

材料科学与工程系列

The Fundamental of  
Advanced Measuring Instruments  
for Materials

# 先进材料测试仪器 基础教程

高阳 编著

清华大学出版社

材料科学与工程系列

The Fundamental of  
Advanced Measuring Instruments  
for Materials

# 先进材料测试仪器 基础教程

高阳 编著

清华大学出版社  
北 京

## 内 容 简 介

材料科学是以实验为基础的学科。本书从某些材料物理力学性能表征与先进仪器测试技术及应用方面进行编写,目的是将基础理论与工程应用相结合,促进在材料性能研究中的学科交叉与综合。

本书系统阐述了有关的基础知识、实验仪器和理论计算方法,以及形貌表征、磁性材料和纳米力学等各个领域的研究进展。全书分三部分,分别介绍了材料显微形貌(第1~4章)、力学性能(第5~8章)与磁学性能(第9~13章)表征与测试的基本原理,典型的先进测试仪器结构与原理,以及在材料测试方面的应用。

本工作得到国家自然科学基金项目(90406024)的资助。

本书可供材料、物理、化工、机械等专业本科生和研究生阅读,也可供高校及科研院所的工程技术人员参考。

版权所有,侵权必究。侵权举报电话:010-62782989 13701121933

## 图书在版编目(CIP)数据

先进材料测试仪器基础教程/高阳编著. —北京:清华大学出版社,2008.8

(材料科学与工程系列)

ISBN 978-7-302-17938-2

I. 先… II. 高… III. ①材料科学:表面形貌学 ②材料科学—性能试验 IV. TB3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 092452 号

责任编辑:宋成斌 赵从棉

责任校对:赵丽敏

责任印制:杨 艳

出版发行:清华大学出版社

地 址:北京清华大学学研大厦 A 座

<http://www.tup.com.cn>

邮 编:100084

社 总 机:010-62770175

邮 购:010-62786544

投稿与读者服务:010-62776969, [c-service@tup.tsinghua.edu.cn](mailto:c-service@tup.tsinghua.edu.cn)

质 量 反 馈:010-62772015, [zhiliang@tup.tsinghua.edu.cn](mailto:zhiliang@tup.tsinghua.edu.cn)

印 装 者:山东新华印刷厂临沂厂

经 销:全国新华书店

开 本:175×245 印 张:9 字 数:171 千字

版 次:2008 年 8 月第 1 版

印 次:2008 年 8 月第 1 次印刷

印 数:1~3000

定 价:18.00 元

本书如存在文字不清、漏印、缺页、倒页、脱页等印装质量问题,请与清华大学出版社出版部联系调换。联系电话:(010)62770177 转 3103 产品编号:019632-01

# 前言

材料科学是以实验为基础的学科。伴随着先进材料的不断发展与创新,对其性能进行表征的先进仪器、设备也不断涌现与更新。新的科学原理、技术手段和测试方法为材料研究开拓了更加广阔的空间与可能。同时,对从事材料研究的科研人员提出了更高的要求。金相技术是材料科学与工程领域最广泛应用的检验方法;材料磁性能研究是现代科技重要基础之一;纳米力学性能测试是发展材料学科的前沿技术。鉴于此,将三者结合于本书加以介绍,旨在从不同方面切入先进材料研究,使读者通过本教材的学习深入地了解形貌观察、磁性测试和纳米力学性能测试的原理、方法以及领先技术,全面提高研究中分析解决问题的能力,增强具有创新思维的研究型人才的培养与训练。

目前有关材料科技探索方面的书籍各有侧重,内容深浅不一,本书的内容偏重材料测试技术,结合各种仪器讲述材料测试基础理论及其应用。本书的特点是从某些材料物理力学性能表征与先进仪器测试技术及应用方面进行编写,目的是将基础理论与工程应用相结合,促进在材料性能研究中的学科交叉与综合,加强科学研究和人才的培养。针对材料纳米物理力学性能的特点,注意将传统方法与先进技术对比;微观性能与宏观性能对比,说明它们在基本原理、研究目标和分析方法上的联系和差别。本书系统阐述了有关的基础知识、实验仪器和理论计算方法,以及形貌表征、磁性材料和纳米力学等各个领域的研究进展。

全书分三部分,包括 13 章内容,分别介绍了材料显微形貌(第 1~4 章)、力学性能(第 5~8 章)与磁学性能(第 9~13 章)表征与测试的基本原理,典型的先进测试仪器结构与原理,以及它们在材料测试方面的应用。

本工作得到国家自然科学基金项目(90406024)的资助。在此谨向国家纳米科学中心和国家自然科学基金委员会致以谢意。

耿魁伟博士、文胜平博士在学习期间参加了本书部分章节的写作,在此表示真挚的感谢。由于作者水平有限,书中难免有不足和疏漏之处,恳请读者批评指正。

高 阳

2008 年 3 月于北京清华园

# 目 录

|                         |    |
|-------------------------|----|
| 第 1 章 光学显微镜与金相分析 .....  | 1  |
| 1.1 概述 .....            | 1  |
| 1.2 金相试样制备 .....        | 2  |
| 1.3 光学显微镜的放大原理 .....    | 4  |
| 1.4 光学显微镜的分辨率 .....     | 6  |
| 第 2 章 显微形貌观察 .....      | 8  |
| 2.1 明场观察 .....          | 9  |
| 2.2 暗场观察 .....          | 10 |
| 2.3 偏光观察 .....          | 11 |
| 2.4 微分衍衬观察 .....        | 14 |
| 第 3 章 定量金相分析方法 .....    | 16 |
| 3.1 晶粒大小的测定 .....       | 17 |
| 3.2 第二相颗粒的几何特性 .....    | 18 |
| 3.3 定量金相应用举例 .....      | 19 |
| 第 4 章 其他类型显微镜简介 .....   | 22 |
| 4.1 扫描电子显微镜(SEM) .....  | 22 |
| 4.2 透射电子显微镜(TEM) .....  | 24 |
| 4.3 近场光学显微镜 .....       | 26 |
| 第 5 章 纳米材料及性能测试简介 ..... | 27 |
| 5.1 纳米材料特征与性能 .....     | 27 |
| 5.2 纳米材料的主要应用领域 .....   | 29 |
| 5.3 纳米压痕技术概述 .....      | 31 |

|                                      |    |
|--------------------------------------|----|
| <b>第 6 章 纳米压入法的接触力学基础</b>            | 34 |
| 6.1 弹性接触                             | 34 |
| 6.1.1 弹性接触问题的 Sneddon 解              | 34 |
| 6.1.2 压针形状的影响                        | 36 |
| 6.1.3 载荷位移关系的修正及几何相似性特征              | 37 |
| 6.2 弹塑性接触                            | 38 |
| 6.2.1 基本概念                           | 38 |
| 6.2.2 弹性接触应力分布                       | 42 |
| 6.2.3 材料的弹塑性响应                       | 43 |
| 6.2.4 压入硬度理论                         | 44 |
| <b>第 7 章 纳米压入法测试原理</b>               | 46 |
| 7.1 压入过程中的弹塑性变形                      | 46 |
| 7.2 准静态压入实验                          | 47 |
| 7.3 连续刚度(动态)法                        | 48 |
| 7.4 影响测试的因素及纳米压入的校准                  | 50 |
| 7.4.1 接触零点的选择                        | 50 |
| 7.4.2 压针尖端缺陷                         | 51 |
| 7.4.3 试样的表面粗糙度                       | 51 |
| 7.4.4 压入变形过程                         | 51 |
| 7.5 各大公司纳米压痕仪简介                      | 52 |
| 7.5.1 美国 MTS 公司纳米压痕仪(NANO Indenter®) | 52 |
| 7.5.2 瑞士 CSM(微)纳米力学综合测试系统            | 54 |
| 7.5.3 美国 Hysitron 公司纳米力学测试系统         | 55 |
| <b>第 8 章 材料力学参量测试与原子力显微镜观察</b>       | 57 |
| 8.1 薄膜与基体结合力的划痕测试                    | 57 |
| 8.2 压痕蠕变和蠕变应力指数分析                    | 62 |
| 8.3 残余应力的纳米压入测试                      | 65 |
| 8.4 脆性材料的断裂韧性测试                      | 67 |
| 8.5 纳米压痕与划痕形貌的原子力显微镜观察               | 70 |
| 8.5.1 原子力显微镜(AFM)的工作原理               | 71 |
| 8.5.2 非接触原子力显微镜及其三维空间分辨率             | 72 |

|                              |     |
|------------------------------|-----|
| <b>第 9 章 磁性材料基础</b> .....    | 74  |
| 9.1 磁学发展历史 .....             | 74  |
| 9.2 磁性材料的物理学基础 .....         | 76  |
| 9.2.1 基本概念 .....             | 76  |
| 9.2.2 磁学参量与单位 .....          | 78  |
| 9.3 材料的磁性 .....              | 80  |
| 9.3.1 轨道磁矩与自旋磁矩 .....        | 80  |
| 9.3.2 抗磁性和顺磁性 .....          | 81  |
| 9.3.3 铁磁性 .....              | 83  |
| 9.3.4 反铁磁性和亚铁磁性 .....        | 84  |
| 9.3.5 特殊的磁性 .....            | 85  |
| <b>第 10 章 磁性材料种类</b> .....   | 87  |
| 10.1 软磁材料 .....              | 87  |
| 10.2 永磁材料 .....              | 89  |
| 10.3 磁记录材料 .....             | 91  |
| 10.3.1 磁带与磁头 .....           | 91  |
| 10.3.2 磁光记录原理 .....          | 92  |
| <b>第 11 章 纳米结构磁性材料</b> ..... | 94  |
| 11.1 概述 .....                | 94  |
| 11.2 磁性多层膜 .....             | 95  |
| 11.3 磁性多层膜的结构特征 .....        | 96  |
| 11.4 多层膜原子磁矩的增强或减弱 .....     | 98  |
| 11.5 磁性多层膜结构与磁性的关系 .....     | 99  |
| 11.6 磁学性能的尺寸效应 .....         | 100 |
| 11.6.1 矫顽力 .....             | 100 |
| 11.6.2 超顺磁性 .....            | 101 |
| 11.6.3 饱和磁化强度、居里温度 .....     | 102 |
| <b>第 12 章 磁性能测量原理</b> .....  | 103 |
| 12.1 磁化曲线和磁滞回线 .....         | 103 |
| 12.2 磁致电阻效应与磁电阻测量 .....      | 107 |
| 12.3 居里温度的测量 .....           | 109 |

|               |                |            |
|---------------|----------------|------------|
| 12.4          | 层间磁耦合效应        | 109        |
| 12.5          | 霍尔效应           | 110        |
| 12.6          | 亥姆霍兹线圈测试       | 112        |
| <b>第 13 章</b> | <b>振动样品磁强计</b> | <b>114</b> |
| 13.1          | 测量基本原理         | 115        |
| 13.2          | 电磁铁            | 118        |
| 13.3          | 探测线圈           | 118        |
| 13.4          | 振动系统           | 120        |
| 13.5          | 温度控制           | 120        |
| 13.6          | 磁各向异性的测量       | 121        |

|             |            |
|-------------|------------|
| <b>参考文献</b> | <b>124</b> |
|-------------|------------|

# 第 1 章 光学显微镜与金相分析

## 要点:

金相试样的制备方法;

金相显微镜的原理;

金相显微镜的分辨率。

## 目标:

掌握制备金相试样的方法,包括镶样、磨样与抛光等基本流程,及试样制备过程中的注意事项;

了解金相显微镜的成像放大原理,并了解像差形成的原因及消像差的方法;

了解金相显微镜的分辨率极限,以及提高分辨率的方法。

## 1.1 概述

金相技术作为材料研究和检验的手段,要追溯到 100 多年前。1860 年索拜开始运用光学显微镜研究、检查金属内部组织,并且发表了历史上最早关于金属显微组织的论文。此后,光学显微镜逐渐成为研究和检测金属材料组织的有效手段。因此,金相学被认为是金属学的先导,是金属学赖以形成和发展的基础。金属材料与热处理专业在过去相当长一段时期内则被简称为“金相专业”。同样,光学显微镜技术对于无机非金属材料学和其他材料分支学科的作用同样重要,国际上亦有科学家建议采用材料相学(materialography)或纤维组织学(microstructology)取代金相学(metallography)的学科分支名称,以反映其研究对象已从金属材料拓展到无机非金属材料、高分子材料、复合材料和生物材料等。

目前,金相技术仍是材料科学与工程领域最广泛应用的、易行有效的研究和检验方法,金相检验则是各国和 ISO 国际材料检验标准中的重要物理检验项目类别。但随着材料研究与检验方法的不断丰富,为与其他实验手段区别,目前金相学习习惯上已只取其狭义,主要指借助光学(金相)显微镜、放大镜和体视显微镜等对材料显微组织、低倍组织和断口组织等进行分析研究和表征的材料科学分支,既包括

材料三维显微组织的成像(imaging)及其定性、定量表征,亦包含必要的样品制备、准备和取样方法。其观测研究的材料组织结构的代表性尺度范围为  $10^{-8} \sim 10^{-2} \text{ m}$  数量级,主要反映和表征构成材料的相和组织组成物、晶粒(亦包括可能存在的亚晶)、非金属夹杂物乃至某些晶体缺陷(例如位错)的数量、形貌、大小、分布、取向、空间排布状态等。当需要对不透明材料的三维显微组织进行定量表征时,基于几何概率学、定量金相学和图像分析技术等发展起来的,一门对三维显微组织几何形态定量表征的交叉学科——材料体视学(stereology),则成为必不可少的工具。

金相方法的基本操作过程是:由材料的给定部位按照要求取样、镶嵌样品、磨样、抛光,必要时用特定的侵蚀剂侵蚀试样的抛光表面或在一定浓度的侵蚀剂中电解试样以显露显微组织细节,再利用光学显微镜对显微组织进行放大或进一步增大组织衬度,进而观察分析显微组织或对材料的显微组织拍摄照片留档。需要对显微组织进行定量表征时,则应利用体视学原理和图像分析方法进一步对显微组织或其照片进行定量分析并予以正确报告。必要时,还可采用彩色金相技术和显微硬度测试等方法进一步分析研究金相显微组织。材料显微组织的光学显微分析方法同样适用于岩相学、陶瓷材料学、高分子材料学和复合材料研究等。

对各种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  $0.1 \text{ mm}$ ,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  $10 \text{ nm}$ ,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,“显微结构”可作如下定义: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。

## 1.2 金相试样制备

金相试样截取部位的选择,必须能表征被检验材料或零件的特点。例如,某零件在工作时损坏,要想用金相方法研究它的破裂原因,金相试样应在零件破裂的部

位截取。为了得到更多有益的资料来解释零件破裂的原因,除了在破裂部位截取金相试样以外,还需要在离开破裂处较远的部位截取一件参考性的金相试样,以资研究比较。

金相试样的截取部位更要具有一定的代表性,首先应考虑观察表面和取向问题。一般来说,金属和合金都存在不同程度的各向异性,纵横方向常出现组织形态的差异。对一个零件来说,截取横截面作金相分析时,主要观察其表面和中心组织的差别、表层缺陷和表面处理工艺结果等;截取纵截面则主要对非金属夹杂物、晶粒的变形程度和带状组织等进行分析。对一些零件作热处理质量检验时必须考虑零件的不同部位和热处理工艺之间的关系。

镶嵌试样时,对能承受低热的试样可以进行热镶法,此法用热固性塑料(电木粉等)或热塑性塑料(聚乙烯聚合树脂、醋酸纤维树脂)等做镶嵌材料,在专门镶嵌机的模具内加热和加压成型。加热温度在 $110\sim 165^{\circ}\text{C}$ 范围之内。电木粉镶嵌试样不透明,比较硬且不易倒角,但耐酸和碱腐蚀能力较差。聚乙烯和醋酸纤维镶嵌试样呈透明或半透明,耐酸碱能力较强,但质地较软。

对于不能受热的试样则采用冷镶法。冷镶法是用环氧树脂加入固化剂来完成的,先将待镶试样放入圆环中(用铝箔围成),浇注后便自行凝固。固化剂主要是胺类化合物(如乙二胺、二乙烯三胺等),其加入量可以调节,加量以不产生气泡为准。

金相试样磨制通常分为手工磨与机械磨两种。手工磨是将砂纸平整地放在玻璃板上,手持试样加以适当的压力,使试样的整个磨面与砂纸相接触并作单方向滑动,当上一道磨痕全部清除后,再更换更细型号的砂纸。每换一次砂纸,需将试样进行一次清理,避免将砂粒带到新换的细砂纸上。同时将试样转动 $90^{\circ}$ ,使磨动方向垂直于原来的磨痕,依次进行,直到试样的磨削面达到抛光所需要的光洁度为止。

机械磨光是将各不同型号的砂纸,紧固在磨盘上,开动机器后进行试样的磨制,操作与砂纸的更换和手工磨的注意事项相同。

机械抛光时必须施加一定的压力,因此,抛光层中总会出现金属的变形层。此外,软材料抛光时因极易出现划痕,消除划痕的抛磨即使对具有熟练技术的人员来说也是一项非常繁重的工作。电解抛光的特点在于:它没有机械加工作用,因此,很容易获得无划痕和无残余变形层的平滑金属表面。一旦确定了电解抛光的工作条件,用简单的操作步骤就可完成抛光过程。

电解抛光时试样作为阳极,其抛光面正对着平板状的阴极。待抛光的表面具有一定的不平度,由于表面活性,电解液在此面上形成一层厚薄不均匀的粘性薄膜,此液膜具有高电阻,故在其厚度薄的地方(相当于抛光面凸出部分)电流密度很高,与之相反在液膜厚处(相当于抛光面的凹洼)电流密度则很低。由此,凸出部分的金属离子将较快地溶入电解液,使抛光表面平整化。

组织形态对材料性能的影响远远超过了其他因素相对材料性能的影响。多年来的研究已经总结出了各种组织与性能间的定量和定性的规律,这些规律综合地说明了:组织是性能的根据,性能是组织对外的表现。由于组织是随着成分和工艺参数而变化的,因此,在进行组织研究时应分析影响组织变化的条件。

### 1.3 光学显微镜的放大原理

金相显微镜的光学系统主要构件是物镜和目镜,其任务是完成显微组织的放大和清晰成像。光学显微镜的基本放大原理如图 1.1 所示。其放大作用主要是由焦距很短的物镜和焦距较长的目镜来完成的。为了减少像差,显微镜的目镜和物镜都是由透镜组构成的复杂的光学系统,其中物镜的构造尤为复杂。为了便于说明,图中的物镜和目镜都简化为单透镜。物体  $AB$  置于物镜的一倍焦距( $f_1$ )与二倍焦距之间,它的一次像为位于物镜的另一侧二倍焦距之外的倒立放大实像  $A'B'$ ;当该实像  $A'B'$  位于目镜的前一倍焦距( $f_2$ )以内时,则目镜又使映像  $A'B'$  进一步放大,在目镜的前二倍焦距( $2F_2$ )以外获得  $A'B'$  的正立虚像  $A''B''$ 。因此,最后的映像  $A''B''$  是经过物镜和目镜两次放大后得到的,其放大倍数应为物镜放大倍数与目镜放大倍数的乘积。

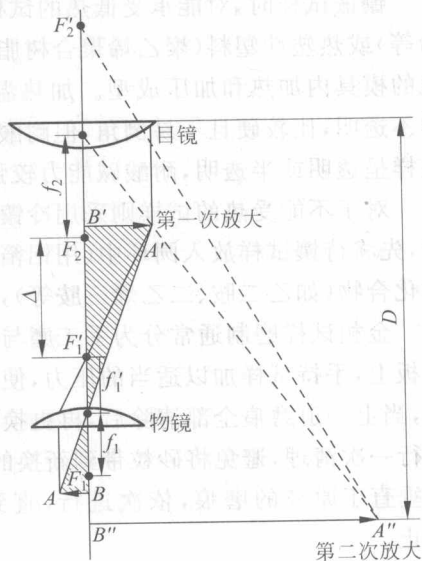


图 1.1 光学显微镜的放大原理

以上用几何光学原理对显微镜的成像过程进行了分析。但是实际上金相显微镜所观察的显微组织,往往几何尺寸很小,小至可与光波的波长相比较;根据光的电磁波理论,此时不能再近似地把光线看成是直线传播,而要考虑衍射的影响。另一方面,显微镜中的光线总是部分相干的,因此,显微镜的成像过程是个比较复杂的衍射相干过程。事实上,由于衍射等因素的影响,显微镜的分辨能力和放大能力都受到一定限制。目前金相显微镜可观察的最小尺寸一般是  $0.2\ \mu\text{m}$  左右,有效放大倍数最大是  $1500\sim 1600$  倍。

显微镜的放大倍数  $M$  等于物镜的线放大倍数  $M_1$  与目镜的角放大倍数  $M_2$  的乘积,即

$$M = M_1 M_2 \quad (1-1)$$

根据几何光学得到物镜的放大倍数为

$$M_1 = -L/f_1 \quad (1-2)$$

式中,  $L$  是显微镜的光学镜筒长度, 即从物镜的后焦点到所成实像的距离;  $f_1$  是物镜的焦距, 负号表示所成的像是倒立的。

同理, 目镜的放大倍数为

$$M_2 = D/f_2 \quad (1-3)$$

式中,  $D$  是人眼睛的明视距离;  $f_2$  是目镜的焦距。

将式(1-2)、式(1-3)代入式(1-1)可得

$$M = -LD/f_1 f_2 \quad (1-4)$$

由式(1-4)可知, 显微镜的放大倍数与光学镜筒长度成正比, 与物镜、目镜的焦距成反比。

显微镜所放大的物像不只是放大长度, 事实上所放大的是面积。例如, 物镜原始放大倍数  $10\times$ , 目镜原始放大倍数  $10\times$ , 即得  $100$ , 这是线放大倍数。如果准确计算总放大倍数应为  $100\times 100=10\,000$  倍。

单片普通透镜所成的像, 由于物理条件的限制, 往往模糊不清或发生畸变, 在实际成像中出现的所有缺陷和偏差都称为像差。像差一般分为两大类: 一类是单色光成像时的像差, 简称单色像差, 包括球面像差、彗形像差、像散和像域弯曲; 另一类是多色光成像时的像差, 称色像差, 这是由于介质对不同波长的光的折射率不同而引起的。

对显微成像影响最大的有三种像差, 即球面像差、色像差和像域弯曲。来自光轴某点的单色光通过透镜时, 由于通过光轴附近的光线的折射角小, 而通过透镜边缘的光线的折射角大, 因而会形成前后分布的许多焦点, 成一弥散的光斑, 这种现象称球面像差。为了降低球面像差, 可采用组合透镜作为物镜进行校正。此外, 还可以在使用显微镜时适当调节孔径光阑、控制入射光束的粗细, 让一束细光通过透镜中心部位, 从而可把球面像差降低到最低限度。但这样做由于孔径角减小, 会使分辨率降低。垂直于光轴的直立的物体经过透镜后会形成一弯曲的像面, 这称为像域弯曲。像域弯曲是几种像差综合作用的结果, 会造成难以在垂直放着的平胶片上得到全部清晰的成像。像域弯曲可以用特制的物镜校正。平面消色差物镜或平面复消色差物镜都可以用来校正像域弯曲, 使成像平坦清晰。

**复消色差物镜:** 在这种物镜上标有“APO”字样, 它在红、绿、蓝三种色彩上对色差可以矫正。在这种物镜中用三重透镜代替了消色差物镜的二重透镜, 并在蓝和绿两种色彩上对球面差也可矫正, 因此这种物镜特别适合于彩色显微照相和精细结构的观察。由于透镜材料价格很高以及加工过程比较复杂, 复消色差物镜与消色差物镜相比是非常昂贵的, 它经常包括一些萤石透镜。

**平面消色差物镜:** 在这种物镜上标有“PL”或“PLAN”字样, 它除了具备消色差物镜的性能外, 最大的优点是对于场曲率能够进行很好的矫正, 因此, 在许多对

于色差的矫正并不是第一重要的情况下,这是一种最适用的现代类型的物镜,它可以有效地用于广视野目镜。

平面复消色差物镜:在这种物镜上标有“PLAN APO”或“PLAPO”字样,它是一种既可以对场曲率进行矫正,而且在复消色差水平上可以对色差和球面差进行矫正的透镜复合体。这种物镜在技术上已经达到了最大限度,在高效能的这种透镜中有时可包括高达 8~15 个不同材料制成的单个透镜,因此,这种物镜的价格是非常昂贵的。

## 1.4 光学显微镜的分辨率

在正常情况下,人的眼睛能够辨清的最小细节是 0.1~0.2 mm,这个数值叫做人眼的最小鉴别距离。显然,这个距离越小,分辨能力越高,这就是“分辨率”的含义。

物镜(objective)是光学显微镜成像系统中决定其解像能力即分辨率的最关键部件。物镜的数值孔径表示物镜收集光线的能力。物镜对试样上各点的反射光收集得越多,成像质量就越好。目镜只能放大物镜已分辨开的细节,无助于物镜分辨能力的增加,物镜未能分辨开的两物点,绝不能通过目镜放大而变成可以分辨。因此,显微镜的分辨率主要决定于物镜的分辨能力。那么,物镜的分辨能力究竟有多大呢?要了解这个问题,首先要讨论物镜的数值孔径。数值孔径通常以 N. A. 来表示,并用下列公式进行计算:

$$\text{N. A.} = n \sin \phi \quad (1-5)$$

式中,  $n$  是物镜与试样之间介质的折射率;  $\phi$  是物镜孔径角  $\theta$  的一半。

式(1-5)表明了物镜的数值孔径等于物镜和试样之间介质的折射率  $n$  和物点光线入射物镜最大孔径角之半的正弦之积。

如图 1.2 所示,  $\phi$  角越大,物镜前透镜收集光线的能力就越大。 $\phi$  角的大小取决于前透镜的尺寸和物镜的工作距离(即显微镜成像清楚时,从试样表面到前透镜之间的距离)。如果物镜与试样之间的介质是空气,由于  $n=1$ ,因而物镜的数值孔径不能大于 1,一般只能 0.9 左右。物镜的数值孔径一般标在物镜的镜体上。

根据波动光学原理,对于两个在黑暗背景上的自发光点,如果它们相应的衍射斑靠的不是太近,它们就能被分辨,这时可分辨最小值  $\delta$  为:

$$\delta = 0.61\lambda / \text{N. A.}$$

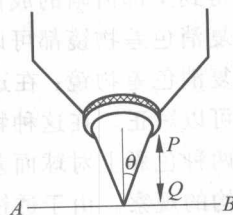


图 1.2 物镜孔径光锥示意图

$\theta$ —孔径角(光锥半顶角);

AB—物体平面; PQ—工作距离

式中,  $\lambda$  是所使用的光波波长, 可以看出, 最小分辨距离与所使用的光波波长成正比, 与物镜的数值孔径成反比。

在显微镜中的情况实际上要更加复杂。除了非常特殊的情况以外, 显微镜所观察试样并不是自发光体, 它的光束源于光源。物体的不同部分可以从光源的同一点接收光线, 这种光源称为相干性光源, 光波是能够干涉的。由于这种干涉作用, 最小分辨距离将会适当地增大, 根据计算增大 1.63 倍左右。这样, 在相干照明条件下最小分辨距离  $\delta$  为

$$\delta = 1.63 \times 0.61\lambda / N. A. \approx \lambda / N. A.$$

一个良好物镜的孔径角已接近  $90^\circ$ ,  $\sin \phi$  可达到 0.95, 可见光的波长在  $4000 \sim 8000 \text{ \AA}^{\text{①}}$  的范围内, 如果取波长为  $4000 \text{ \AA}$ , 光学显微镜的极限分辨本领是可见光波长的  $1/2$ , 在  $2000 \text{ \AA}$  左右。在照明光源波长已知的情况下, 对像差校正良好的物镜来说, 物镜的分辨率完全由数值孔径来决定。数值孔径越大, 物镜的最小可分辨距离  $\delta$  越小, 所能观察到的物体越细小, 这就是希望物镜有尽可能大的数值孔径的原因。

孔径光阑用来控制入射光束的粗细, 其位置靠近光源。一般显微镜的孔径光阑是可以连续调节的, 当孔径光阑缩小时, 进入物镜的光束变细, 光线不通过物镜透镜组的边缘, 球面像差大大降低。但是光束变细, 使物镜的孔径角缩小, 会使实际的数值孔径下降, 分辨率降低。反之, 分辨率提高, 但是由于球面像差的增加等因素, 成像质量会降低。因此, 孔径光阑使用时必须做适当的调节, 不能过大或过小, 它的调节应比使入射光线刚好充满物镜孔径时略小一些为宜, 并根据成像的清晰程度来判断。

当显微镜调焦于某一物面(称为对准平面)时, 如果位于其前、后的物平面仍然能被观察者看得清楚, 则该两平面之间的距离  $\Delta l$  称为显微镜的景深。显微镜的景深等于眼睛的调节状态不变时显微镜的景深数值( $\Delta l$ )。加上由人眼调节能力贡献的对显微镜观察所附加的景深值之和。其中,

$$(\Delta l)_0 \propto \frac{n}{M(N. A.)} \quad (1-6)$$

只要视场内的各层面都在景深范围以内, 便可以使各层组织都能清晰地同时映现出来。不过, 在操作中不要过分地选择小数值孔径的物镜, 或过分调小孔径光阑来提高景深, 因为这样会损害显微镜的分辨能力。提高景深和提高分辨能力对数值孔径提出了相反的要求, 在金相检验操作中, 应按检验要求对这两方面适当予以兼顾。

①  $1 \text{ \AA} = 10^{-10} \text{ m}$ 。

## 第 2 章 显微形貌观察

### 要点:

明场观察;

暗场观察;

偏光观察;

微分衍衬观察。

### 目标:

熟悉明场观察的原理,及其操作方法;

熟悉暗场观察的原理及其相对于明场观察的特点;

熟悉偏振光及双折射原理,及金相显微镜偏光观察的特点;

熟悉微分衍衬观察的原理。

在现代科学技术中,光学显微镜是一种使用很普遍的基本的观测仪器,由于显微镜制造技术的飞速发展,它的应用范围变得愈来愈广,除了使用一般明视野透射光以外,还可以使用暗视野、相差、偏光、荧光、紫外光、红外光进行样品的观察。除了进行细微结构的观察以外,还可以进行照相、描绘、投影放大,以及对微小物体的长度、面积和体积进行测量。同时,由于显微镜同电影、电视、分光光度计等现代技术的结合,出现了显微电影摄影机、电视显微镜、自动影像分析仪、显微分光光度计、流式细胞分光光度计等大型自动影像记录和测量分析仪器。本实验室配置的 Olympus PMG3 型多功能倒置金相显微镜,适用于金属、非金属材料观察,接 CCD 摄像或胶片照相系统,并通过 CCD 与显微图像分析软件连用。滤光块架连四个滤片;内藏视场光阑及孔径光阑;放大倍数:  $50\times\sim 1000\times$ ,其中目镜  $10\times$ ,组合物镜:  $5\times, 10\times, 20\times, 50\times, 100\times$ ;配有偏振光组、微分衍衬光组,以及平面复消色差物镜:  $50\times$ ;反射光可进行明场、暗场、偏光、微分衍衬观察。

## 2.1 明场观察

用金相显微镜观察试样的显微组织,是靠试样表面反射光的强弱(即黑白灰度的不同)来鉴别。不同的显微组织由于其反射率和吸收率不同,而产生不同的灰度。反射率较大者,则组织较明亮;反射率较小者,组织比较灰暗。

镜筒的调节:首先把试样倒置固定在载物台上,选择一个中等放大倍数的物镜并进行聚焦;打开孔径光阑和视场光阑并调到合适位置,然后用推或拉的方法调节两个目镜之间的距离;在两个目镜上同时用两只眼睛观察放置其中带十字叉的圆环,使得两个视场正好完全重合,这时双目镜筒刻度盘上所读出的数字,就是观察者两眼瞳孔之间的距离(以 mm 为单位)。这个距离对于同一个观察者来说是固定不变的,因此,记下这个读数,在再次观察时可以直接从刻度盘上调节到这个距离。对于不同的视力还可以通过调节目镜螺旋进行矫正,矫正的方法是:先用右眼通过左边的目镜观察试样并用细调旋钮聚焦;然后用左眼通过左边的目镜观察已聚焦的同一试样。如果观察者视力正常,用左眼所看到的物像仍然是清晰的;如果观察者视力弱,这个物像就不清晰,这时应转动左边目镜上的聚焦螺旋(注意绝不能转动细调旋钮)再次聚焦试样使之完全清晰为止,此后在显微镜的使用过程中再不能随意转动目镜聚焦螺旋。

视场光阑和孔径光阑的调节:视场光阑的作用是控制试样照明区域的大小,阻止对于像的形成所不需要的光线进入。因此,视场光阑的大小以开到正好使被观察的物场完全照明为宜,当更换不同放大倍数的物镜时,由于物场大小发生变化,就要重新调节视场光阑。

孔径光阑是决定显微镜像的分辨力和反差的重要光学部件之一。孔径光阑的大小是根据所用物镜的孔径来决定的,当物镜孔径的 70% 被光线充满时,能够达到最好的光学效果。因此,当更换不同数值孔径的物镜时,就要根据物镜数值孔径的 70% 计算值,及时地调节孔径光阑。还必须注意的是:像的亮度绝不能用孔径光阑来调节,而只能用光源亮度或使用中密度滤光片(ND 滤色镜)来调节。用孔径光阑调节像的亮度是显微镜初学者最常犯的错误之一,关闭孔径光阑当然会减少通过的光量,但是它相应地改变了照明的光锥孔径,并引起分辨力的损失和试样上衍射现象的增大,因而会严重地影响像的质量。

光学显微镜的物镜筒壁上都标刻着物镜的各种性能参数。例如:

180: 表示所适用的显微镜机械筒长,即从物镜的肩部到目镜上缘的距离为 180 mm。

PL APO: 表示物镜的矫正程度为平面复消色差;NPL: 表示标准平面消色差。