超低膨胀微晶玻璃热处理工艺优化研究

赵春霞,范仕刚,刘 杰,何 粲,李 跃
(中材人工晶体研究院有限公司,北京 100018)

摘要:采用熔融法制备了 Li_2O-Al_2O_3-SiO_2 系透明玻璃,以 TiO_2、ZrO_2 和 P_2O_5 为复合晶核剂对该玻璃进行热处理,获得了超低膨胀微晶玻璃。采用正交试验研究了热处理工艺参数对微晶玻璃热膨胀系数的影响,并通过计算分析获得了最优的热处理工艺参数,即核化温度为600 ℃,核化时间为3 h,晶化温度为820 ℃,晶化时间为5 h。在此热处理工艺制度下获得的微晶玻璃主晶相为β-石英固溶体,热膨胀系数为 1.6×10^{-8} ℃$^{-1}$。采用差热分析、X射线衍射分析、扫描电子显微镜分析、透射电子显微镜分析等手段研究了微晶玻璃的析晶情况和微观结构,并进一步分析了热处理工艺与微晶玻璃热膨胀性能和微观结构之间的对应关系。结果表明,微晶玻璃的热膨胀系数由晶相种类和含量决定,微晶玻璃内部晶相的尺寸和含量与热处理工艺密切相关。

关键词:Li_2O-Al_2O_3-SiO_2 系微晶玻璃; 低膨胀; β-石英固溶体; 复合晶核剂; 热处理; 透明
中图分类号:TQ171 **文献标志码:**A **文章编号:**1001-1625(2022)11-3870-07

Heat Treatment Process Optimization of Ultra-Low Expansion Glass-Ceramics

ZHAO Chunxia, FAN Shigang, LIU Jie, HE Can, LI Yue
(Sinoma Synthetic Crystals Co., Ltd., Beijing 100018, China)

Abstract: Li_2O-Al_2O_3-SiO_2 system transparent glass was prepared by melting method, and ultra-low expansion glass-ceramics were obtained by heat treatment with TiO_2, ZrO_2 and P_2O_5 as composite nucleating agents. The effects of heat treatment parameters on thermal expansion coefficient of glass-ceramics were studied by orthogonal experiments. The optimal heat treatment parameters were obtained through calculation and analysis, that is, the nucleation temperature is 600 ℃, the nucleation time is 3 h, the crystallization temperature is 820 ℃, and the crystallization time is 5 h. The main crystalline phase of glass-ceramics obtained under this heat treatment process is β-quartz solid solution, and the thermal expansion coefficient is 1.6×10^{-8} ℃$^{-1}$. The crystallization and microstructure of glass-ceramics were studied by means of differential thermal analysis, X-ray diffraction analysis, scanning electron microscopy analysis and transmission electron microscopy analysis. The relationship between heat treatment process, thermal expansion properties and microstructure of glass-ceramics was analyzed. The results show that the thermal expansion coefficient of glass-ceramics is determined by the type and content of crystalline phase, and the size and content of crystalline phase which formed inside glass-ceramics are closely related to heat treatment process.

Key words: Li_2O-Al_2O_3-SiO_2 system glass-ceramics; low expansion; β-quartz solid solution; composite nucleating agent; heat treatment; transparency

0 引 言

以β-石英固溶体为主晶相的锂铝硅系微晶玻璃具有极低的热膨胀系数、优良的抗热震性和机械强度、较高的可见光透过率,因此无论是在航空航天等高端领域,还是在国民生产、生活等民用领域都有极为重要的应用,如可用于惯性导航系统的激光陀螺仪、高温设备的观察窗、雷达天线罩、微晶玻璃直烧锅等[1-4],还可以拼接成为大型光学仪器主反射镜,例如上海天文台直径为1.56 m的天体测量望远镜和北京天文台直径为

收稿日期:2022-07-19;**修订日期:**2022-08-10
作者简介:赵春霞(1979—),女,高级工程师。主要从事微晶玻璃材料及低膨胀材料的研究。E-mail:23246355@qq.com

2.16 m 的天体观察望远镜的镜坯便是由超低膨胀微晶玻璃制成[5-7]。目前国际上成熟的超低膨胀微晶玻璃产品以德国肖特公司的 Zerodur 超低膨胀微晶玻璃为代表,其零级产品热膨胀系数可达$(0\pm0.02)\times10^{-6}$ ℃$^{-1}$。超低膨胀微晶玻璃的组成可近似表示为 $Li_{2-2(v+w)}Mg_vZn_w\cdot O\cdot Al_2O_3\cdot xAlPO_4\cdot(y-2x)SiO_2$[8-9],该组成玻璃经热处理时,从玻璃母体中均匀析出纳米级 β-石英固溶体主晶相。β-石英固溶体主晶相具有负膨胀特性,与玻璃相的正膨胀作用互相抵消,导致微晶玻璃表现出近于零的极低热膨胀系数,并且由于 β-石英固溶体主晶相的晶粒尺寸远小于可见光波长(300 ~ 700 nm),且折射率与玻璃接近,对可见光散射率非常低,所以该超低膨胀微晶玻璃能够保持较高的透明性[10-12]。

热膨胀系数极低且在一定范围内可调是锂铝硅系微晶玻璃应用的基础。实际应用中,要求微晶玻璃的热膨胀系数越小越好,尤其是在高端装备应用中,要求热膨胀系数(℃$^{-1}$)达到 10^{-8}数量级,这对微晶玻璃内部的晶相种类、数量、尺寸和分布均匀性等方面提出了更高要求,其中首要条件是主晶相为 β-石英固溶体。微晶玻璃中析出晶相的种类、尺寸、数量与热处理工艺密切相关,在组成一定的情况下,通过控制热处理工艺,可以获得特定晶相的微晶玻璃[13-15]。正交试验设计法是一种迅速得到优化方案的科学方法,不仅可以解决多因素优选问题,而且可以用来分析各个因素对试验结果的影响大小[16]。通过正交试验研究不同热处理工艺对微晶玻璃热膨胀系数的影响,从而遴选出能够获得较低热膨胀系数的热处理工艺,这对制备近零热膨胀系数微晶玻璃具有重要意义。

本文以锂铝硅系玻璃为研究对象,通过差热分析确定热处理温度范围,通过正交试验研究不同热处理工艺参数对微晶玻璃热膨胀系数的影响,从而优选出热膨胀系数接近于零的热处理工艺参数。通过 X 射线衍射分析不同热处理工艺下微晶玻璃析出晶相的种类,通过扫描电子显微镜分析微晶玻璃析出的晶粒尺寸和形态,通过透射电子显微镜进一步验证微晶玻璃析出的主晶相的晶粒尺寸,分析不同热处理工艺下锂铝硅系微晶玻璃的析晶性能、晶相种类和显微结构,探讨晶相、微观结构与热膨胀系数之间的关系。

1　实　验

1.1　基础玻璃的制备

本试验以主晶相 β-石英固溶体为目标晶相,结合 Li_2O-Al_2O_3-SiO_2 系三元相图确定铝硅比及各组分含量,以 TiO_2、ZrO_2 和 P_2O_5 作为复合晶核剂,试验用玻璃组分见表 1。

表 1　基础玻璃组分

Table 1　Base glass composition

Composition	$SiO_2+Al_2O_3$	$Li_2O+MgO+ZnO$	K_2O+Na_2O	Sb_2O_3	$TiO_2+ZrO_2+P_2O_5$
Mass fraction/%	86.0	6.0	0.8	1.2	6.0

所需原料为分析纯或化学纯,其中 P_2O_5 以磷酸盐形式引入,Li_2O 以碳酸锂形式引入,K_2O 和 Na_2O 以硝酸盐形式引入,各原料按照表 1 的组分配比进行称量,研磨、混料后置于铂金坩埚中,在硅钼棒电炉中加热到 1 600 ℃熔制 12 ~ 16 h,将熔制好的玻璃液倒入金属模具中成型,所得玻璃在 500 ℃进行退火。退火后的玻璃为淡黄色透明体且没有肉眼可见的缺陷。将基础玻璃破碎后,在玛瑙研钵中研磨后过 100 目(150 μm)筛备用。

1.2　DTA 曲线测试

取过筛玻璃粉 20 mg,采用德国 NETZSCH 公司生产的 STA449F3 型同步热分析仪进行 TG-DTA 测试,升温速率为 10 ℃/min。

1.3　X 射线衍射分析

将热处理之后的微晶玻璃粉碎研磨后过 200 目(74 μm)筛,取适量过筛玻璃粉,采用日本 Rigaku 公司生产的 Smart Lab 3kW 型 X 射线衍射仪进行物相分析,扫描范围为 10° ~ 90°,扫描速度为 4 (°)/min,辐射源为铜靶。

1.4　微观结构分析

采用 20% (质量分数) HF 溶液腐蚀热处理后的微晶玻璃样品断面 1 min,随后用去离子水冲洗干净,喷

金后利用德国蔡司 GeminiSEM 500 型场发射扫描电子显微镜对样品进行形貌、微观结构观察。将微晶玻璃样品切成 0.4 mm 厚的薄片,用砂纸研磨到 30 μm,然后使用 Gatan691 型离子减薄仪减薄出薄区,采用美国 Thermo Fisher Scientific 公司 Talos F200X 场发射透射电子显微镜对样品进行微观结构观察。

1.5　热膨胀系数测试

将热处理后的微晶玻璃样品加工成 ϕ6 mm×25 mm 的试样,采用德国耐驰 DIL402C 热膨胀仪测量热膨胀系数。

2　结果与讨论

2.1　DTA 曲线分析

图 1 为基础玻璃的 DTA 曲线。由图 1 可以观察到,在 860 ℃有一个很明显的放热峰,这个峰是析晶放热峰,峰形的起始值约为 820 ℃,终止值约为 880 ℃。加热过程中吸热峰不明显,在 560 ℃附近存在小台阶,在 670 ℃附近存在不太明显的小峰,理论分析认为在 560 ℃左右玻璃结构开始调整。结合多次试验结果确定核化温度范围为 580 ~ 620 ℃,晶化温度范围为 800 ~ 860 ℃。

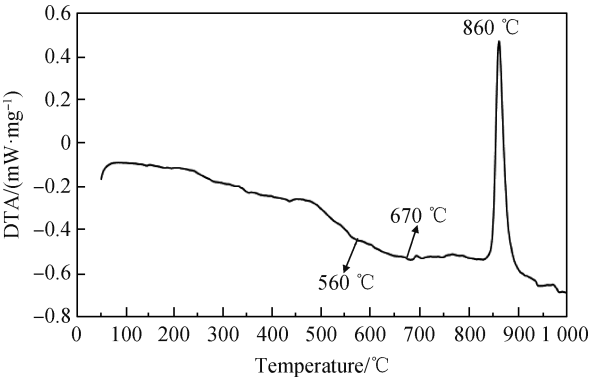


图 1　基础玻璃的 DTA 曲线

Fig. 1　DTA curve of base glass

2.2　热处理工艺研究

微晶玻璃热处理工艺的影响因素有核化温度、核化时间、晶化温度、晶化时间,根据 DTA 分析结果,设计正交试验因素水平表(见表 2)。当晶化温度达到 860 ℃时,微晶玻璃会发生失透现象,故晶化温度 860 ℃没有优选的意义,所以正交试验中未探讨晶化温度为 860 ℃的情况。以核化温度、核化时间、晶化温度、晶化时间为因素,以热膨胀系数为指标,选用 $L_9(3^4)$ 正交表设计正交试验方案,按照试验方案将基础玻璃在不同的热处理工艺下进行热处理,不同热处理条件下样品的热膨胀系数、极差分析见表 3、表 4。

表 2　正交试验因素水平

Table 2　Orthogonal test factor level

Level	Factor			
	Nucleation temperature/℃	Nucleation time/h	Crystallization temperature/℃	Crystallization time/h
1	580	1	800	1
2	600	3	820	3
3	620	5	840	5

表 3　不同热处理条件下样品的热膨胀系数

Table 3　Thermal expansion coefficient of samples under different heat treatment conditions

Sample No.	Nucleation temperature/℃	Nucleation time/h	Crystallization temperature/℃	Crystallization time/h	Thermal expansion coefficient (0 ~ 50 ℃)/(10^{-8} ℃$^{-1}$)
1	580	1	800	1	82.1
2	580	3	820	3	2.9
3	580	5	840	5	−11.1
4	600	1	820	5	−3.1
5	600	3	840	1	−6.7
6	600	5	800	3	13.4
7	620	1	840	3	−7.4
8	620	3	800	5	8.5
9	620	5	820	1	7.9

表 4　各因素极差分析

Table 4　Range analysis of each factor

Level mean	Nucleation temperature/℃	Nucleation time/h	Crystallization temperature/℃	Crystallization time/h
K_{1j}	73.9	71.6	104.0	83.3
K_{2j}	3.6	4.7	7.7	8.9
K_{3j}	9.0	10.2	−25.2	−5.7
$K_{1j}/3$	24.6	23.9	34.7	27.8
$K_{2j}/3$	1.2	1.6	2.6	3.0
$K_{3j}/3$	3.0	3.4	−8.4	−1.9
R_j	23.4	22.3	43.1	29.7

K_{ij}表示第 $j(j=1,2,3,4)$ 列因素对应的 $i(i=1,2,3)$ 水平的所有指标结果之和;R_j 为极差,是第 j 列因素对应的各水平的指标值中最大值与最小值之差,即 $R_j=\max(K_{1j}/3,K_{2j}/3,K_{3j}/3)-\min(K_{1j}/3,K_{2j}/3,K_{3j}/3)$。极差的大小反映了试验中各因素作用的大小,极差大表明该因素对指标的影响大,根据极差大小,可判断主次因素[16]。从表 4 中可以看出,晶化温度的 R_j 最大,说明晶化温度对热膨胀系数的影响最大。各因素对热膨胀系数的影响从大到小依次为晶化温度 > 晶化时间 > 核化温度 > 核化时间。图 2 ~ 图 5 分别为核化温度、核化时间、晶化温度、晶化时间对热膨胀系数的影响。从图中可以看出,使微晶玻璃热膨胀系数最接近于零的最优热处理工艺为核化温度 600 ℃,核化时间 3 h,晶化温度 820 ℃,晶化时间 5 h。按此最优热处理工艺对玻璃进行热处理后,获得的微晶玻璃为淡黄色透明体,热膨胀系数为 1.6×10^{-8} ℃$^{-1}$。

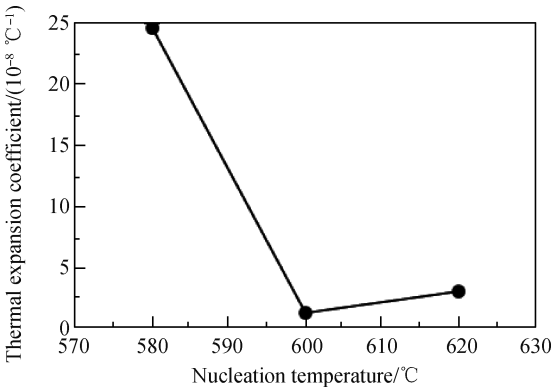


图 2　核化温度对热膨胀系数的影响

Fig. 2　Effect of nucleation temperature on thermal expansion coefficient

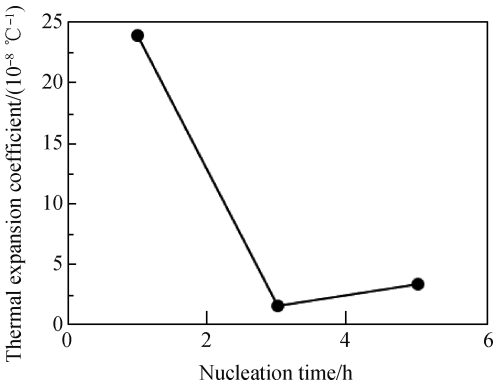


图 3　核化时间对热膨胀系数的影响

Fig. 3　Effect of nucleation time on thermal expansion coefficient

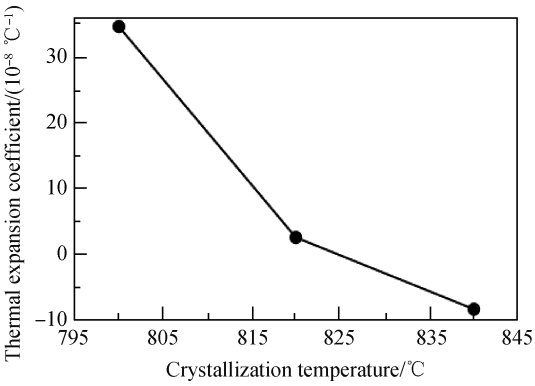


图 4　晶化温度对热膨胀系数的影响

Fig. 4　Effect of crystallization temperature on thermal expansion coefficient

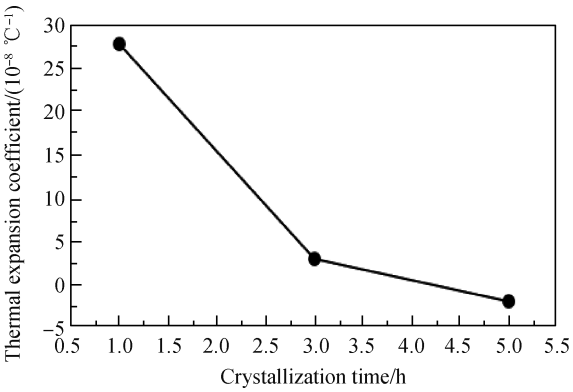


图 5　晶化时间对热膨胀系数的影响

Fig. 5　Effect of crystallization time on thermal expansion coefficient

2.3　物相分析

对原始玻璃和热处理后的 1 号、2 号、3 号、4 号、7 号样品分别进行 XRD 测试,XRD 谱如图 6 所示。从图 6 可以看到,原始玻璃呈现非晶态特征,无衍射峰。1 号、2 号、3 号、4 号、7 号样品虽然热处理工艺不同,但析出的主晶相均为 $Li_xAl_xSi_{1-x}O_2$,是六方 β-石英固溶体相[17],次晶相为 $Li_xAl_xSi_{3-x}O_6$,是 β-石英固溶体相的一种变体[18-19]。其中 1 号样品的 XRD 谱上存在小的非晶包,且衍射峰也较弱,这说明虽然玻璃已经发生了微晶化并产生了 β-石英固溶体相,但同时仍然存在大量的非晶玻璃相,这说明热处理温度较低,导致析出的晶粒数量较少,晶相含量较低。由于玻璃相的大量存在,生成的 β-石英固溶体的负膨胀不足以抵消玻璃的正膨胀,导致 1 号样品的热膨胀系数非常大,高达 82.1×10^{-8} ℃$^{-1}$。2 号、3 号、4 号、7 号样品均没有非晶包,均为尖锐的衍射峰,说明这四个样品的晶相含量增加,衍射峰占据绝对主导,非晶相含量减少。从 XRD 谱还可以看出,4 号样品的衍射峰相对更强,说明其晶相含量也更高。

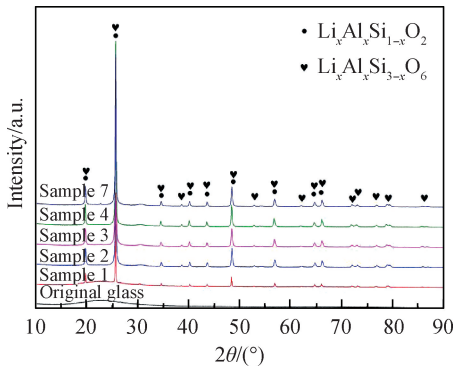


图 6　原始玻璃和热处理后样品的 XRD 谱

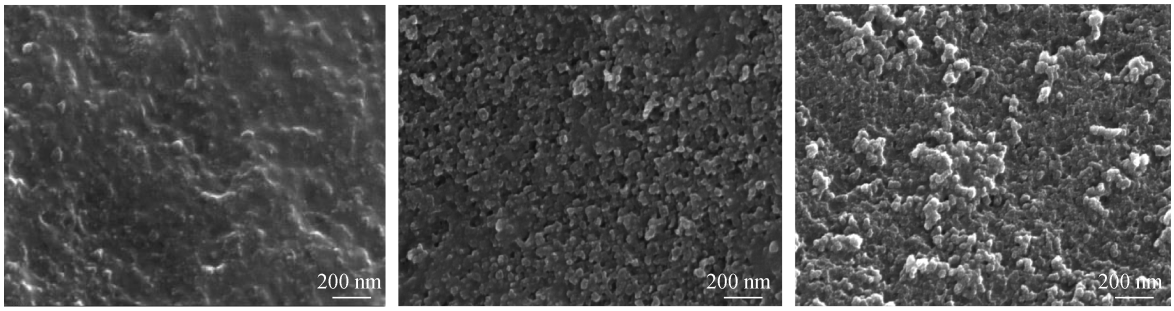
Fig. 6　XRD patterns of original glass and samples after heat treatment

2.4　显微结构分析

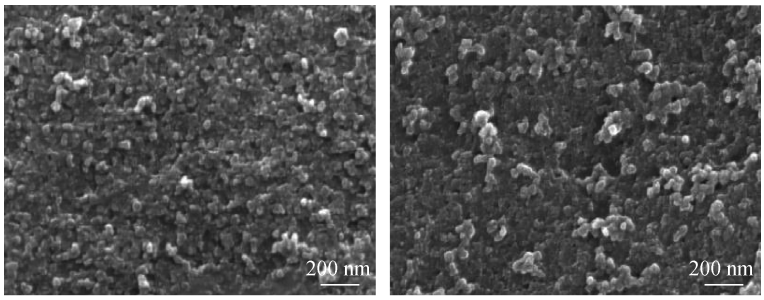
析出晶相的成分、晶体的性能、晶核的含量、热处理制度以及晶核剂的使用等条件,决定了微晶玻璃的显微结构特征[20]。根据微晶玻璃的显微结构可以分析晶相的形态和大致含量,从而反推热处理制度的合理性。1 号、2 号、3 号、4 号、7 号样品的扫描电镜照片见图 7。从图中可以看出,玻璃中析出了尺寸小于 100 nm 的晶粒,因热处理工艺不同,晶粒大小和数量有着明显的区别。与其他样品相比,1 号样品晶粒较少,晶粒尺寸也较小,这主要是由于核化温度和晶化温度都较低,玻璃内部析出的晶核较少,晶粒发育不完全,1 号样品的 SEM 测试结果与 XRD 结果一致。2 号和 4 号样品的晶粒大小相对更均匀(尺寸大约为 50 nm),分析原因是2 号和4 号样品成核数量相对较多,同时晶化温度适宜,大量晶核发育长大,故晶粒分布相对更为密集,晶粒尺寸也更为均匀。2 号和 4 号样品的热膨胀系数更接近于零,说明均匀致密的 β-石英固溶体晶相的存在是极低热膨胀系数的保障。3 号和 7 号样品的晶粒尺寸比 2 号和 4 号样品大,这是因为晶化温度较高,促进了晶核快速长大,并且对 7 号样品来说核化温度升高导致晶核析出过程中异常长大的概率增大,故晶粒尺寸的整体均匀性较差。可见,热处理工艺对微晶玻璃的析晶过程有着重要影响,这也从微观结构层面说明热处理工艺决定了微晶玻璃的晶相含量和晶粒尺寸。

2.5　TEM 分析

图 8 是按照最优热处理工艺(核化温度 600 ℃,核化时间 3 h,晶化温度 820 ℃,晶化时间 5 h)进行热处理后的微晶玻璃样品的 TEM 照片和电子衍射图像。从 TEM 照片中可以看出,微晶玻璃内部析出了细小均匀的晶粒,晶粒尺寸在 50 nm 左右。从电子衍射图像上可以观察到明显的衍射环。主晶相 β-石英固溶体的晶粒尺寸足够小,且微晶玻璃中晶粒分布均匀致密,使微晶玻璃的热膨胀系数更接近于零。



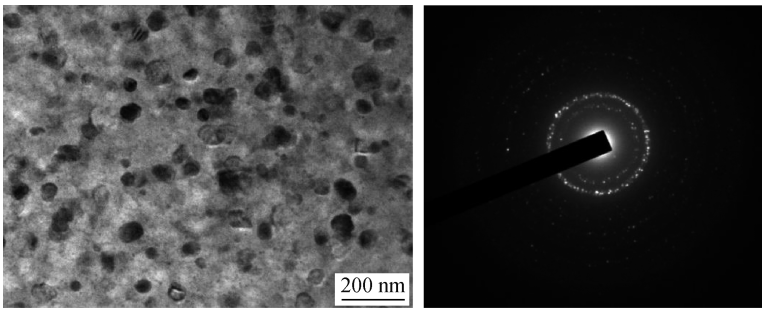
(a) Sample 1　　(b) Sample 2　　(c) Sample 3



(d) Sample 4　　(e) Sample 7

图 7　微晶玻璃的 SEM 照片

Fig. 7　SEM images of glass-ceramics



(a) TEM image　　(b) Electron diffraction pattern

图 8　微晶玻璃的 TEM 照片和电子衍射图像

Fig. 8　TEM image and electron diffraction pattern of glass-ceramics

3　结　论

(1)采用正交试验并结合 DTA 曲线对锂铝硅系玻璃进行了热处理工艺研究,分析了热处理工艺参数对热膨胀系数的影响,影响热膨胀系数的主次顺序为晶化温度 > 晶化时间 > 核化温度 > 核化时间。

(2)较优热处理工艺为核化温度 600 ℃,核化时间 3 h,晶化温度 820 ℃,晶化时间 5 h,在此热处理工艺下制备的微晶玻璃样品,其主晶相为 β-石英固溶体,晶相含量较高且分布均匀,晶粒尺寸在 50 nm 左右,热膨胀系数为 1.6×10^{-8} ℃$^{-1}$,可满足激光陀螺等高端装备对超低膨胀微晶玻璃极低热膨胀系数的要求。

(3)超低膨胀微晶玻璃在组分确定的情况下,其主晶相种类、含量和晶粒尺寸取决于热处理工艺,通过控制热处理工艺可以得到特定种类的晶相,调节晶相与玻璃相的含量,控制晶粒形貌。

参　考　文　献

[1]　武丽华,王雅婷,冯建业,等. 晶化温度对锂铝硅微晶玻璃热膨胀系数和热稳定性的影响[J]. 玻璃,2015,42(12):23-26.
WU L H, WANG Y T, FENG J Y, et al. Effect of crystallization temperature on linear thermal expansion coefficient and thermo-stability of las-glass ceramics[J]. Glass, 2015, 42(12): 23-26 (in Chinese).

[2]　KLEEBUSCH E, PATZIG C, KRAUSE M, et al. The titanium coordination state and its temporal evolution in Li_2O-Al_2O_3-SiO_2(LAS) glasses with ZrO_2 and TiO_2 as nucleation agents-A XANES investigation[J]. Ceramics International, 2020, 46(3): 3498-3501.

[3]　赵春霞,范仕刚,张丽红,等. 高品质超低膨胀透明微晶玻璃实现批量化生产[J]. 硅酸盐通报,2021,40(9):3185-3187.
ZHAO C X, FAN S G, ZHANG L H, et al. High quality ultra-low expansion transparent glass-ceramics achieve mass production[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2021, 40(9): 3185-3187 (in Chinese).

[4]　陈　福,续芯如,贾立丹. 晶化温度对零膨胀锂铝硅微晶玻璃性能的影响[J]. 建筑玻璃与工业玻璃,2016(10):17-20.
CHEN F, XU X R, JIA L D. Effect of crystallization temperature on properties of zero-expansion Li-Al-Si glass-ceramics[J]. Architectural Glass and Industrial Glass, 2016(10): 17-20 (in Chinese).

[5]　石成利. 透明微晶玻璃的研究与应用现状及其发展趋势[J]. 陶瓷,2012(8):44-46.
SHI C L. Research and application status and development trend of transparent glass-ceramics[J]. Ceramics, 2012(8): 44-46 (in Chinese).

[6] 肖汉宁,赵运才,刘付胜聪. 功能微晶玻璃的研究现状及发展趋势[J]. 材料导报,2002,16(8):39-41.
XIAO H N, ZHAO Y C, LIU F S C. Current status and future trends of functional glass-ceramics[J]. Materials Review, 2002, 16(8): 39-41 (in Chinese).

[7] 齐亚范,方敬忠,谢才清. 高能粒子辐照对零膨胀微晶玻璃光学性质和面形光学稳定性的影响[J]. 光电工程,1996,23(1):40-46.
QI Y F, FANG J Z, XIE C Q. Radiation effects of high energy particles on optical properties and surface optical stability of zero thermal expansion coefficient glass ceramic[J]. Opto-Electronic Engineering, 1996, 23(1): 40-46 (in Chinese).

[8] 黄伟胜. 超低膨胀锂铝硅透明微晶玻璃的研究与应用现状[J]. 中国陶瓷工业,2011,18(5):20-23.
HUANG W S. Research and application of lithium aluminosilicate transparent glass-ceramic with zero thermal expansion[J]. China Ceramic Industry, 2011, 18(5): 20-23 (in Chinese).

[9] 陈建华,孙方明. 锂铝硅微晶玻璃[J]. 材料导报,1995,9(5):42-45+13.
CHEN J H, SUN F M. Lithium aluminosilicate glass-ceramics[J]. Materials Review, 1995, 9(5): 42-45+13 (in Chinese).

[10] 沃尔夫拉姆·霍兰,乔治·H. 比尔. 微晶玻璃技术[M]. 第2版. 北京:化学工业出版社,2019.
WOLFRAM H, GEORGE H. B. Glass-ceramic technology[M]. 2nd ed. Beijing: Chemical Industry Press, 2019 (in Chinese).

[11] 范仕刚,余明清,赵春霞,等. 超低膨胀微晶玻璃应用及发展现状[J]. 人工晶体学报,2012,41(s1):210-214.
FAN S G, YU M Q, ZHAO C X, et al. Application and development of ultra low expansion glass-ceramics[J]. Journal of Synthetic Crystals, 2012, 41(s1): 210-214 (in Chinese).

[12] 楼贤春,程金树,郑伟宏,等. 锂铝硅系统微晶玻璃热处理制度优化研究[J]. 玻璃,2005,32(3):7-10+26.
LOU X C, CHENG J S, ZHENG W H, et al. Investigation on schedule of heat treatment for lithium-aluminum-silicate glass ceramics[J]. Glass, 2005, 32(3): 7-10+26 (in Chinese).

[13] 赵 莹,陆 雷,张乐军,等. 锂铝硅系统微晶玻璃的析晶及热处理工艺研究[J]. 中国陶瓷,2007,43(4):10-14.
ZHAO Y, LU L, ZHANG L J, et al. Research on crystallization and heat treatment process of Li_2O-Al_2O_3-SiO_2 glass-ceramics[J]. China Ceramics, 2007, 43(4): 10-14 (in Chinese).

[14] SHELBY J E, NICHOLS M C. Effect of thermal history on the properties of a willemite glass-ceramic[J]. Journal of the American Ceramic Society, 1983, 66: 200-204.

[15] SHELBY J E. Effect of crystal content on the properties of willemite glass-ceramics[J]. Journal of Non-Crystalline Solids, 1981, 43(2): 255-265.

[16] 成 岳. 工程试验设计方法:现代陶瓷教科丛书[M]. 第2版. 武汉:武汉理工大学出版社,2010.
CHENG Y. Design method of engineering experiment: modern ceramics textbook series [M]. 2nd ed. Wuhan: Wuhan University of Technology Press, 2010 (in Chinese).

[17] CHEN M T, HE F, SHI J, et al. Low Li_2O content study in Li_2O-Al_2O_3-SiO_2 glass-ceramics[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2019, 39(15): 4988-4995.

[18] 隋普辉,陆 雷,张翠玲. 正交试验法研究锂锌铝硅微晶玻璃的热处理工艺[J]. 兵器材料科学与工程,2009,32(3):48-51.
SUI P H, LU L, ZHANG C L. Research on heat treatment process of Li_2O-ZnO-Al_2O_3-SiO_2 glass-ceramics by orthogonal testing method[J]. Ordnance Material Science and Engineering, 2009, 32(3): 48-51 (in Chinese).

[19] LUISA B, CRISTINA L, TIZIANO M, et al. Nucleation and crystallization of a lithium aluminosilicate glass[J]. Journal of the American Ceramic Society, 1997, 80(12): 3077-3083.

[20] 何 峰. 微晶玻璃制备与应用[M]. 北京:化学工业出版社,2017.
HE F. Preparation and application of glass-ceramics[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2017 (in Chinese).

赵春霞(1979—),女,高级工程师。主要从事无机非金属材料的研究和开发,包括低膨胀可加工陶瓷、调Q开关微晶玻璃、超低膨胀微晶玻璃的研制开发工作。主持或参与国防配套、“863计划”项目、北京市科技计划等各类项目20余项;主持完成国家级项目2项,其中1项成果达到国内领先水平;发表论文14篇,授权专利3项。