨罐，在 400r/min 的转度下球磨 12~24h。（质量比为粉料：大球：小球：蒸馏水=1：0.5：0.5：1.5）

(3) 烘干：将浆料取出球磨罐，除去其中的氧化锆球，在 180℃ 左右的条件下烘干。

(4) 过筛：过 180μm（80 目）筛。

(5) 预烧：用刚玉坩埚为承烧器将物料放入马弗炉内，在 900℃ 的条件下预烧 2h。