



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104493952 A

(43) 申请公布日 2015. 04. 08

(21) 申请号 201510004372. 6

(22) 申请日 2015. 01. 06

(71) 申请人 彭晓领

地址 311112 浙江省杭州市余杭区古墩路铭
雅苑东 15-1-101

(72) 发明人 彭晓领 徐靖才 李静 杨艳婷
王新庆 葛洪良

(51) Int. Cl.

B28B 1/00(2006. 01)

B28B 11/24(2006. 01)

C04B 35/505(2006. 01)

C04B 35/56(2006. 01)

C04B 35/584(2006. 01)

C04B 35/14(2006. 01)

C04B 35/26(2006. 01)

权利要求书1页 说明书7页

(54) 发明名称

陶瓷梯度材料的凝胶注模 3D 打印制备方法

(57) 摘要

本发明提供一种陶瓷梯度材料的凝胶注模 3D 打印制备方法。步骤为：1) 建立陶瓷梯度材料的计算机三维示意图，切片处理，建立扫描路径；2) 计算不同位置的组分配比；3) 设置相应打印参数；4) 准备陶瓷组分、有机单体、交联剂、引发剂和催化剂等原材料；5) 启动打印设备进行溶胶凝胶 3D 打印，同时将陶瓷组分、有机预混液、引发剂和催化剂注入打印头，混合后按照设定轨迹、速度打印成形；6) 生坯经烧结制备陶瓷梯度材料。本发明的优点是：通过计算机控制不同位置处的原料组分配比，从而真正意义上实现成分的梯度分布；3D 打印技术为增材制备方法，与传统工艺相比，节省了原材料。

1. 陶瓷梯度材料的凝胶注模 3D 打印制备方法,其特征在于它的步骤为:

1) 建模

先通过计算机建模软件建模,再将建成的三维模型“分区”成厚度为 20~100 μm 的截面,即切片,从而指导打印机逐层打印;

2) 计算配比

根据陶瓷梯度材料的成分设计要求,计算陶瓷梯度结构件不同位置的组分配比,以此为变量输入计算机,控制打印时不同位置的送粉比;

3) 设置打印参数

设置打印速度为 0.05~0.5m/s,打印分辨率 20~100 μm ,为送粉量为 0.02~5 mm^3/s ;

4) 原料准备

将粒径为 0.1~10 μm 的陶瓷粉末组分经预处理后分别放入送料器内的送料筒中;将有机单体与交联剂按 6 ~ 24 :1 的重量比溶入去离子水中,配成有机物质量分数为 10 ~ 25% 的预混液;将预混液装入输液枪 1;将引发剂和催化剂装入输液枪 2;

5) 凝胶注模 3D 打印

启动打印设备进行 3D 打印;送料器按照设定的配比送料进入打印头,同时输液枪送入预混液、引发剂和催化剂至打印头;上述原料在打印头内经混合后,按照设定的轨迹、速度打印出;按照轨迹线,逐行打印形成面,再逐层打印形成三维陶瓷梯度材料;打印过程中,控制工作室温度在 60 ~ 80 $^{\circ}\text{C}$,以利于凝胶过程;

6) 烧结

取出生坯放入烧结炉中,充入氩气或氮气进行保护,烧结温度在 600 ~ 1400 $^{\circ}\text{C}$ 之间,随炉冷却至 100 ~ 300 $^{\circ}\text{C}$ 取出。

2. 根据权利要求 1 所述的陶瓷梯度材料的凝胶注模 3D 打印制备方法,其特征在于所述的陶瓷组分为 ZrO_2 、 SiC 、 AlN 、 Si_3N_4 、 B_4C 、 SiO_2 、 TiC 、 Y_2O_3 、 Al_2O_3 、铁氧体。

3. 根据权利要求 1 所述的陶瓷梯度材料的凝胶注模 3D 打印制备方法,其特征在于所述的有机单体为丙烯酰胺、甲基丙烯酰胺或乙烯基吡咯酮。

4. 根据权利要求 1 所述的陶瓷梯度材料的凝胶注模 3D 打印制备方法,其特征在于所述的交联剂为亚甲基双丙烯酰胺。

5. 根据权利要求 1 所述的陶瓷梯度材料的凝胶注模 3D 打印制备方法,其特征在于所述的引发剂为质量分数为 1 ~ 5% 的过硫酸水溶液。

6. 根据权利要求 1 所述的陶瓷梯度材料的凝胶注模 3D 打印制备方法,其特征在于所述的催化剂为四甲基乙二胺。

7. 根据权利要求 1 所述的陶瓷梯度材料的凝胶注模 3D 打印制备方法,其特征在于所述的预混液加入量为固相陶瓷粉末体积的 40 ~ 100%。

8. 根据权利要求 1 所述的陶瓷梯度材料的凝胶注模 3D 打印制备方法,其特征在于所述的引发剂加入量为预混液体积的 2 ~ 10%。

9. 根据权利要求 1 所述的陶瓷梯度材料的凝胶注模 3D 打印制备方法,其特征在于所述的催化剂加入量为预混液体积的 0.3 ~ 3%。

陶瓷梯度材料的凝胶注模 3D 打印制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种陶瓷梯度材料的凝胶注模 3D 打印制备方法,属于材料制备领域。

背景技术

[0002] 梯度功能材料与均一材料、复合材料不同,它是选用两种(或多种)性能不同的材料,通过连续地改变这两种(或多种)材料的组成和结构,使其界面消失导致材料的性能随着材料的组成和结构的变化而缓慢变化,形成梯度功能材料。

[0003] 从材料的组合方式来看,FGM 可分为金属/合金,金属/非金属,非金属/陶瓷、金属/陶瓷、陶瓷/陶瓷等多种组合方式,因此可以获得多种特殊功能的材料。

[0004] 陶瓷材料因其独特的性能已广泛地应用于电子、机械、国防等工业领域。但陶瓷材料烧结后很难进行机加工,故人们一直在寻求复杂形状陶瓷元件的净尺寸成型方法,这已成为保证陶瓷元件质量和使所研制的材料获得实际应用的关键环节。陶瓷材料的成型方法,一般可分为干法和湿法两大类。相比而言,湿法成型工艺设备简单、成型坯体组分均匀、缺陷少、易于成型复杂形状零件等优点,实用性较强。但传统的湿法成型技术都存在一些问题,如注浆成型是靠石膏模吸水来实现的,造成坯体中形成密度梯度分布和不均匀变形,并且坯体强度低,易于损坏。热压铸或注射成型需加入质量份数高达 20% 的蜡或有机物,造成脱脂过程繁琐,结合剂的融化或蒸发使坯体的强度降低,易形成缺陷甚至倒塌。这些问题提高了陶瓷材料的生产成本,降低了其质量的稳定性。90 年代初,美国橡树岭国家实验室发明了一种全新的陶瓷材料湿法成型技术——凝胶注模成型技术,主要生产工艺过程为:陶瓷原料与介质的混合→成型(凝固)→排除介质→干燥→烧结。

[0005] 凝胶注模成型是一种实用性很强的技术,它具有以下几个显著特点:(1) 可适用于各种陶瓷材料,成型各种复杂形状和尺寸的陶瓷零件。(2) 由于定型过程和注模操作是完全分离的,定型是靠浆料中有机单体原位聚合形成交链网状结构的凝胶体来实现的。所以成型坯体组分均匀、密度均匀、缺陷少。(3) 浆料的凝固定型时间较短且可控。根据聚合温度和催化剂的加入量不同,凝固定型时间一般可控在 5~60 min。(4) 该工艺所用模具为无孔模具,且对模具无特殊要求,可以是金属、玻璃或塑料等。(5) 坯体中有机物含量较小,其质量份数一般为 3%~5%。但强度较高,一般在 10MPa 以上。可对坯体进行机加工(车、磨、刨、铣、钻孔、锯等),从而取消或减少烧结后的加工。(6) 这是一种净尺寸成型技术。由于坯体的组分和密度均匀,因而在干燥和烧结过程中不会变形,烧结体可保持成型时的形状和尺寸比例。(7) 所用陶瓷料为高固相(体积份数不小于 50%)、低粘度(小于 1Pa·s)。浆料的固相含量是影响成型坯体的密度、强度及均匀性的因素,粘度的大小关系到所成坯体形状的好坏及浆料的排气效果。

[0006] 陶瓷梯度材料目前缺少简便的制备方法,这是限制陶瓷梯度材料进一步发展的重要原因。因此,如果能将成熟的陶瓷材料成型手段,用来制备陶瓷梯度材料,无疑具有重要的意义和广阔的发展前景。

发明内容

[0007] 本发明的目的是提供一种陶瓷梯度材料的凝胶注模 3D 打印制备方法。

[0008] 本发明的具体步骤为：

1) 建模

先通过计算机建模软件建模,再将建成的三维模型“分区”成厚度为 20~100 μm 的截面,即切片,从而指导打印机逐层打印；

2) 计算配比

根据陶瓷梯度材料的成分设计要求,计算陶瓷梯度结构件不同位置的组分配比,以此为变量输入计算机,控制打印时不同位置的送粉比；

3) 设置打印参数

设置打印速度为 0.05~0.5m/s,打印分辨率 20~100 μm ,为送粉量为 0.02~5 mm^3/s ；

4) 原料准备

将粒径为 0.1~10 μm 的陶瓷粉末组分经预处理后分别放入送料器内的送料筒中；将有机单体与交联剂按 6 ~ 24 :1 的重量比溶入去离子水中,配成有机物质量分数为 10 ~ 25% 的预混液；将预混液装入输液枪 1；将引发剂和催化剂装入输液枪 2；

所述的陶瓷组分为 ZrO_2 、 SiC 、 AlN 、 Si_3N_4 、 B_4C 、 SiO_2 、 TiC 、 Y_2O_3 、 Al_2O_3 、铁氧体；

所述的有机单体为丙烯酰胺、甲基丙烯酰胺或乙烯基吡咯酮；

所述的交联剂为亚甲基双丙烯酰胺；

所述的引发剂为质量分数为 1 ~ 5% 的过硫酸水溶液；

所述的催化剂为四甲基乙二胺；

5) 凝胶注模 3D 打印

启动打印设备进行 3D 打印。送料器按照设定的配比送料进入打印头,同时输液枪送入预混液、引发剂和催化剂至打印头。上述原料在打印头内经混合后,按照设定的轨迹、速度打印出。按照轨迹线,逐行打印形成面,再逐层打印形成三维陶瓷梯度材料。打印过程中,控制工作室温度在 60 ~ 80 $^{\circ}\text{C}$,以利于凝胶过程；

所述的预混液加入量为固相陶瓷粉末体积的 40 ~ 100%；

所述的引发剂加入量为预混液体积的 2 ~ 10%；

所述的催化剂加入量为预混液体积的 0.3 ~ 3%；

6) 烧结

取出生坯放入烧结炉中,充入氩气或氮气进行保护,烧结温度在 600 ~ 1400 $^{\circ}\text{C}$ 之间,随炉冷却至 100 ~ 300 $^{\circ}\text{C}$ 取出。

[0009] 本发明的优点是：

1) 通过计算机严格控制不同位置处的原料组分配比,从而真正意义上实现成分的梯度分布；

2) 采用 3D 打印将送料、混合、打印和凝胶同时完成,提高了工作效率；

3) 3D 打印技术为增材制备方法,与传统工艺相比,节省了原材料,避免浪费。

具体实施方式

[0010] 下面结合实施例对本发明进行详细描述,以便更好地理解本发明的目的、特点和

优点。虽然本发明是结合该具体的实施例进行描述,但并不意味着本发明局限于所描述的具体实施例。相反,对可以包括在本发明权利要求中所限定的保护范围内的实施方式进行的替代、改进和等同的实施方式,都属于本发明的保护范围。对于未特别标注的工艺参数,可按常规技术进行。

[0011] 本发明采用的具体步骤如下:

1) 建模

先通过计算机建模软件建模,再将建成的三维模型“分区”成厚度为 20~100 μm 的截面,即切片,从而指导打印机逐层打印;

2) 计算配比

根据陶瓷梯度材料的成分设计要求,计算陶瓷梯度结构件不同位置的组分配比,以此为变量输入计算机,控制打印时不同位置的送粉比;

3) 设置打印参数

设置打印速度为 0.05~0.5m/s,打印分辨率 20~100 μm ,为送粉量为 0.02~5mm³/s;

4) 原料准备

将粒径为 0.1~10 μm 的陶瓷粉末组分经预处理后分别放入送料器内的送料筒中;将有机单体与交联剂按 6 ~ 24 :1 的重量比溶入去离子水中,配成有机物质量分数为 10 ~ 25% 的预混液;将预混液装入输液枪 1;将引发剂和催化剂装入输液枪 2;

所述的陶瓷组分为 ZrO_2 、 SiC 、 AlN 、 Si_3N_4 、 B_4C 、 SiO_2 、 TiC 、 Y_2O_3 、 Al_2O_3 、铁氧体;

所述的有机单体为丙烯酰胺、甲基丙烯酰胺或乙烯基吡咯酮;

所述的交联剂为亚甲基双丙烯酰胺;

所述的引发剂为质量分数为 1 ~ 5% 的过硫酸水溶液;

所述的催化剂为四甲基乙二胺;

5) 凝胶注模 3D 打印

启动打印设备进行 3D 打印。送料器按照设定的配比送料进入打印头,同时输液枪送入预混液、引发剂和催化剂至打印头。上述原料在打印头内经混合后,按照设定的轨迹、速度打印出。按照轨迹线,逐行打印形成面,再逐层打印形成三维陶瓷梯度材料。打印过程中,控制工作室温度在 60 ~ 80 $^{\circ}\text{C}$,以利于凝胶过程;

所述的预混液加入量为固相陶瓷粉末体积的 40 ~ 100%;

所述的引发剂加入量为预混液体积的 2 ~ 10%;

所述的催化剂加入量为预混液体积的 0.3 ~ 3%;

6) 烧结

取出生坯放入烧结炉中,充入氩气或氮气进行保护,烧结温度在 600 ~ 1400 $^{\circ}\text{C}$ 之间,随炉冷却至 100 ~ 300 $^{\circ}\text{C}$ 取出。

[0012] 通过本发明可以制备成分在很大范围内变化的各种厚度的梯度材料,且成分连续变化。

[0013] 实施例 1:

本发明的步骤为:

1) 建模

先通过计算机建模软件建模,再将建成的三维模型“分区”成厚度为 20 μm 的截面,即

切片,从而指导打印机逐层打印;

2) 计算配比

根据陶瓷梯度材料的成分设计要求,计算陶瓷梯度结构件不同位置的组分配比,以此为变量输入计算机,控制打印时不同位置的送粉比;

3) 设置打印参数

设置打印速度为 0.05m/s,打印分辨率 20 μm ,为送粉量为 0.02mm³/s;

4) 原料准备

将粒径为 0.1 μm 的 ZrO₂与 0.3 μm 的 Y₂O₃陶瓷粉末组分经预处理后分别放入送料器内的送料筒中;将丙烯酰胺与亚甲基双丙烯酰胺按 6:1 的重量比溶入去离子水中,配成有机物质量分数为 10% 的预混液;将预混液装入输液枪 1;将质量分数为 1% 的过硫酸水溶液引发剂和四甲基乙二胺催化剂装入输液枪 2;

5) 凝胶注模 3D 打印

启动打印设备进行 3D 打印。送料器按照设定的配比送料进入打印头,同时输液枪送入粉末体积 40% 的预混液、预混液体积 2% 的引发剂和预混液体积 0.3% 的催化剂至打印头。上述原料在打印头内经混合后,按照设定的轨迹、速度打印出。按照轨迹线,逐行打印形成面,再逐层打印形成三维陶瓷梯度材料。打印过程中,控制工作室温度在 60℃,以利于凝胶过程;

6) 烧结

取出生坯放入烧结炉中,充入氩气进行保护,600℃烧结,随炉冷却至 100℃取出。

[0014] 对实例 1 所制备的样品进行电子探针线分析,发现其成分连续变化,ZrO₂由一侧的 100% 减少到另一侧的 0%,样品内部无宏观界面存在。

[0015] 实施例 2:

本发明的步骤为:

1) 建模

先通过计算机建模软件建模,再将建成的三维模型“分区”成厚度为 50 μm 的截面,即切片,从而指导打印机逐层打印;

2) 计算配比

根据陶瓷梯度材料的成分设计要求,计算陶瓷梯度结构件不同位置的组分配比,以此为变量输入计算机,控制打印时不同位置的送粉比;

3) 设置打印参数

设置打印速度为 0.1m/s,打印分辨率 50 μm ,为送粉量为 0.25mm³/s;

4) 原料准备

将粒径为 1 μm 的 SiC 与 0.8 μm 的 TiC 陶瓷粉末组分经预处理后分别放入送料器内的送料筒中;将甲基丙烯酰胺与亚甲基双丙烯酰胺按 24:1 的重量比溶入去离子水中,配成有机物质量分数为 25% 的预混液;将预混液装入输液枪 1;将质量分数为 5% 的过硫酸水溶液引发剂和四甲基乙二胺催化剂装入输液枪 2;

5) 凝胶注模 3D 打印

启动打印设备进行 3D 打印。送料器按照设定的配比送料进入打印头,同时输液枪送入粉末体积 100% 的预混液、预混液体积 10% 的引发剂和预混液体积 3% 的催化剂至打印头。

上述原料在打印头内经混合后,按照设定的轨迹、速度打印出。按照轨迹线,逐行打印形成面,再逐层打印形成三维陶瓷梯度材料。打印过程中,控制工作室温度在 60℃,以利于凝胶过程;

6) 烧结

取出生坯放入烧结炉中,充入氮气进行保护,900℃烧结,随炉冷却至 100℃取出。

[0016] 对实例 2 所制备的样品进行电子探针线分析,发现其成分连续变化,SiC 由一侧的 100% 减少到另一侧的 0%,样品内部无宏观界面存在。

[0017] 实施例 3:

本发明的步骤为:

1) 建模

先通过计算机建模软件建模,再将建成的三维模型“分区”成厚度为 100 μm 的截面,即切片,从而指导打印机逐层打印;

2) 计算配比

根据陶瓷梯度材料的成分设计要求,计算陶瓷梯度结构件不同位置的组分配比,以此为变量输入计算机,控制打印时不同位置的送粉比;

3) 设置打印参数

设置打印速度为 0.5m/s,打印分辨率 100 μm,为送粉量为 5mm³/s;

4) 原料准备

将粒径为 8 μm 的 AlN 与 10 μm 的 Si₃N₄ 陶瓷粉末组分经预处理后分别放入送料器内的送料筒中;将乙烯基吡咯酮与亚甲基双丙烯酰胺按 12:1 的重量比溶入去离子水中,配成有机物质量分数为 15% 的预混液;将预混液装入输液枪 1;将质量分数为 3% 的过硫酸水溶液引发剂和四甲基乙二胺催化剂装入输液枪 2;

5) 凝胶注模 3D 打印

启动打印设备进行 3D 打印。送料器按照设定的配比送料进入打印头,同时输液枪送入粉末体积 60% 的预混液、预混液体积 5% 的引发剂和预混液体积 1% 的催化剂至打印头。上述原料在打印头内经混合后,按照设定的轨迹、速度打印出。按照轨迹线,逐行打印形成面,再逐层打印形成三维陶瓷梯度材料。打印过程中,控制工作室温度在 80℃,以利于凝胶过程;

6) 烧结

取出生坯放入烧结炉中,充入氮气进行保护,1400℃烧结,随炉冷却至 300℃取出。

[0018] 对实例 3 所制备的样品进行电子探针线分析,发现其成分连续变化,AlN 由一侧的 100% 减少到另一侧的 0%,样品内部无宏观界面存在。

[0019] 实施例 4:

本发明的步骤为:

1) 建模

先通过计算机建模软件建模,再将建成的三维模型“分区”成厚度为 50 μm 的截面,即切片,从而指导打印机逐层打印;

2) 计算配比

根据陶瓷梯度材料的成分设计要求,计算陶瓷梯度结构件不同位置的组分配比,以此

为变量输入计算机,控制打印时不同位置的送粉比;

3) 设置打印参数

设置打印速度为 0.2m/s,打印分辨率 50 μm ,为送粉量为 0.5mm³/s;

4) 原料准备

将粒径为 4 μm 的 B₄C 与 6 μm 的 TiC 陶瓷粉末组分经预处理后分别放入送料器内的送料筒中;将乙烯基吡咯酮与亚甲基双丙烯酰胺按 16:1 的重量比溶入去离子水中,配成有机物质量分数为 20% 的预混液;将预混液装入输液枪 1;将质量分数为 4% 的过硫酸水溶液引发剂和四甲基乙二胺催化剂装入输液枪 2;

5) 凝胶注模 3D 打印

启动打印设备进行 3D 打印。送料器按照设定的配比送料进入打印头,同时输液枪送入粉末体积 80% 的预混液、预混液体积 8% 的引发剂和预混液体积 2% 的催化剂至打印头。上述原料在打印头内经混合后,按照设定的轨迹、速度打印出。按照轨迹线,逐行打印形成面,再逐层打印形成三维陶瓷梯度材料。打印过程中,控制工作室温度在 70℃,以利于凝胶过程;

6) 烧结

取出生坯放入烧结炉中,充入氮气进行保护,1200℃烧结,随炉冷却至 100℃取出。

[0020] 对实例 4 所制备的样品进行电子探针线分析,发现其成分连续变化, B₄C 由一侧的 100% 减少到另一侧的 0%,样品内部无宏观界面存在。

[0021] 实施例 5:

本发明的步骤为:

1) 建模

先通过计算机建模软件建模,再将建成的三维模型“分区”成厚度为 50 μm 的截面,即切片,从而指导打印机逐层打印;

2) 计算配比

根据陶瓷梯度材料的成分设计要求,计算陶瓷梯度结构件不同位置的组分配比,以此为变量输入计算机,控制打印时不同位置的送粉比;

3) 设置打印参数

设置打印速度为 0.4m/s,打印分辨率 50 μm ,为送粉量为 1mm³/s;

4) 原料准备

将粒径为 3 μm 的 Al₂O₃ 与 2 μm 的 SiO₂ 陶瓷粉末组分经预处理后分别放入送料器内的送料筒中;将丙烯酰胺与亚甲基双丙烯酰胺按 8:1 的重量比溶入去离子水中,配成有机物质量分数为 14% 的预混液;将预混液装入输液枪 1;将质量分数为 2% 的过硫酸水溶液引发剂和四甲基乙二胺催化剂装入输液枪 2;

5) 凝胶注模 3D 打印

启动打印设备进行 3D 打印。送料器按照设定的配比送料进入打印头,同时输液枪送入粉末体积 60% 的预混液、预混液体积 3% 的引发剂和预混液体积 0.8% 的催化剂至打印头。上述原料在打印头内经混合后,按照设定的轨迹、速度打印出。按照轨迹线,逐行打印形成面,再逐层打印形成三维陶瓷梯度材料。打印过程中,控制工作室温度在 70℃,以利于凝胶过程;

6) 烧结

取出生坯放入烧结炉中,充入氮气进行保护,1100℃烧结,随炉冷却至 200℃取出。

[0022] 对实例 5 所制备的样品进行电子探针线分析,发现其成分连续变化,Al₂O₃由一侧的 100% 减少到另一侧的 0%,样品内部无宏观界面存在。

[0023] 实施例 6:

本发明的步骤为:

1) 建模

先通过计算机建模软件建模,再将建成的三维模型“分区”成厚度为 50 μm 的截面,即切片,从而指导打印机逐层打印;

2) 计算配比

根据陶瓷梯度材料的成分设计要求,计算陶瓷梯度结构件不同位置的组分配比,以此为变量输入计算机,控制打印时不同位置的送粉比;

3) 设置打印参数

设置打印速度为 0.4m/s,打印分辨率 50 μm,为送粉量为 1mm³/s;

4) 原料准备

将粒径为 0.5 μm 的 MnZn 铁氧体与 0.8 μm 的 NiZn 铁氧体粉末组分经预处理后分别放入送料器内的送料筒中;将甲基丙烯酰胺与亚甲基双丙烯酰胺按 18:1 的重量比溶入去离子水中,配成有机物质量分数为 12% 的预混液;将预混液装入输液枪 1;将质量分数为 2% 的过硫酸水溶液引发剂和四甲基乙二胺催化剂装入输液枪 2;

5) 凝胶注模 3D 打印

启动打印设备进行 3D 打印。送料器按照设定的配比送料进入打印头,同时输液枪送入粉末体积 70% 的预混液、预混液体积 6% 的引发剂和预混液体积 0.5% 的催化剂至打印头。上述原料在打印头内经混合后,按照设定的轨迹、速度打印出。按照轨迹线,逐行打印形成面,再逐层打印形成三维陶瓷梯度材料。打印过程中,控制工作室温度在 80℃,以利于凝胶过程;

6) 烧结

取出生坯放入烧结炉中,充入氮气进行保护,900℃烧结,随炉冷却至 150℃取出。

[0024] 对实例 6 所制备的样品进行电子探针线分析,发现其成分连续变化,MnZn 铁氧体由一侧的 100% 减少到另一侧的 0%,样品内部无宏观界面存在。