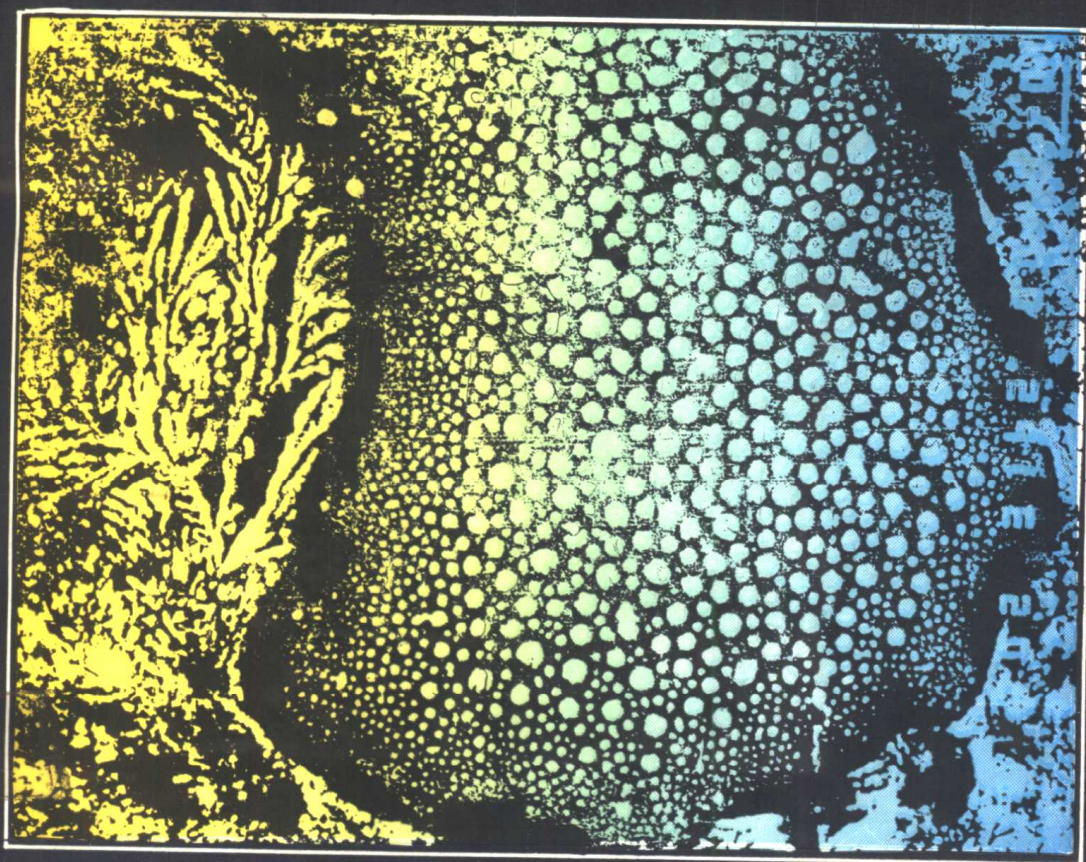


无机非金属材料类专业全国规划教材

无机材料显微结构分析

周志朝 等编著



浙江大学出版社

无机非金属材料类专业
全国规划教材

无机材料显微结构分析

周志朝 等编著

浙江大学出版社

(浙)新登字 10 号

内 容 简 介

本书是为高等院校无机非金属材料类专业大学本科生编写的教科书。全书分四部分,总论部分简单介绍显微结构的概念及其研究内容、方法、对象及地位;上篇分章讨论偏光、反光和电子显微镜及颗粒显微分析的原理、主要仪器及测试方法;下篇各章分别讨论陶瓷材料、耐火材料、玻璃材料及水泥材料中有代表性制品的显微结构特征,并附典型的显微结构照片;附录部分以表格形式列出无机材料原料和制品中常见矿物的光学性质。全书内容丰富。不仅是本专业本科生的教科书和研究生的参考书,亦是从事无机材料工业生产及科学研究的科学技术人员实用的参考书,对金属材料、冶金、非金属矿产、化学工业及其他科学工作者亦有参考价值。

无机材料显微结构分析

周志朝 等编著

责任编辑 涂 红

☆

浙江大学出版社出版

浙江大学出版社计算机中心电脑排版

杭州富阳何云印刷厂印刷

·浙江省新华书店经销

☆

787×1092 16 开 23.75 印张 608 千字

1993 年 12 月第 1 版 1993 年 12 月第 1 次印刷

印数 0001—1500

ISBN 7-308-01327-7/TU · 043

定价: 11.20 元

前 言

本书是根据“全国无机非金属材料类专业教材编审委员会”所属“材料测试编审组”1987年10月南京会议审定通过的教学大纲着手编写的。它是在浙江大学无机非金属材料及硅酸盐工程两个专业多年使用的《硅酸盐岩相学》教学讲义的基础上,经编者多次修改,增添了新内容和章节而形成初稿。在1992年10月于上海召开的审稿会上,建议将《无机材料岩相学》更名为《无机材料显微结构分析》,报经国家建材局批准后,又作了多次修改和补充,最后完成了这本书稿。

《无机材料显微结构分析》是无机非金属材料类专业大学本科必修的专业基础技术课程,亦是该专业研究生的重要参考书。本书是在学习并初步掌握本专业必要的基础知识和专业工艺知识的前提下,用光学显微镜和电子显微镜来研究无机材料的显微结构,阐明无机非金属材料(包括硅酸盐材料和非硅酸盐材料)所用的原料、工业配方、生产工艺过程及条件对制品显微结构的影响,并进一步探讨它们与无机材料制品的质量、技术性能、在使用过程中变化以及互相之间关系等方面的各种问题,充分显示了显微结构在无机材料形成和使用之间的核心地位。显微结构分析在指导无机材料的生产制造、制成品使用、新材料及新工艺的研究和开发以及材料改性的研究等方面,均是重要而有效的方法。

全书由总论、研究方法、各论及附录四部分组成。总论一章主要讨论显微结构研究的内容、方法、对象和实际意义;在上篇研究方法部分,分章讨论偏光显微镜、反光显微镜、电子显微镜及颗粒显微分析等研究方法的基本原理、主要仪器的基本构造、测定相组成及各种结构参数的具体内容和方法;下篇各论部分,以常见和典型的无机材料制品的显微结构为代表,分章讨论陶瓷材料、耐火材料、玻璃材料和水泥材料的显微结构特征及其与生产工艺及技术性能之间的关系;附录部分,以表格形式分别列出无机材料工业原料和制品及其使用后废品中常见矿物的主要光学性质、鉴定特征,并扼要介绍它们在无机材料制品中的出处及其主要特征。

本书内容广泛,涉及面宽,各校可根据本专业各自的办学特点和需要,有选择地讲授有关章节的内容,并安排必要的教学实验。本课程讲授课为40~44学时,安排10~12个教学实验,每个实验2学时,全课程总计为64~68学时(3~4

个学分)。由于在研究方法部分论述内容涉及范围较广,各论部分讨论的内容丰富,并附有大量典型的显微结构和亚显微结构照片,所以,本书亦是从事无机材料学科教学、研究和实际生产工作的科学技术人员有价值的参考书。

本书由浙江大学周志朝主编,第一章由周志朝和高振昕联合撰写,上海科技大学李中和撰写第六章,洛阳耐火材料研究院高振昕撰写第七章,同济大学冯铭芬撰写第九章,第四章和第五章分别由浙江大学翁文剑和武汉工业大学曾立波编写,浙江大学杨辉参加陶瓷显微结构的部分编写工作,附录部分由浙江大学朱永花和周志朝共同完成,其余部分均由主编撰写。全书由主编统一进行整理和修改,翁臻培教授指导对书稿进行全面的修改和订正工作。本书稿送审后,由上海科技大学翁臻培教授和武汉工业大学岳文海教授担任主审,上海建筑材料工业学院张冠英教授担任参审,本书主要编者亦参加了审稿会议。

本书在编写过程中,得到了许多单位和个人的支持和帮助,为本书的编写和出版提供了珍贵的显微照片和有价值的资料;帮助描绘了插图和书稿的电脑打印,编者在此一并向他们表示衷心地感谢。

由于学术水平、编撰时间和全书篇幅的限制,必有许多不尽人意之处,书中错误和不当之处亦在所难免,热诚欢迎广大师生、同行专家、学者及读者批评指正。

编 者

1993年9月

目 录

第一章 总 论

§ 1 显微结构的概念	1
一、显微学和岩相学的沿用	1
二、显微结构的定义	2
三、无机材料显微结构分析发展简史	2
§ 2 显微结构分析的内容及方法	4
一、物相组成的分析和鉴定	4
二、显微结构特征的研究和测定	5
三、显微结构的图像和非图像研究方法	7
§ 3 显微结构分析的对象	8
一、无机材料的化学组成分类	8
二、无机材料的生产工艺及结构分类	9
三、无机材料的产业分类	11
§ 4 显微结构分析的地位和作用	13
一、显微结构的核心地位	13
二、原料及混合料的影响	14
三、热工制度的影响	16
四、其他工艺因素的影响	17

上篇 研究方法

第二章 偏光显微镜薄片研究法

§ 1 晶体光学基础	20
一、可见光一般知识	20
二、光率体	22
三、光性方位	26
§ 2 偏光显微镜及试样制备	28
一、偏光显微镜的构造	28
二、偏光显微镜的主要光学零件	30
三、偏光显微镜的调节和校正	33
四、偏光显微镜研究试样的制备	35

§ 3 平行偏光下矿物的光学性质	36
一、单偏光条件下晶体的光学性质	36
二、正交偏光条件下晶体的光学性质	40
三、试样薄片中药物的结晶习性	48
§ 4 聚敛偏光下矿物的光学性质	52
一、聚敛偏光系统的形成及其光学特征	52
二、一轴晶矿物干涉图	53
三、二轴晶矿物干涉图	56
四、光学性质的测定	60
§ 5 油浸法测定矿物的折射率	65
一、油浸法测定矿物折射率的方法原理	65
二、成套浸油的配制	67
三、矿物折射率的测定	68
§ 6 透明矿物的系统鉴定及其他	70
一、鉴定矿物名称的光学性质	70
二、透明矿物系统鉴定的程序	72
三、矿物名称的确定	73
四、显微结构特点的研究	74

第三章 反光显微镜光片研究法

§ 1 反射光学基础	75
一、吸收性	75
二、反射力和反射率	76
三、反射非均质性	77
§ 2 反光显微镜及试样制备	78
一、反光显微镜的构造	78
二、反光显微镜的垂直照明器	79
三、反光显微镜的调节和校正	81
四、反光显微镜研究试样的制备	82
§ 3 反射光下矿物的光学性质	83
一、矿物反射率的测定	83
二、矿物的反射色和反射多色性	85
三、矿物的内反射和内反射色	86
四、矿物的偏光性质	87
§ 4 反射光下的腐蚀试验、显微硬度研究和矿物鉴定	89
一、试样光片的腐蚀试验	89
二、矿物的显微硬度	94
三、反射光下矿物的鉴定	96
§ 5 显微结构分析和结构参数测定	98
一、矿物晶体的形态学研究	98
二、矿物晶体的显微结构	99

三、矿物颗粒大小的测定	102
四、矿物百分含量的测定	103
§ 6 特殊光学显微研究法	106
一、特殊照明术	106
二、相衬显微术和干涉显微术	108
三、显微照相术	110

第四章 电子显微镜研究法

§ 1 电子光学基础	115
一、电子的波动性和电子波长	115
二、电子在电磁场中运动行为和电磁透镜	116
三、电磁透镜的像差	118
四、电磁透镜的分辨本领、场深和焦深	120
§ 2 透射电子显微镜及试样制备	121
一、成像系统	121
二、真空系统和供电系统	124
三、透射电镜试样的制备	124
四、主要性能指标	125
§ 3 透射电子显微镜的研究方法	126
一、电子显微像的形成	126
二、高分辨率像的形成	129
三、选区电子衍射分析	130
§ 4 扫描电子显微镜和试样制备	135
一、电子束与固体作用产生的信息	135
二、扫描电镜的构造原理	136
三、扫描电镜的性能指标	137
四、样品的制备	138
§ 5 扫描电子显微镜的研究方法	139
一、扫描电镜的图像分析	139
二、电子探针的物相分析	141
三、俄歇电子能谱仪的物相分析	143

第五章 颗粒的显微分析

§ 1 体视学基础	146
一、颗粒的概念	146
二、颗粒显微分析的内容	146
三、颗粒显微分析的意义	151
§ 2 颗粒显微分析的方法	152
一、自动图像分析仪的基本组成及分析过程	152
二、结构参数的测量	154

三、图像分析中形态数学基础	156
四、截面测量计算颗粒的空间大小分布	159
§ 3 粉体中颗粒的显微分析	162
一、颗粒试样的提取和分散	162
二、试样的制备	163
三、粒度统计及其要求	165
§ 4 制品中颗粒的显微分析	166
一、颗粒大小的测定	166
二、百分含量的测定	167
三、分数维分析法	168
四、制品中颗粒分析实例	170

下篇 各 论

第六章 陶瓷材料显微结构分析

§ 1 概述	174
一、陶瓷材料的品种和分类	174
二、陶瓷材料的制造工艺	175
§ 2 普通陶瓷的显微结构特征	177
一、工业原料和陶瓷种类	178
二、坯体相组成和显微结构的形成	179
三、主要性能	181
§ 3 陶瓷釉和特种普通陶瓷的显微结构	184
一、陶瓷釉层的显微结构研究	184
二、特种普通陶瓷的显微结构特征	186
§ 4 特种陶瓷显微结构的有关问题	188
一、特种陶瓷的种类和制造	188
二、电畴结构	189
三、晶界结构	192
四、增韧技术	193
§ 5 结构陶瓷的显微结构特征	195
一、氧化铝瓷	195
二、氧化铍瓷和氧化锆瓷	198
三、滑石瓷和橄榄石瓷	201
四、氮化硅瓷和碳化硅瓷	205
五、硅灰石瓷	207
§ 6 功能陶瓷的显微结构特征	208
一、金红石瓷	208
二、钛酸钡瓷和四钛酸钡瓷	209

三、生物功能陶瓷	211
四、氧化锌瓷(变阻瓷)	212
五、 β 氧化铝瓷(快离子导体)	214

第七章 耐火材料显微结构分析

§ 1 概述	216
一、耐火材料的分类	216
二、显微结构与生产工艺及制品性能之间的关系	217
§ 2 硅质耐火材料的显微结构特征	218
一、组成相的相关系	218
二、显微结构特征	219
三、使用过程中显微结构的演变	222
§ 3 铝硅质耐火材料的显微结构特征	224
一、 Al_2O_3 — SiO_2 系相平衡	224
二、以莫来石为主晶相的耐火制品	225
三、以刚玉为主晶相的耐火制品	227
四、铝土矿系耐火制品	229
五、使用过程中显微结构的演变	230
§ 4 锆铝硅质耐火材料的显微结构特征	234
一、 ZrO_2 — Al_2O_3 — SiO_2 系相平衡	234
二、熔铸 AZS 制品	236
三、烧结 AZS 制品	239
四、使用过程中显微结构的演变	241
§ 5 镁质耐火材料的显微结构特征	242
一、 MgO — R_2O_3 系相平衡	242
二、镁质耐火制品	243
三、镁铬质耐火制品	244
四、镁铝质耐火制品	247
五、使用过程中显微结构的演变	248
§ 6 含碳钙镁质耐火材料的显微结构特征	250
一、 MgO — CaO 系相平衡	251
二、白云石的烧结与熔融	251
三、含碳的钙镁质耐火制品	252
四、使用过程中显微结构的演变	253

第八章 玻璃材料显微结构分析

§ 1 概述	255
一、玻璃材料的形成及其缺陷	255
二、显微结构分析任务	256
三、玻璃结石的形态学研究	257

四、影响玻璃结石中矿物晶体形态的因素	258
§ 2 玻璃结石的成因类型	260
一、粉料结石	261
二、耐火材料结石	262
三、析晶结石	264
§ 3 玻璃结石的显微结构分析	265
一、宏观结构特征	265
二、显微结构特征	266
三、组成矿物鉴定	268
§ 4 玻璃结石的组成矿物	268
一、硅氧类矿物	268
二、铝氧类矿物	271
三、硅酸盐类矿物	272
四、铝硅酸盐类矿物	275
五、其他矿物	277
§ 5 非晶态缺陷的显微结构特征	278
一、玻璃气泡	278
二、玻璃态夹杂物	280
三、其他非晶态缺陷	282
§ 6 微晶玻璃的显微结构特征	283
一、微晶玻璃的生产制造	283
二、微晶玻璃的种类	284
三、热处理过程中显微结构的变化	286

第九章 水泥材料显微结构分析

§ 1 概述	289
一、水泥的原料	289
二、水泥的生产	290
三、水泥熟料的组成	291
四、水泥的水化和强度	292
§ 2 硅酸盐水泥熟料的组成矿物	292
一、阿利特(A 矿)	293
二、贝利特(B 矿)	294
三、中间相	296
四、游离氧化钙和方镁石	298
§ 3 硅酸盐水泥熟料的显微结构特征	299
一、原料及生料对熟料显微结构的影响	299
二、煅烧工艺对熟料显微结构的影响	307
三、熟料显微结构对强度的影响	310
§ 4 硅酸盐水泥水化产物的显微结构特征	314
一、水泥的水化、凝结和硬化	314

二、水泥的水化产物	315
§ 5 铝酸盐水泥熟料的显微结构特征	318
一、高铝水泥熟料	318
二、硫铝酸盐水泥熟料	321
三、氟铝酸盐水泥熟料	322
§ 6 水泥混合材的显微结构特征	323
一、高炉矿渣	323
二、钢渣	325
三、粉煤灰	329
附录	332
附录一 无机材料天然工业原料中常见矿物光学性质一览表	333
附录二 无机材料制品中常见矿物的光学性质一览表	343
主要参考书目	366

第一章 总 论

无机材料的化学组成和显微结构是决定材料物理化学性能及应用效果的本质因素,研究无机材料制品的显微结构特征及其演变过程以及它们与生产工艺和物理性能之间的关系,是现代材料科学研究的中心内容之一。这些研究包含材料的工艺学和显微结构分析技术两部分。众所周知,无机材料分为金属材料和非金属材料两大类。从现代材料科学角度来看,两者之间又有一定的互补性,不能严格分开。本书所讲的无机材料是指无机非金属材料,也包含少量无机基的复合材料和混合材料在内,集中讨论显微结构分析的研究方法和几类有代表性的典型的无机材料显微结构,是无机材料科学与工程类专业必修的技术基础课程。

本章将简单地介绍显微结构的概念,显微结构分析的研究内容和方法以及无机材料显微结构分析的具体对象,并初步讨论显微结构分析与无机材料生产工艺、物理性能及应用效果之间的关系。

§ 1 显微结构的概念

在无机材料科学领域内,研究金属材料生产工艺的学科,称为冶金学;研究金属材料显微结构的学科,叫做金相学。无机非金属材料的品种繁多,就其主要类别而论,研究生产工艺的学科就有陶瓷工艺学、玻璃工艺学、耐火材料工艺学、水泥工艺学、人造晶体工艺学等,可总称为无机材料工艺学。那么,研究无机非金属材料显微结构的学科又如何称谓呢?

一、显微学和岩相学的沿用

从国内外已出版的有关显微结构分析的著作来看,大体上有《显微学》和《岩相学》两类,《岩相学》有的也称之为《岩相分析》,还有称为《工艺岩石学》的。例如,1955年纽约科学出版社出版的 H. Insley 和 V. D. Frechette 所著的《Microscopy of Ceramics and Cements》,是称为“显微学”;其他则多称为“岩相学”或“岩相分析”,例如,俄文版的就有《工艺岩石岩相学》、《耐火材料岩相学》、《冶金和燃料炉渣岩相学》和《冶金过程岩相分析》等。

国内已出版几种版本有关无机材料显微结构分析的教材有:华南工学院王天颐主编、洛阳建筑材料工业专科学校蔡序珩主编和同济大学冯铭芬编著出版的三种教材,均称为《硅酸盐岩相学》;诸培南编著的《工艺岩石学基础》,翁臻培主编的《陶瓷显微术》,杨兴华主编的《耐火材料岩相分析》和任允芙主编的《钢铁冶金岩相矿相学》等。这些教材的撰写形式大都包括结晶学、晶体光学知识和部分硅酸盐制品显微结构简单介绍等三个组成部分,有的还有矿物岩石学和电子显微学的内容。

当然,也有既不称“显微学”,又不叫“岩相学”的显微结构专著。例如,美国出版的《Ceramic Microstructure》,是一本高水平的研究陶瓷材料显微结构的论文集;1964年瑞典出版的《钢中非金属夹杂物》(已译成中文)一书,是结合相图讲述显微结构的专著;德国编辑出版的《Handbuch der Mikroskopie in der Technik》,是一套8卷15分册的综合性材料学科

显微结构大全。1993 年我国由诸培南、翁臻培等 15 位教授、学者联合编撰出版的一本《无机材料显微结构图册》，是以有代表性的和典型的光学显微照片及电子显微照片为主体，较全面地分章讨论了陶瓷材料、耐火材料、玻璃材料、铸石材料、水泥熟料、工业废渣、球团矿和烧结矿以及无机复合材料等八大类无机材料的显微结构问题，是一部讨论无机材料显微结构的理论专著，亦是无机材料学科的研究、教学和生产工作者的有实用价值的参考书。

二、显微结构的定义

现代材料科学研究的中心内容之一，是研究各种材料的显微结构及其与生产工艺、制品理化性能和使用效果之间的关系。那么，材料的显微结构又是什么？如何给定显微结构的定义呢？

人们对“显微结构”一词的理解和认识很不一致，长期以来常与“构造”、“组织”、“组织结构”、“织构”、“微观结构”、“细微结构”、“结构构造”等术语相混淆，实际上这些术语均有其特定的含义，并有所区别。例如，描述构成材料的组成矿物在空间分布排列关系的，称为“构造”；“织构”则是专指组成矿物在空间作定向排列，使制品具有特殊性能的一类特殊的显微结构；用高分辨率透射电镜和 X 射线衍射等手段来研究晶体内部构造中质点排布规律的，被称为“微观结构”；而矿物晶体颗粒自身的各项结构特征，则称为矿物的“细微结构”等。可见，这些术语互相之间不能一概作为显微结构的同义语使用。

对各种无机材料内部结构的认识和观测能力，随着所用仪器设备分辨率的不同有很大差别，亦将具有不同的结构类型和名称。

肉眼或借助放大镜和实体显微镜只能分辨大于 0.1mm ，即大于 $100\mu\text{m}$ 的物体，所观测到的结构称为“宏观结构”或“大结构”。

光学显微镜(包括偏光显微镜和反光显微镜)的最大分辨率可达 $0.2\mu\text{m}$ 左右，观测到的结构称为“显微结构”。

电子显微镜分辨率可提高到 $0.01\mu\text{m}$ ，即 10nm ，观测的结构，称为“超微结构”或“亚显微结构”。

用高分辨率透射电镜则可观察到物质的分子、原子，直接研究晶格点阵，这种结构被称为“微观结构”。

据此，将材料的结构分类归纳列于表 1-1 中。这样就可给“显微结构”以如下定义：“在光学-电子显微镜下分辨出的试样中所含相的种类及各相的数量，颗粒的形状、大小、分布取向和它们相互之间的关系，称为显微结构”。这里所称显微结构包括了亚显微结构，但不含宏观结构和微观结构的内容。所以，通常所讲的显微结构，实际上包含了亚显微结构。

三、无机材料显微结构分析发展简史

无机材料显微结构的研究，可以追溯到近百年前对硅酸盐材料(包括水泥熟料、陶瓷及耐火材料)显微结构的研究。从其理论基础和测试技术来讲，显微结构分析的发展大体可划分为三个阶段：

表 1-1 材料结构分类及所用观察设备

物体尺寸	结构类型	观 测 设 备	研究对象	举 例
100 μm 以上	大 结 构 宏观结构 低倍结构	肉 眼 放 大 镜 实体显微镜	晶 粒 颗粒集团	断面结构 外观缺陷 裂纹、空洞
100~10 μm	显微结构	偏光显微镜 反光显微镜 相衬显微镜 干涉显微镜 显微光度计 显微硬度计	晶 粒 多相集团	相份定性和定量晶形、分布及 物相的光学性质
10~0.2 μm			微晶集团	物相形态、取向和结构,物相 的部分光学性质:消光、干涉 色、延性、多色性等
0.2~0.01 μm	亚显微结构	暗 场 显 微 镜 超 视 显 微 镜 干涉相衬显微镜 电 子 显 微 镜 扫描电子显微镜	微 晶 胶 团	液相分离体,沉积,凝胶结构 晶面形貌 晶体构造的位错缺陷
<0.01 μm (即<10nm)	微观结构	场 离 子 显 微 镜 高分辨电子显微镜	晶格点阵	钨晶格 高岭石点阵

1. 透射偏光的薄片研究阶段

自 1905 年 H. Lechatelier 第一个用偏光显微镜研究水泥熟料薄片中的相组成;1906 年 B. И. Соколов 用偏光显微镜观察硅砖薄片的显微结构以来,到 30 年代中期的 30 年间,许多科学家用光学显微镜所研究的水泥熟料、陶瓷、耐火材料和玻璃结石的相组成及其相互关系,沿用的完全是岩石学上用偏光显微镜研究矿物岩石薄片的晶体光学技术。可是在研究过程中,都发现用薄片法研究水泥熟料及其他硅酸盐制品中的细小颗粒、高折射率及透明度差的组成相,以及冶金炉用后蚀变耐火材料的组成相和显微结构时,对其光学性质的测定和形貌细节的观察均无法得到更确切的结果。

2. 透射光和反射光相结合的研究阶段

从 1934 年开始,B. Tavasci 和 O. Anderson 引入金相学研究技术,用反光显微镜研究水泥熟料和耐火材料的光片。此后,反射晶体光学研究技术就在硅酸盐材料的显微结构研究中逐渐普及。

50 年代,一些显微学家系统地介绍了无机非金属材料的试样光片,在反射光下进行观察及腐蚀技术。由于透射光和反射光观察研究技术的结合,并发展了试样光薄片的磨制技术,随之,高性能的、附有照明装置的、透射光和反射光相结合的矿相显微镜问世,使显微结构研究有了很大的发展。

60 年代以后,在材料显微结构研究中还引入了定量显微学(即体视学)的理论和测试技术,致使反射光显微学在显微结构分析中起到了更重要的作用:利用显微硬度计测定值鉴定组成相的物理性质;利用显微光度计测定组成相的反射率和吸收-反射光谱,做为某一相的特征光学常数和鉴定固溶体浓度梯度等的依据,这样就使无机材料显微结构分析和金相学的研究方法结合得更加紧密了。显微光度计和图像分析仪在显微结构分析中的应用,使光学显微结构分析又发展到了一个新阶段,这可认为是无机材料显微结构分析发展的第二个阶段。

3. 光学-电子显微术的综合研究阶段

60 年代末和 70 年代初,扫描电子显微镜、能谱仪及波谱微区分析仪等近代研究技术相

继问世,并开始应用于冶金学科及无机材料学科领域。科技界在短暂的四五年时间内就发表了许多篇研究报告,极大地丰富了显微结构的图像分析内容。

扫描电镜观察和反射光显微学研究的分辨本领各不相同,两者又有着密切的联系,把两种图像分析方法结合起来,进行对比分析,从中找出图像细节和化学组成的相关性,是 W. Kroenert 和 W. Zednicek 的重大贡献,首先在耐火材料领域将显微结构的研究水平推上了一个新台阶。显微结构的研究手段已从光学显微术扩展到光学-电子显微术综合研究的新阶段。

自动图像分析仪的研制成功,可对材料的显微结构参数进行定量分析;高分辨率透射电镜与电子衍射分析技术相结合,又将显微结构分析的分辨尺度扩大到亚显微结构及微观结构的区段。现在显微结构分析的理论和技术仍在不断发展。

综上所述,如果仍将无机材料显微结构分析称为岩相学或岩相分析,既不符合研究内容的要求,亦没有反映时代信息。80 年代以来,在英文和德文的刊物中已相当普通地启用了“Ceramography”和“Keramographie”一词,用以表示无机材料显微结构分析;而在美国大多采用“Ceramography”表示分析方法和图谱;德国的许多学者赋予它以双重内涵:既表示分析技术,又表示显微结构及组成相与工艺性能互相关系的学科。应该说,用“无机材料相学”一词是比较合适的。但做为了一本教材,不能忽视其继承性和实用性等问题,因此,本教材采用《无机材料显微结构分析》作为书名,兼顾了这两方面的需要。在方法篇,分章介绍对无机材料进行显微结构分析的主要研究方法及仪器,而在各论篇讨论各类无机材料显微结构分析时,均附有相应的透射光和反射光显微照片,还有一定量电子显微照片,使教材内容和图像表现更为丰富和充实。

§ 2 显微结构分析的内容及方法

无机材料显微结构分析,包括制品的相组成鉴定和显微结构参数分析两部分内容。主要是用各类显微镜的图像研究方法来完成的。

一、物相组成的分析和鉴定

无机材料制品的组成相根据存在状态的不同分为:结晶相、玻璃相及气相三类,不同的组成相又各自有不同的研究内容和方法。对不同组成物相的分析和鉴定,是无机材料显微结构分析的基础和前提。

1. 结晶相的鉴定

除玻璃及其制品外,在所有无机材料制品的组成相中都存在结晶相,而且是制品的主要组成相。结晶相的组成,尤其是主晶相又往往决定着制品的物理化学性能,当然,其他结晶相的存在和分布也是不可忽视的,有时它们对制品性能亦有显著的甚至决定性的影响。即使在玻璃及其制品的非晶质玻璃体内,亦常出现由结晶相构成的玻璃缺陷,直接影响玻璃材料的性能和质量。因此,结晶相的识别和认定是显微结构分析的基础。

鉴定结晶相的方法,有偏光显微镜薄片法和油浸法、反光显微镜光片法、X 射线衍射分析法、红外光谱分析法和探针微区分析法等。在进行显微结构分析时,主要是根据光学显微镜图像特征及其主要光学性质对矿物进行鉴定的,其他分析方法通常只作为辅助的鉴定手

段被采用;但对细小及分散矿物,这些近代分析方法,尤其是X射线衍射分析法和探针微区分析法则常常是鉴定结晶相的主要方法。

2. 固态非晶质相的研究

在无机材料制品内的固态非晶质相,有非晶态团粒和玻璃相两类。两者的形成过程及其结构特点是不同的。

(1)非晶态团粒 由某种原料在高温条件下发生分解而形成无定形物质构成的团粒,称为非晶态团粒。例如,在有粘土原料的烧结型制品中,粘土矿物在高温下脱水和分解,最后形成以无定形二氧化硅为主的粘土团粒等。在电子显微镜下研究非晶态团粒时,常发现在非晶态团粒中存在着隐晶质结晶相和玻璃相。因此,不能将非晶态团粒只作为玻璃相来对待。用光学显微镜是无法对非晶态团粒内部构造进行研究的,只能研究其外部形态、大小、分布、含量以及与其他相之间的关系等。对非晶态团粒的最有效研究手段是采用电子显微镜的亚显微结构分析法。

(2)玻璃相 由高温熔体冷凝而成的固态非晶质相,称为玻璃相。玻璃相在制品中起着粘结及填充气孔和空隙的作用。在偏光显微镜下,玻璃相多呈无色透明的无定形状分布于其他相之间;玻璃相也可在反光显微镜下进行研究。显微结构分析时主要是测定和分析玻璃相的含量、分布、析晶情况及与其他相之间的关系,必要时需分析玻璃相的化学成分和对析晶矿物种类进行鉴定。

3. 气相的研究

除少数制品不允许气相存在外,在绝大多数制品中均或多或少地含有气相,无机材料制品中的气相是以气泡或气孔形式存在的。气相的存在与否以及气孔的形状、大小、含量、分布和气孔间连通情况等,对制品的性能、质量及使用均有显著影响,有时起着决定性作用。例如,气孔的存在将增大制品的介电损耗,降低抗电击穿强度、机械强度、透明度等性能;而含大量气孔甚至以气孔为主相的制品,又具有质轻、隔热、隔音、保温等特性。因此,对制品气孔的研究是显微结构分析中不可忽略的工作,必要时还要测定气孔中包裹气体的化学成分,便于分析其成因,以便在制造工艺上采取增减气孔的有效措施。

二、显微结构特征的研究和测定

无机材料显微结构特征的研究归纳起来有:组成相的形态学、体视学、排列组合关系及其互相结合情况等四方面内容。它们不仅是分析制品生产工艺的有力凭证,也可为研究制品技术性能和使用特性及其效果提供可靠的理论依据。

1. 形态学研究

研究制品中组成相的几何形状及其变化,进一步探究它们与生产工艺及制品性能间关系的科学,称为形态学。形态学研究的内容和实际意义对不同物相是存在差异的。

(1)结晶相的形态学 形态学对结晶相的研究内容,包括矿物晶体的形状特点、自形程度、集合体形态和细微结构等四方面。

每种矿物晶体均有其一定的格子构造,只要环境条件允许,均会按一定规律生长发育成具有一定形状的结晶多面体。但是由于各种环境条件的影响,将导致矿物晶体的实际形态千差万别。例如,在许多制品中,高熔点矿物常保留着原料中矿物的形态特点,或在高温条件下因多晶转变、再结晶或重结晶、固相或固液相反应等作用而稍有变化。又如,在高温熔体中,