

# Detection and Analysis System for Ceramic Feeding Process Development

Fang Liu<sup>1</sup> Liping Wang<sup>1</sup> Jianning Yang<sup>1</sup> Qiong Wen<sup>2</sup> Hai He<sup>2</sup>

1. BYD Precision Manufacturing Co., Ltd., Shenzhen, Guangdong, 518118, China

2. Huizhou BYD Electronics Co., Ltd., Huizhou, Guangdong, 516083, China

## Abstract

This paper comprehensively introduces the process of establishing the ceramic feeding process testing and evaluation system. The system covers the whole process of formula selection, sample performance evaluation and quantity and product quality control. Through the solvent parameter test, melting index test, density test and other means, the material development and product development process are data and systematic. For example, organic component materials are selected according to the solvent parameters, and the properties of feeding and injection billet are evaluated according to the melting index and density. This system effectively improves the efficiency of research and development to mass production, provides a reference for the industry, and is of great significance to the development and mass production of ceramic feeding.

## Keywords

ceramic feeding process; solubility parameter; density testing; melt index; dielectric constant analysis; product microstructure analysis

## 陶瓷喂料工艺开发的检测分析系统

刘芳<sup>1</sup> 汪丽萍<sup>1</sup> 杨剑宁<sup>1</sup> 文琼<sup>2</sup> 何海<sup>2</sup>

1. 比亚迪精密制造有限公司, 中国·广东深圳 518118

2. 惠州比亚迪电子有限公司, 中国·广东惠州 516083

## 摘要

论文全面介绍了陶瓷喂料工艺检测评价体系的建立过程。该体系覆盖配方选型、样品性能评估及量产品质管控全过程, 通过溶度参数测试、熔融指数测试、密度测试等多种手段, 将材料开发及产品开发制程数据化、体系化。例如, 依据溶度参数选择有机组分材料, 根据熔融指数和密度评估喂料和注塑坯体性能等。此体系有效提升了研发到量产的效率, 为行业提供参考, 对陶瓷喂料的开发和量产具有重要意义。

## 关键词

陶瓷喂料工艺; 溶度参数; 密度测试; 熔融指数; 介电常数分析; 产品微观结构分析

## 1 引言

智能穿戴设备是指对日常穿戴的设备进行智能化设计, 而形成的可穿戴设备, 如智能手表、手环等。而随着电子技术发展, 智能穿戴设备的生产成本降低, 且功能更加丰富, 开始逐渐流行起来。2017 年到 2024 年全球可穿戴设备出货量呈逐年增长态势, IDC 预期穿戴式装置在未来 5 年的复合增长率为 5.1%, 2026 年穿戴式设备出货量将达到 6.28 亿台。纳米复合氧化锆材料作为一种新材料在智能穿戴领域展现了越来越大的优势, 它高硬度、耐磨损、亲肤性、不过敏、散热性、均热性好、不屏蔽信号、色泽温润、适于批量生产、成本低, 需求量在智能穿戴领域水涨船高, 其研发制备相关

技术也开始备受关注。论文研究了贯穿陶瓷喂料技术从配方基础研究到产品品质管控的完整的测试体系的建立过程。

## 2 陶瓷喂料工艺的检测分析系统建立目标

本研究从一系列的测试手段, 来指导陶瓷喂料的研发。从初期的配方选型, 到样品性能评估, 再到后期量产品品质管控, 形成陶瓷喂料的全面评价体系。

## 3 陶瓷喂料工艺的检测分析系统建立过程

### 3.1 溶度参数测试指导配方有机组分材料选择

溶剂对有机聚合物的溶解能力以及不同有机聚合物之间相容性的判定依照溶度参数  $\delta$  相近原则,  $\delta$  值接近于相互溶解。在陶瓷喂料初期的配方有机组分材料选型过程中, 测试了多种有机聚合物的溶度参数见表 1, 从表 1 中选择  $0 \leq \Delta \delta < 2$  (其中  $\Delta \delta$  为有机聚合物的溶度参数差值) 的材料按比例混合, 得到所需的有机聚合物混料。

【作者简介】刘芳 (1979-), 女, 中国湖南人, 硕士, 工程师, 从事材料研究。

表 1 有机聚合物溶度参数测试汇总

材料	聚四氟乙烯 PTFE	聚三氟氯乙烯 PCTFE	聚二甲基硅氧烷 PDMS	聚氧化丙烯 PO
溶度参数 $\delta$ (cal/cm <sup>3</sup> ) <sup>0.5</sup>	12.7	14.7	14.9	15.3
材料	聚乙烯 PE	聚异丁烯 PIB	聚丁二烯 PB	聚异戊二烯 PI
溶度参数 $\delta$ (cal/cm <sup>3</sup> ) <sup>0.5</sup>	16.4	17	17.2	17.4
材料	邻苯二甲酸二辛酯 DOP	聚苯乙烯 PS	聚甲基丙烯酸甲酯 PMMA	邻苯二甲酸二丁酯 DBP
溶度参数 $\delta$ (cal/cm <sup>3</sup> ) <sup>0.5</sup>	18.2	18.5	18.6	18.6
材料	聚丙烯 PP	环氧树脂 EP	聚氨酯 PU	聚甲基丙烯酸 PMAA
溶度参数 $\delta$ (cal/cm <sup>3</sup> ) <sup>0.5</sup>	19.0	19.9	20.5	21.9

### 3.2 熔融指数测试评价喂料流动性强弱

熔融指数是指在一定温度和压力条件下,一定时间内通过标准口径毛细管的质量或熔融体积,可以用来评价喂料流动性强弱。表 2 测试了 3 种喂料在 200℃ 下的熔融指数,发现喂料 2、3 满足熔融指数 (@200℃, g/10kg/10s) > 10g/10kg/10s,表明喂料 2、3 流动性相对较好,对后续注塑坯体有利。

表 2 不同喂料测试熔融指数情况

喂料	熔融指数 (@200℃, g/10kg/10s)
1	8.52
2	13.40
3	15.42

### 3.3 密度测试评价注塑坯体均匀性、外观状态

一般来说,陶瓷喂料流动性好,注塑过程坯体密度分布均匀,能得到外观完好的注塑坯体。本实验要求注塑坯 6 点密度差值 < ± 0.05; 注塑坯外观完好、无熔接线及裂纹。通过表 3 可知,喂料 2、3 的注塑坯体密度满足规定要求且目视外观状态完好,表明其坯体更均匀。

表 3 不同喂料注塑坯体密度差值及外观情况

喂料	注塑坯 6 点密度差值	注塑外观情况
1	± 0.05	有熔接线
2	± 0.02	注塑坯外观完好
3	± 0.02	注塑坯外观完好

表 4 不同升温速率对放热区间的影响情况

样品	升温速率 (°C/min)	峰 1 区间 (°C)			峰 2 区间 (°C)		
		Ti	Tp	Te	Ti	Tp	Te
喂料 2	0.5	215	227	236	331	340	355
	1	220	232	241	342	353	366
	2	235	248	255	360	373	386
	5	249	261	271	381	395	409
喂料 3	0.5	239	252.4	264.5	321.1	332.2	340.8
	1	261.1	273.4	283.6	336.1	349.8	358.5
	2	261.7	280.5	295.3	345	358.9	370.4
	5	300.4	312.3	321.8	372.2	385.5	396.3

### 3.4 材料热分析测试指导注塑坯体热脱脂曲线设置

注塑后需要对喂料中的有机组分进行高温脱脂,在这个过程中有机组分可能存在剧烈放热从而导致注塑片变形开裂的风险。对上述 2 号和 3 号喂料进行热分析测试,发现喂料均存在两个明显的放热区间,说明设计的配方具备分区热解的基础:峰 1 区间内,部分组分分解,其余部分有机物则提供保型所需的结构强度;当温度提升到峰 2 区时,无机材料的烧结强度提升则可以抵抗有机物剧烈分解。本实验进一步测试了不同升温速率对于放热区间的影响,可以发现随着升温速率提高,热分解反应的起始温度 Ti,峰温 Tp 和终止温度 Te 均升高。具体的热分析数据在表 4 中给出,结合脱脂速率的平稳性和工艺效率的要求,设计喂料 2 优选的工艺曲线为峰 1 区间升温速率 0.5°C/min 升温至 236°C,峰 2 区间 +5°C/min 升温到 409°C;喂料 3 优选的工艺曲线为峰 1 区间升温速率 0.5°C/min 升温 264°C,峰 2 区间 +5°C/min 升温到 396°C。根据上述升温速率对喂料 2 和 3 的注塑片进行热脱脂工艺(表 5),统计其良率分别达到了 83.50% 和 92.55%,注塑片开裂均仅占 2% 左右。

### 3.5 吸光度测试评价产品光吸收性能

表 6 的测试结果显示陶瓷方片样品吸光度均达标,说明样品在不同波长段光吸收值均满足品质管控预期,样品可以投入下一道工序使用;每间隔 1nm 波长测试吸收值 Abs 具体情况见图 1,图 1 显示样品绝大部分波长段光吸收值 > 4.5,唯有 800~900nm 波长段吸收值需要重点关注。

表 5 喂料 2 和喂料 3 热脱脂工艺样品外观数据

样品	投入 / 片	良率 / %	开裂 / %
喂料 2	101	83.50	2.02
喂料 3	94	92.55	2.13

表 6 陶瓷方片测试吸光度数据

样品	波长 400nm	波长 600nm	波长 800nm	波长 900nm
	吸收值 Abs > 4.3	吸收值 Abs > 4.4	吸收值 Abs > 4.5	吸收值 Abs > 4.4
1	6.000	6.000	6.000	4.926
2	6.000	6.000	6.000	6.000
3	5.992	6.000	6.000	6.000
4	6.000	6.000	6.000	6.000
5	6.000	6.000	6.000	6.000

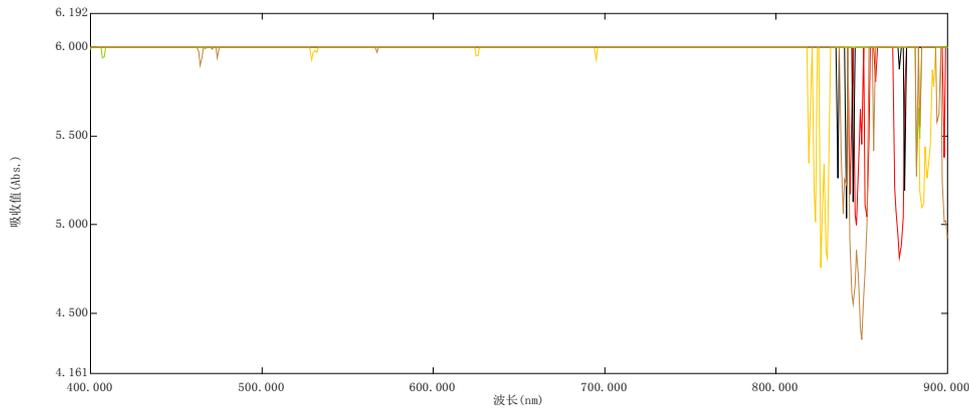


图 1 UV3700 测试陶瓷方片吸光度曲线图

### 3.6 挤压强度测试评价产品烧结性能

该项测试采用万能材料试验机以均匀的加载速度下压到烧结产品表面,结束条件为产品瞬时力下降到一定程度(图 2),产品表现为碎开/裂纹,也可称破坏力测试,管控要求最大破坏力 > 67kgf,表 7 的测试结果显示烧结产品挤压强度均达标,烧结产品力学性能优异。

### 3.7 介电常数测试评价产品介电性能

介电常数是指电介质在电场中贮存电能的能力,介电常数越大代表材料的绝缘性能越好,量产管控要求产品介电常数测试数据大于 30,喂料 2 和喂料 3 制得的陶瓷产品介电常数测试数据如表 8 所示,由测试结果可知产品绝缘性良好。

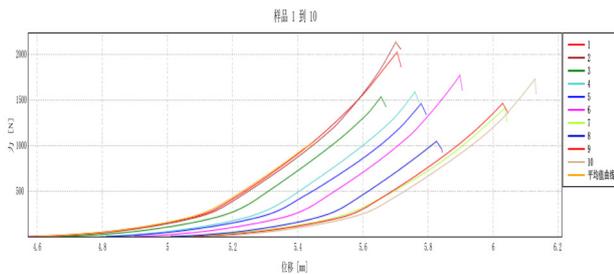


图 2 烧结产品挤压强度测试曲线图

表 7 烧结产品挤压测试数据

样品	测量值 /kgf	测试结果
1	206.364	PASS
2	217.519	PASS
3	156.607	PASS
4	162.046	PASS
5	149.020	PASS
6	180.616	PASS
7	144.039	PASS
8	106.767	PASS
9	149.344	PASS
10	176.500	PASS

表 8 陶瓷产品介电常数测试数据

样品	厚度 /mm	介电常数
喂料 2	1.85	31.4731
	1.85	31.5053
	1.85	31.5371
喂料 3	1.84	31.7753
	1.84	31.7378
	1.84	31.7206

### 3.8 扫描电镜分析失效烧结产品微观晶胞

产品来源于挤压测试 NG 样品,找到挤压断裂位置,

断裂面粘于样品台正上方制样后放入扫描电镜样品仓，对比找到样品断面的解理纹，沿解理纹所集中位置逐步放大，即可找到断裂源位置所在（图 3），放大该位置可以看到陶瓷晶胞为圆润的（图 4），EDS 测试断裂源处成分是正常陶瓷成分（表 9），无其他异常成分，说明陶瓷该位置内部存在隐藏空隙或者气泡，当陶瓷受外力作用时，空隙位置容易断裂或者形成裂纹。

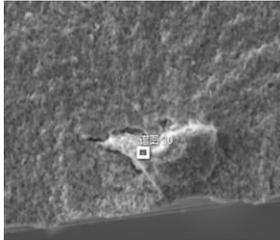


图 3 断裂源 SEM 形貌图

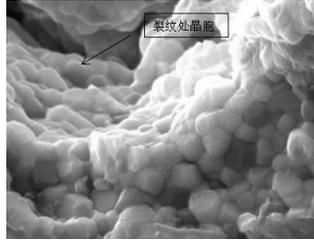


图 4 断裂源 SEM 晶胞图

表 9 断裂处 EDS 成分

元素	Wt%	Wt% Sigma	At%
C	15.32	0.42	30.55
O	34.32	0.33	51.39
Al	7.91	0.10	7.02
Y	1.94	0.22	0.52
Zr	39.58	0.36	10.39
Hf	0.93	0.15	0.12
总量：	100.00		100.00

### 3.9 形成陶瓷喂料的全面检测评价体系

综上所述，从陶瓷喂料的有机组分材料选择到喂料流动性和注塑工艺温度设置，以及陶瓷产品的性能测试甚至到失效产品的微观结构分析，论文可实现上述提出的总体目标，建立全面的检测评价体系（图 5），对于陶瓷喂料的开发和量产起到重要作用。

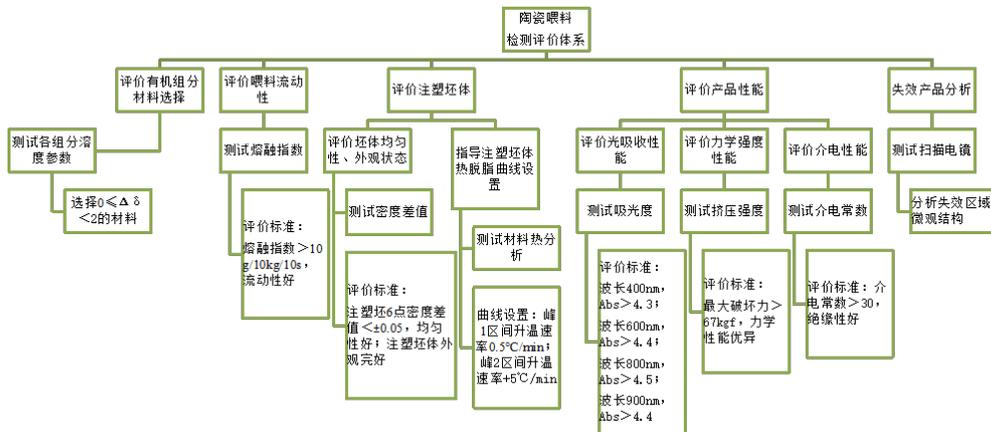


图 5 陶瓷喂料的全面检测评价体系图

## 4 陶瓷喂料工艺的检测分析系统的先进性分析

①全套检测系统包括基础材料测试和成品性能检测，兼具科研院所的学术性和加工型企业的工程性。

②国际国内领先的检测设备及完备的设备管理体系为检测可靠性奠定基础；通过检测手段将材料微观层面的性能与产品宏观层面的性能挂钩，在工艺开发阶段充分实现产品性能目标，提升研发到量产的效率。

### 参考文献

[1] 郭琪,杨勇强.可穿戴智能设备发展浅析[J].经济生活文摘,2013(3):539-540.

[2] 黄蕊.智能可穿戴设备或将爆发式增长[J].投资北京,2014(3):4.  
 [3] IDC报告2023Q3全球可穿戴设备市场:苹果下降26.7%,小米超过三星增长36%[Z].IT之家,2023-12-05.  
 [4] 可穿戴设备2023年或迎暖阳,泰晶科技“三支箭”发力市场[Z].时代,2023-04-01.  
 [5] 智能手表表壳常用材质盘点[Z].搜狐网,2020-11-19.  
 [6] 张景阳.氧化锆纳米米粉:5G手机“背后”的新材料[Z].光明网,2021-08-27.  
 [7] 张兴英,程珏.高分子化学[M].北京:化学工业出版社,2006.  
 [8] 马铁成,缪松兰.陶瓷工艺学[M].北京:中国轻工业出版社,2018.