

应用型本科 材料类专业“十三五”规划教材

材料研究方法

主 编 唐正霞
副主编 林 青 秦润华

- 内容新颖：新知识、新技术、新工艺
- 特色鲜明：突出“应用、实践、创新”
- 定位准确：面向工程技术型人才培养
- 质量上乘：应用型本科专家全力打造



西安电子科技大学出版社
<http://www.xduph.com>

应用型本科 材料类专业“十三五”规划教材

材料研究方法

主 编 唐正霞
副主编 林 青 秦润华

西安电子科技大学出版社

内 容 简 介

本书主要介绍了材料研究常用的分析测试方法。全书共分七章,包括光学显微分析、X射线衍射分析法、电子显微分析方法、热分析技术、光谱分析法、核磁共振波谱分析法、质谱分析法等。本书可作为材料类专业的本科生教材,也可作为相关专业技术人员的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

材料研究方法/唐正霞主编. —西安:西安电子科技大学出版社,2018.1

ISBN 978-7-5606-4734-0

I. ①材… II. ①唐… III. ①材料科学—研究方法 IV. ①TB3-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 269118 号

策 划 高 樱

责任编辑 黄 菡 阎 彬

出版发行 西安电子科技大学出版社(西安市太白南路2号)

电 话 (029)88242885 88201467 邮 编 710071

网 址 www.xduph.com 电子邮箱 xdupfb001@163.com

经 销 新华书店

印刷单位 陕西华沐印刷科技有限责任公司

版 次 2018年1月第1版 2018年1月第1次印刷

开 本 787毫米×1092毫米 1/16 印张 16.5

字 数 385千字

印 数 1~1000册

定 价 35.00元

ISBN 978-7-5606-4734-0/TB

XDUP 5026001-1

* * * 如有印装问题可调换 * * *

本社图书封面为激光防伪覆膜,谨防盗版。

西安电子科技大学出版社
应用型本科材料类专业“十三五”规划教材
编审专家委员名单

主任：吴其胜(盐城工学院 材料工程学院 院长/教授)

副主任：杨 莉(常熟理工学院 机械工程学院 副院长/教授)

朱协彬(安徽工程大学 机械与汽车工程学院 副院长/教授)

成 员：(按姓氏拼音排列)

陈 南(三江学院 机械学院 院长/教授)

丁红燕(淮阴工学院 机械工程学院 院长/教授)

胡爱萍(常州大学 机械工程学院 副院长/教授)

刘春节(常州工学院 机电工程学院 副院长/副教授)

卢雅琳(江苏理工学院 材料工程学院 院长/教授)

王荣林(南理工泰州科技学院 机械工程学院 副院长/副教授)

王树臣(徐州工程学院 机电工程学院 副院长/教授)

王章忠(南京工程学院 材料工程学院 院长/教授)

吴懋亮(上海电力学院 能源与机械工程学院 副院长/副教授)

吴 雁(上海应用技术学院 机械工程学院 副院长/副教授)

徐启圣(合肥学院 机械系 副主任/副教授)

叶原丰(金陵科技学院 材料工程学院 副院长/副教授)

张可敏(上海工程技术大学 材料工程学院 副院长/教授)

张晓东(皖西学院 机电学院 院长/教授)

前 言

材料研究方法从广义来讲,包括材料研究技术路线的制定、实验方法的选择、表征方法等,三者相辅相成,缺一不可。正确的技术路线和可行的实验方法是材料研究成功的关键,而研究成果必须选择先进的测试方法来表征。但是这三方面内容过于庞杂,所以一般将其分成两部分,技术路线的制定和各种实验方法在其他教材中论述,而各种测试方法则单独编写为一本教材,这就是狭义的材料研究方法。

每一种研究方法对应一种测试与分析方法,因此有的教材取名为材料测试与分析技术。每一种测试方法均需要特定的仪器,材料研究方法讨论的主要内容与分析化学领域的仪器分析比较接近,但是后者的研究方法中仪器的结构原理占有较大篇幅,对于材料研究来说显得过于冗杂。材料的测试方法繁多且随着科学技术的发展,新的测试方法层出不穷,因此不同的材料研究方法教材往往分别侧重于几种测试方法,具体每一种方法的详略安排差别也较大,深浅不一。

本书为应用型本科材料类专业系列教材之一,旨在体现“应用、实践、创新”的教学宗旨。本书在体现科学性、理论够用的前提下,增加了实践性、操作性的内容,以丰富的工程案例,加强对实践能力培养。本书内容涉及光学显微分析、X射线衍射分析、电子显微分析、热分析、紫外光谱分析、红外光谱分析、拉曼光谱分析、荧光光谱分析、核磁共振分析、质谱分析等常用分析测试方法,适应专业范围广。本书还较详细地介绍了现有教材涉及较少的小角X射线散射分析、热机械分析、红外及紫外可见反射光谱分析、固体核磁共振分析、超分辨荧光显微分析等。每一种方法均侧重于分析测试的基本原理、样品制备及数据分析处理应用实例。除了显微镜等小型仪器外,本书对大型测试仪器的原理和结构只作一般性介绍。

本书由金陵科技学院材料工程学院唐正霞、林青、秦润华、王威和李俊琳等老师编写。

本书在编写过程中参考了国内外有关教材、科技著作和学术论文,在此对相关作者表示感谢。

由于编者水平有限,书中难免存在疏漏和不妥之处,欢迎同行和读者指正。

编 者
2017.10

目 录

第 1 章 光学显微分析	1
1.1 晶体光学基础	2
1.1.1 光的物理性质	2
1.1.2 自然光和偏振光	3
1.1.3 光与固体的作用	4
1.1.4 光在晶体中的传播	5
1.2 光学显微分析方法	7
1.2.1 偏光显微镜	7
1.2.2 反光显微镜	8
1.2.3 光学显微镜的分辨率极限	10
1.2.4 光学显微分析技术的新进展	11
1.3 光学显微分析在材料研究中的应用	12
1.3.1 光学显微分析样品的制备	12
1.3.2 透射光显微分析在材料研究中的 应用	14
1.3.3 反光显微镜在材料科学中的应用	17
习题	19
第 2 章 X 射线衍射分析法	21
2.1 X 射线及 X 射线谱	21
2.1.1 X 射线的产生	21
2.1.2 X 射线谱	21
2.2 X 射线衍射原理	24
2.2.1 劳厄方程	24
2.2.2 布拉格方程	25
2.3 X 射线粉末衍射物相定性分析	26
2.3.1 X 射线衍射物相定性分析的判据	26
2.3.2 X 射线粉末衍射法	27
2.3.3 PDF 卡片	28
2.3.4 X 射线衍射物相定性分析过程	29
2.3.5 X 射线衍射物相定性分析实例	31
2.3.6 微观应力及晶粒大小的测定	34
2.4 小角 X 射线散射	35
2.4.1 小角 X 射线散射概述	35
2.4.2 散射的基本性质	36
2.4.3 旋转半径与 Guinier 公式	38
2.4.4 分子量与 Zimm 图	40
2.4.5 相关函数的求法及应用	41

2.4.6	表面积与 Porod 定律	45
2.4.7	界面厚度参数与 Porod 修正式	47
2.4.8	粒子的形状与距离分布函数	49
2.4.9	长周期	53
2.4.10	试样的制备	55
2.4.11	小角 X 射线散射与其他方法的 比较	56
2.4.12	小角 X 射线在生物大分子研究中的 应用	56
	习题	66
第 3 章	电子显微分析方法	67
3.1	扫描电子显微镜	67
3.1.1	扫描电子显微镜的工作原理	67
3.1.2	扫描电镜	71
3.1.3	扫描电镜的性能指标	73
3.1.4	扫描电镜衬度及显微图像	74
3.1.5	扫描电镜的应用	78
3.2	透射电子显微镜	81
3.2.1	透射电镜的工作原理	82
3.2.2	透射电镜的结构	82
3.2.3	透射电镜的电子衍射	87
3.2.4	透射电镜的图像衬度概念与分类	90
3.2.5	透射电镜的主要性能指标	93
3.2.6	透射电镜样品的制备及应用	94
3.3	能谱仪	98
3.3.1	能谱仪结构及工作原理	98
3.3.2	半导体探测器(探头)	98
3.3.3	多道脉冲高度分析器(MCA)	99
3.3.4	能谱仪的应用	99
	习题	101
第 4 章	热分析技术	102
4.1	差热分析	102
4.1.1	差热分析法原理	103
4.1.2	差热分析方法的应用	105
4.2	差示扫描量热法	106
4.2.1	差示扫描量热法原理及测试过程	106
4.2.2	差示扫描量热法的应用	110
4.3	热重分析	112
4.3.1	热重分析法原理及测试过程	112
4.3.2	热重分析法的应用	113
4.4	热机械分析	114
4.4.1	热机械分析法的测试过程及特点	114
4.4.2	热机械分析法的应用	116

习题	123
第 5 章 光谱分析法	124
5.1 光谱分析法的基本原理和分类	124
5.1.1 光谱分析法基本原理	124
5.1.2 光谱分析法分类	131
5.1.3 光谱分析仪器	132
5.2 原子吸收光谱分析	132
5.2.1 原子吸收光谱的基本原理	132
5.2.2 原子吸收光谱分析	136
5.2.3 原子吸收光谱的应用	138
5.3 紫外-可见光谱分析	141
5.3.1 紫外-可见吸收光谱的基本原理	141
5.3.2 紫外-可见吸收光谱分析方法	149
5.3.3 紫外-可见吸收光谱的应用	154
5.3.4 紫外-可见漫反射光谱及其应用	158
5.4 红外吸收光谱分析	162
5.4.1 红外吸收光谱的基本原理	162
5.4.2 试样的处理与制备	171
5.4.3 红外吸收光谱谱图解析方法	172
5.4.4 红外吸收光谱的应用	174
5.4.5 红外反射光谱及其应用	177
5.5 激光拉曼光谱分析	179
5.5.1 激光拉曼光谱产生的基本原理	180
5.5.2 激光拉曼光谱分析方法	183
5.5.3 拉曼光谱法的应用	183
5.6 荧光光谱分析	185
5.6.1 荧光光谱的基本原理	185
5.6.2 荧光光谱分析方法	192
5.6.3 荧光光谱法的应用	192
习题	194
第 6 章 核磁共振波谱分析法	196
6.1 核磁共振的基本原理	196
6.1.1 原子核的自旋	196
6.1.2 磁性核在外磁场(B_0)中的行为	197
6.1.3 核磁共振现象	199
6.2 质子的化学位移	201
6.2.1 化学位移的产生	201
6.2.2 化学位移的表示方法	202
6.2.3 化学位移的测定	203
6.2.4 影响化学位移的因素	204
6.2.5 常见基团中 ^1H 的化学位移	206
6.3 自旋-自旋耦合	207
6.3.1 自旋耦合的简单原理	207

6.3.2 自旋耦合作用的一般规则	208
6.4 核磁共振的信号强度	210
6.5 一级核磁共振氢谱	211
6.5.1 已知化合物 ^1H NMR 谱图的指认	212
6.5.2 氢核磁共振谱图解析	212
6.5.3 氢核磁共振谱图解析时的注意事项	213
6.6 核磁共振碳谱简介	214
6.7 固体高分辨核磁共振波谱简介	216
6.7.1 概述	216
6.7.2 应用	218
习题	221
第7章 质谱分析法	223
7.1 质谱分析的基本原理	223
7.2 质谱法的分类	224
7.2.1 分子质谱法与原子质谱法比较	225
7.2.2 分子质谱表示法	225
7.3 质谱中的离子	226
7.3.1 质谱术语	226
7.3.2 质谱中的离子类型	227
7.3.3 分子离子	227
7.3.4 碎片离子	228
7.3.5 同位素离子	230
7.4 质谱分析法	231
7.4.1 化合物的定性分析	231
7.4.2 质谱定量分析	237
习题	238
附录 1 常见官能团的红外特征频率数据	240
附录 2 环烷烃化合物拉曼特征基团频率	243
附录 3 各种取代苯拉曼特征基团频率	244
附录 4 含氮化合物拉曼特征基团频率	245
附录 5 含硫化合物拉曼特征基团频率	246
附录 6 常见无机官能团的拉曼位移数据表	247
附录 7 EI-MS 质谱中的一些特征碎片离子	248
参考文献	252

第 1 章 光学显微分析

光学显微分析技术是人类打开微观物质世界之门的第一把钥匙。经过五百多年的发展历程,人类利用光学显微镜步入微观世界,绚丽多彩的微观物质形貌逐渐展现在人们的面前。

15世纪中叶,斯泰卢蒂(Francesco Stelluti)利用放大镜,即所谓单式显微镜研究蜜蜂,开始将人类的视角由宏观引向微观世界的广阔领域。约在1590年,荷兰的詹森父子(Hans and Zacharias Janssen)创造出最早的复式显微镜。

17世纪中叶,物理学家胡克(R. Hooke)设计了第一台性能较好的显微镜,此后惠更斯(Christiaan Huygens)又制成了光学性能优良的惠更斯目镜,成为现代光学显微镜中多种目镜的原型,为光学显微镜的发展做出了杰出的贡献。

19世纪德国的阿贝(Ernst Abbe)阐明了光学显微镜的成像原理,并由此制造出油浸系物镜,使光学显微镜的分辨本领达到了 $0.2\ \mu\text{m}$ 的理论极限,制成了真正意义的现代光学显微镜。

目前,光学显微镜已由传统的生物显微镜演变成诸多种类的专用显微镜,按照其成像原理可分为:

(1) 几何光学显微镜:包括生物显微镜、落射光显微镜、倒置显微镜、金相显微镜、暗视野显微镜等。

(2) 物理光学显微镜:包括相差显微镜、偏光显微镜、干涉显微镜、相差偏振光显微镜、相差干涉显微镜、相差荧光显微镜等。

(3) 信息转换显微镜:包括荧光显微镜、显微分光光度计、图像分析显微镜、声学显微镜、照相显微镜、电视显微镜等。

随着显微光学理论和技术的不断发展,又出现了突破传统光学显微镜分辨率极限的近场光学显微镜,将光学显微分析的视角伸向纳米世界。

在材料科学领域中,大量的材料或生产材料所用的原料都是由各种各样的晶体组成的。不同材料的晶相组成直接影响到它们的结构和性质;而生产材料所用原料的晶相组成及其显微结构也直接影响着生产工艺过程及产品性能。因此对于各种材料及其原料的性能、质量的评价,除了考虑其化学组成外,还必须考虑它的晶相组成及显微结构。所谓显微结构,就是指构成材料的晶相形貌、大小、分布以及它们之间的相互关系。利用光学显微分析技术进行物相分析就是研究材料及其原料的物相组成及显微结构,并以此来研究形成这些物相结构的工艺条件和产品性能间的关系。

本章主要介绍晶体光学基础、光学显微镜、光学显微分析方法和光学显微分析技术的研究进展。

1.1 晶体光学基础

1.1.1 光的物理性质

光是键合电子在原子核外电子能级之间激发跃迁产生的自发能量变化,导致发射或吸收辐射能的一种形态。在麦克斯韦电磁理论中,光是叠加的振荡电磁场承载着能量以连续波的形式通过空间。按照量子理论,光能量是由一束具有极小能量的微粒(即“光子”)不连续地输送着。这两种理论表明光具有微粒与波动的双重性,即波粒二象性。由于光学显微分析所观察到的是光与物质的相互作用效应,在特性上像波,故利用光的波动学说解决晶体光学问题。

电磁波在空间的传播过程中,电磁场振动垂直于其传播方向,因此光是横波,即光波振动与传播方向垂直。电磁波的特性参数主要包括波长(λ)、频率(ν)、波速(c)、波数(σ)、光子能量(E)。波长指沿着波的传播方向,两个相邻的同相位质点间的距离,通常指相邻两个波峰或波谷的距离,单位是米(m)、厘米(cm)、纳米(nm)等。频率指单位时间内电磁波振动的次数,单位是赫兹(Hz)、千赫兹(kHz)、兆赫兹(MHz)。波速指单位时间内电磁波传播的距离,单位是千米/秒(km/s)、米/秒(m/s)、厘米/秒(cm/s)。电磁波在真空中的传播速度 c 为 2.99×10^8 m/s。波数指光的传播方向上单位长度内包含的完整波长的数目。光子能量是电磁波的最小能量单位光子所具有的能量,单位是 eV。

根据以上定义,波长(λ)、频率(ν)、波速(c)、波数(σ)、光子能量(E)的关系如下

$$\lambda = \frac{c}{\nu} \quad (1.1)$$

$$\sigma = \frac{1}{\lambda} \quad (1.2)$$

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda} = \frac{1240}{\lambda} \quad (1.3)$$

式(1.3)中, h 为普朗克常量,当光子能量 E 以 eV 为单位,波长 λ 以 nm 为单位时, hc 等于 1240 eV · nm。

电磁波的范围极为宽广,包括无线电波、红外线、可见光、紫外线、X射线和 γ 射线等。它们的本质完全相同,只是波长(或频率)不同且特性也不同。按照它们的波长大小依次排列便构成一个电磁波谱,如图 1.1 所示。从电磁波谱中可以看出,可见光只是整个电磁波谱中波长范围很窄的一段,其波长约为 $3900 \sim 7700 \text{ \AA}$ ($1 \text{ \AA} = 10^{-10} \text{ m}$)。这一小波段电磁波能引起视觉,故称为可见波段。不同波长的可见光波作用在人的视网膜上产生的视觉不一样,因而呈现各种不同的色彩。当波长由大变小时,相应的颜色由红经橙、黄、绿、蓝、青连续过渡到紫。通常所见的“白光”实质上就是各种颜色的光按一定比例混合成的复色光。

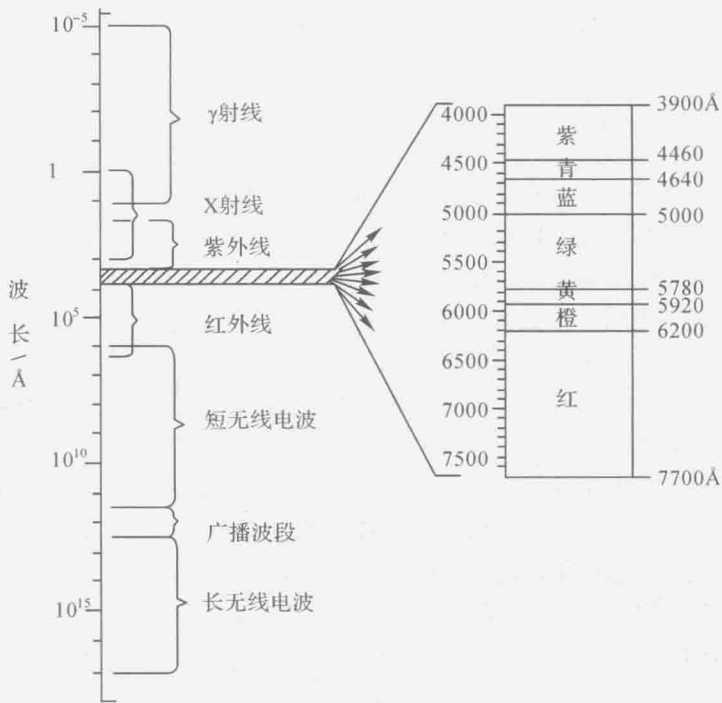


图 1.1 电磁波谱

1.1.2 自然光和偏振光

根据光波的振动特点，光又可以分为自然光和偏振光两种。所谓自然光，就是从普通光源发出的光波，如太阳光、灯光等。光是由光源中的大量分子或原子辐射的电磁波的混合波，光源中的每一个分子或原子在某一瞬间的运动状态各不相同，因此发出的光波振动方向也不相同。因此自然光的振动具有两个方面的性质：一方面它和光波的传播方向垂直，另一方面它又迅速地变换着自己的振动方向，也就是说自然光在垂直于光的传播方向的平面内的任意方向上振动，如图 1.2(a) 所示。由于发光单元的数量极大，因此自然光在各个方向上振动的概率相同，在各个方向上的振幅也相等。偏振光是自然光经过某些物质的反射、折射、吸收或其他方法，使它只保留某一固定方向的光振动，如图 1.2(b) 所示。偏

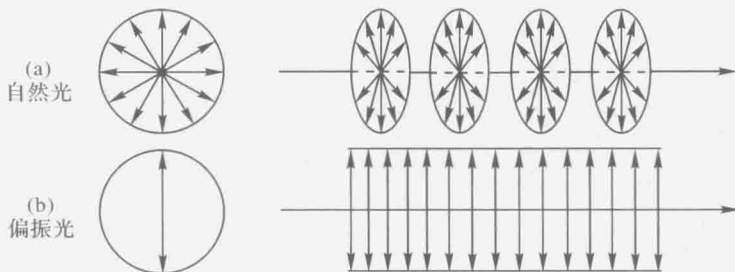


图 1.2 自然光和偏振光振动示意图

振光的光振动方向与传播方向组成的平面称为振动面。由此也将偏振光称为平面偏光，简称偏光。

1.1.3 光与固体的作用

一束光入射到固体物质的表面，会产生光的折射、反射和吸收等现象，其折射、反射和吸收性能与光的性能和入射方向及固体物质性质有关。

无论光是自然光还是偏振光，当它从一种介质传到另一种介质时，在两介质的分界面上将产生反射和折射现象。反射光将按照反射定律反射到原介质中，而折射光将从一种介质传播到另一种介质中。一束光线照射到物质的表面，一部分光线被反射，另一部分光线透过(透明材料)，还有一部分光线被物质所吸收。光的吸收主要是光的波动能转换为热能等其他形式能量的结果。

在精抛光平整表面上可获得单向反射(表面不平整度小于光波长)，而在粗糙表面上则呈现漫反射。反射光的强度和波长取决于表面的本性和反射介质的光学性质。如果物质表面对白光中七种色光等量反射，则物质没有反射色，只是根据反射率的大小而呈现为白色或程度不等的灰色(反射率大的物质呈白色，反射率小的呈灰色)。如果物质对七种色光选择性反射，使某些色光反射多一些，则物质会呈现反射色。所以反射色专指物质表面选择性反射色光而产生的颜色，又称表色，是物质表面选择性反射作用的结果，即物质对不同波长的色光的反射力是不同的。许多金属材料有很显著的特征反射色，如黄铁矿为黄色反射色，赤铁矿为无色或蓝灰色反射色。因此，反射色是鉴定不透明物质的重要特征。

有些晶体材料在不同方向上具有不同的折射率，在材料表面的反射力也不相同，从而呈现双反射现象。用一束偏振光以不同方位照射这些晶体材料，会产生明显的反射多色性。一束白光射到矿物表面后，除了一部分光线被反射外，另一部分光线被折射透入矿物内部，当遇到矿物内部的解理、裂隙、空洞及包裹体等不同介质的分界面时，光线会被反射出来，这叫做矿物的内反射作用。由于内反射作用所产生的颜色称为内反射色，又称为矿物的体色。

物质的颜色、反射色和内反射色三者有着不同的概念，应将它们区别开来。物质的颜色是指肉眼下所见到的颜色，它是物质对白光中七色波选择性吸收的结果。反射色是指物质的光滑表面或磨光面上，因选择性反射作用所造成的颜色，为表色。内反射色是物质内部反射作用(包括光的干涉作用)所形成的颜色。由于三种颜色的成因不同，在不同的物质上呈现不同的特征。在同一个矿物上，其肉眼观察的颜色(手标本上的颜色)与光片上的颜色以及薄片中的颜色不一定相同，它们之间有如下关系：

(1) 反射率 $R > 40\%$ 的矿物，由于对入射光的吸收太强烈，一般条件下没有内反射作用，即见不到内反射色，这些矿物(所谓不透明矿物)的颜色与反射色是一致的，它们的颜色主要决定于表色。

(2) 反射率在 $40\% \sim 30\%$ 之间的矿物少数具有内反射，矿物的颜色多数仍决定于表色。

(3) 反射率在 $30\% \sim 20\%$ 之间的矿物，具有一定的透明度，它们可以反射出一部分光，

又可以透出一部分光，而且普遍具有内反射，它们的内反射色与颜色一致，与反射色互为补色。

(4) 反射率 $R < 20\%$ 的矿物，绝大多数为透明矿物，因此都有内反射，内反射色为无色、灰白色或由于白光的分解和干涉作用产生的彩色，与矿物的颜色一致。

1.1.4 光在晶体中的传播

晶体是具有格子构造的固体，拥有独特的对称性和各向异性。光在不同晶体中传播也表现出不同的特点。自然光和偏振光在晶体中的传播也不尽相同。根据光在晶体中不同的传播特点，可以把透明物质分为光性均质体和光性非均质体两大类。

1. 光性均质体

光波在各向同性介质中传播时，其传播速度不因振动方向不同而发生改变，也就是说，介质的折射率不因光波在介质中的振动方向不同而发生改变，其折射率值只有一个，此类介质属光性均质体(简称均质体)。光波射入到均质体中发生单折射现象，不改变光波的振动特点和振动方向(图 1.3)，也就是说，自然光射入均质体后仍为自然光，偏光射入均质体后仍为偏光，且振动方向不改变。

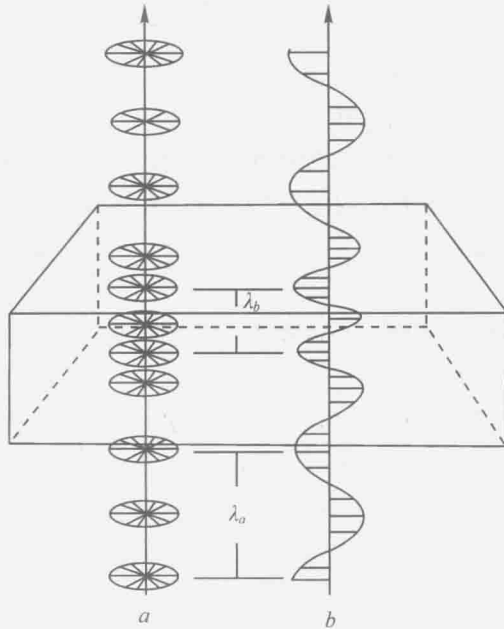


图 1.3 光波垂直均质体薄片入射示意图

等轴晶系矿物的对称性极高，在各个方向上表现出相同的光学性质，它们和各向同性的非晶质物质一样，属于光性均质体，例如石榴石、萤石、玻璃、树胶等都是均质体。

2. 光性非均质体

光波在各向异性介质中传播时，其传播速度随振动方向不同而发生变化。因而折射率

值也因振动方向不同而改变,即介质的折射率值不止一个,此类介质属光性非均质体(简称非均质体)。光波射入非均质体时,除特殊方向以外,都要发生双折射现象,分解形成振动方向互相垂直、传播速度不同、折射率不等的两种偏光 P_o 、 P_e (图 1.4)。两种偏光折射率值之差称为双折射率。当入射光为自然光时,非均质体能够改变入射光波振动的特点,当入射光波为偏光时,也可以改变入射光波的振动方向。

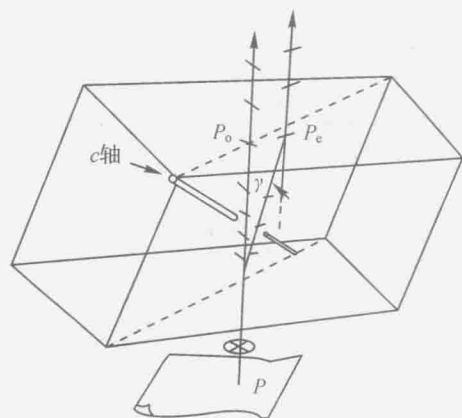


图 1.4 冰洲石的双折射现象示意图

中级晶族和低级晶族矿物的光学性质随方向而异,属于光性非均质体,如长石、石英、橄榄石等。绝大多数矿物属于非均质体。

当光波沿非均质体的某些特殊方向传播时(如沿中级晶族晶体的 c 轴方向传播),则不会发生双折射现象,不改变入射光波的振动特点和振动方向。这种不发生双折射的特殊方向称为光轴。中级晶族晶体只有一个光轴方向,称为一轴晶。低级晶族晶体有两个光轴方向,称为二轴晶。

为了反映光波在晶体中传播时偏光振动方向与相应折射率值之间的关系,有必要使用在物理学中所建立的光率体概念。

光率体是表示光波在晶体中传播时,光波振动方向与相应折射率值之间关系的一种光性指示体。其做法是设想自晶体中心起,沿光波的各个振动方向,按比例截取相应的折射率值,再把各个线段的端点联系起来,便构成了光率体。

实际上光率体是利用晶体不同大小上的切片,在折光仪上测出各个光波振动方向上的相应折射率值所做的立体图。

光率体是从晶体的光学现象中抽象得出的立体几何图形,它反映了晶体光学性质中最本质的特点。它形状简单,应用方便,成为解释一切晶体光学现象的基础。用偏光显微镜鉴定晶体矿物也都以光率体在每种矿物中的方位为依据。由于各类晶体的光学性质不同,所构成的光率体形状也各不相同。

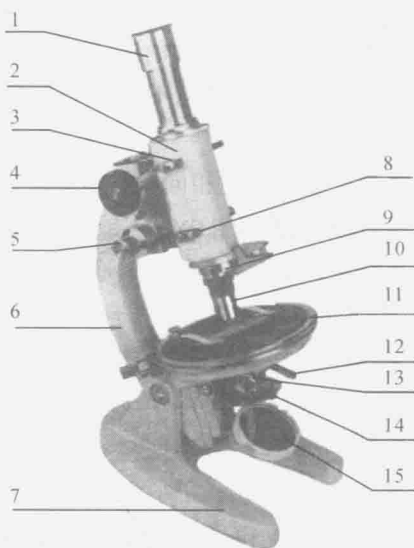
1.2 光学显微分析方法

光学显微分析利用可见光观察物体的表面形貌和内部结构, 鉴定晶体的光学性质。透明晶体的观察可利用透射显微镜, 如偏光显微镜。而对于不透明物体只能使用反射式显微镜, 即金相显微镜。利用偏光显微镜和金相显微镜进行晶体光学鉴定, 是研究材料的重要方法之一。

1.2.1 偏光显微镜

偏光显微镜是目前研究材料晶相显微结构最有效的工具之一。随着科学技术的发展, 偏光显微镜技术在不断地改进, 镜下的鉴定工作逐步由定性分析发展到定量鉴定, 为显微镜在各个科学领域中的应用开辟了广阔的前景。

偏光显微镜的类型较多, 但它们的构造基本相似。下面以 XPT-7 型偏光显微镜(图 1.5)为例介绍其基本构成。



1—目镜; 2—镜筒; 3—勃氏镜; 4—粗动手轮; 5—微调手轮;
6—镜臂; 7—镜座; 8—上偏光镜; 9—试板孔; 10—物镜;
11—载物台; 12—聚光镜; 13—锁光圈; 14—下偏光镜; 15—反光镜

图 1.5 XPT-7 型偏光显微镜示意图

镜臂(6): 呈弓形, 其下端与镜座相连, 上部装有镜筒。

反光镜(15): 一个拥有平、凹两面的小圆镜, 用于把光反射到显微镜的光学系统中。当进行低倍研究时, 需要的光量不大, 可用平面镜; 当进行高倍研究时, 使用凹镜使光少许聚敛, 可以增加视域的亮度。

下偏光镜(14): 位于反光镜之上。从反光镜反射的自然光通过下偏光镜后, 即成为振动方向固定的偏光, 通常用 PP 代表下偏光镜的振动方向。下偏光镜可以转动, 以便调节其振动方向。

✱ 材料研究方法

锁光圈(13): 在下偏光镜之上可以自由开合, 用以控制进入视域的光量。

聚光镜(12): 在锁光圈之上, 是一个小凸透镜, 可以把下偏光镜透出的偏光聚敛成锥形偏光。聚光镜可以自由按上或放下。

载物台(11): 一个可以转动的圆形平台, 边缘有刻度($0^{\circ}\sim 360^{\circ}$), 附有游标尺, 读出的角度可精确至 0.1° , 同时配有固定螺丝, 用以固定物台。物台中央有圆孔, 是光线的通道, 物台上有一对弹簧夹, 用以夹持光片。

镜筒(2): 为长圆筒形, 安装在镜臂上。转动镜臂上的粗动螺丝或微动螺丝可调节焦距。镜筒上端装有目镜, 下端装有物镜, 中间有试板孔、上偏光镜和勃氏镜。

物镜(10): 由 1~5 组复式透镜组成, 其下端的透镜称前透镜, 上端的透镜称后透镜。前透镜越小, 镜头越长, 其放大倍数越大。每台显微镜附有 3~7 个不同放大倍数的物镜。每个物镜上刻有放大倍数、数值孔径(N.A)、机械筒长、盖玻璃厚度等。数值孔径表征了物镜的聚光能力, 放大倍数越高的物镜其数值孔径越大, 而对于同一放大倍数的物镜, 数值孔径越大则分辨率越高。

目镜(1): 由两片平凸透镜组成, 目镜中可放置十字丝、目镜方格网或分度尺等。显微镜的总放大倍数为目镜放大倍数与物镜放大倍数的乘积。由于目镜只放大物镜在目镜中间焦面上所成的像, 不与物体直接成像, 因此目镜不能提高分辨率, 显微镜的分辨率由物镜决定而与目镜无关。

上偏光镜(8): 其构造及作用与下偏光镜相同, 但其振动方向(以 AA 表示)与下偏光镜振动方向(以 PP 表示)垂直。上偏光镜可以自由推入或拉出。

勃氏镜(3): 位于目镜与上偏光镜之间, 是一个小的凸透镜, 根据需要可推入或拉出。

此外, 除了以上一些主要部件外, 偏光显微镜还有一些其他附件, 如用于定量分析的物台微尺、机械台和电动求积仪, 用于晶体光性鉴定的石膏试板、云母试板、石英楔补色器等。

利用偏光显微镜的上述部件可以组合成单偏光、正交偏光、锥光等光学分析系统, 用来鉴定晶体的光学性质。

1.2.2 反光显微镜

反光显微镜是金相显微镜与矿物显微镜的总称。利用金相显微镜可以对光片表面相的形貌、尺寸、颜色、分布进行观察。对于那些不透明晶体(指光片厚度在 0.03 mm 时不透明)来说, 金相显微镜有效地填补了偏光显微镜在这方面的局限性。同时, 金相显微分析的光片制片简单, 光片受浸蚀后晶体轮廓清晰, 便于镜下定量测定, 适宜于生产控制。金相显微镜的构造简单, 操作方便, 容易掌控。随着对反射光下晶体光学性质研究的深入, 反射光下研究晶体的范围不断扩大, 对晶体光学性质的研究逐步由定性研究发展到定量分析, 金相显微镜在金属材料 and 无机非金属材料等领域得到了普遍的应用。

金相显微镜是在无机材料领域使用较多的反光显微镜, 其型号很多, 但基本构造和原理大致相同。反光显微镜除了拥有与偏光显微镜相似的镜座、镜臂、镜筒、目镜、物镜及物台等主要构造外, 还拥有一个特殊的光学装置, 即垂直照明器。金相显微镜中的垂直照明