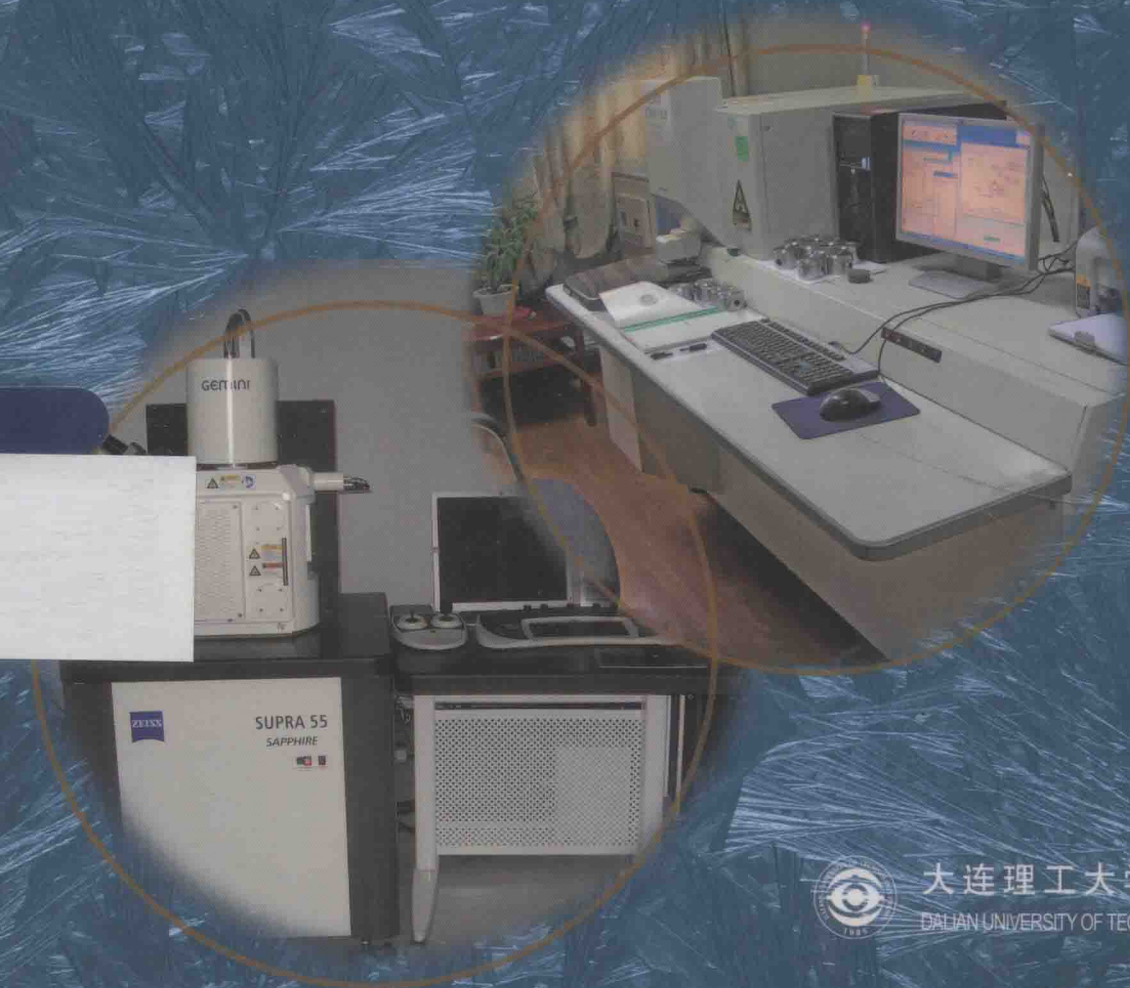


# 近代材料分析方法实验教程

Experiment of Modern Analysis Technique for Materials

邹龙江/主编



大连理工大学出版社  
DALIAN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PRESS

# 近代材料分析方法实验教程

Experiment of Modern Analysis Technique for Materials

主编 邹龙江

主审 王轶农

参编 侯晓多 高晓霞 于凤云

张环月 史淑艳



大连理工大学出版社

DALIAN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PRESS

图书在版编目(CIP)数据

近代材料分析方法实验教程 / 邹龙江主编. — 大连:  
大连理工大学出版社, 2013.9

ISBN 978-7-5611-8246-8

I. ①近… II. ①邹… III. ①工程材料—分析方法—  
实验—高等学校—教材 IV. ①TB3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 226310 号

大连理工大学出版社出版

地址:大连市软件园路 80 号 邮政编码:116023

发行:0411-84708842 邮购:0411-84703636 传真:0411-84701466

E-mail:dutp@dutp.cn URL:http://www.dutp.cn

大连理工印刷有限公司印刷 大连理工大学出版社发行

---

|                  |                    |           |
|------------------|--------------------|-----------|
| 幅面尺寸:185mm×260mm | 印张:6               | 字数:141 千字 |
| 2013 年 10 月第 1 版 | 2013 年 10 月第 1 次印刷 |           |

---

责任编辑:于建辉

责任校对:高 慧

封面设计:季 强

---

ISBN 978-7-5611-8246-8

定 价:15.00 元

# 前言

针对国家教育部颁布的“国家中长期教育改革和发展规划纲要(2010—2020年)”,大连理工大学提出实施精英教育,构建研究型大学本科人才培养新体系,并将本科人才培养目标基本定位在“培养精英人才”。培养精英人才,其首要任务是构建起与培养精英人才这一目标相适应的本科人才培养新体系。在注重通识教育、大类培养和注重个性发展的基础上,强调以学生实践能力与创新能力培养为导向,加强创新性实践环节。

材料学科是一门实践性极强的学科,也是近年来发展最为迅速的学科之一。从某种程度上说,材料学科的教学实践是培养和造就具有创新意识和创新能力的精英人才的主要途径之一。我校材料学科实验教学体系是基于“实施精英教育,培养精英人才”的实践培养模式,针对这一开放性教学理念,本书旨在使学生进一步巩固和掌握各种先进的材料近代分析方法。本实验教程主要安排了与X射线衍射仪、扫描电子显微镜、透射电子显微镜、电子探针X射线显微分析仪、X射线荧光光谱仪等近代分析仪器有关的实验。每个实验既在实验部分阐明了实验目的、实验原理、实验设备及材料、实验内容、实验步骤和方法及实验报告要求,又在实验参考资料里面详细介绍了实验设备及相关知识,供学生预习实验,开拓知识。

本书第1章由邹龙江编写,第2章由侯晓多编写,第3章由高晓霞编写,第4章由于风云编写,第5章由张环月编写,第6章由史淑艳编写。全书由邹龙江副教授担任主编并负责整理编排,王铁农教授担任主审。本书在编写过程中参考了许多书目和文献,主要参考资料列于书后,在此谨向所有参考书目的作者致以诚挚的感谢。在本书的编写过程中,周全同学做了大量的文字校对和排版设计工作,在此亦表示感谢。

本书作为《材料分析方法》的配套教材,可作为材料类本科专业学生的教材,也可以作为研究生和从事材料工作的技术人员的参考书。由于作者水平有限,加之时间仓促,书中难免有谬误,敬请读者批评指正。

编者

2013年6月

于大连理工大学

# 目 录

## 第1章 扫描电子显微分析实验 /1

实验1 扫描电子显微镜的二次电子像和背散射电子像 /1

实验2 扫描电子显微镜断口形貌分析 /3

参考资料1 /7

1.1 扫描电子显微镜的基本结构 /7

1.2 能谱仪的结构 /9

1.3 样品制备 /10

1.4 实验参数的选择 /11

1.5 图像分析 /12

1.6 常见典型断口 /13

1.7 扫描电子显微镜的操作流程 /15

1.8 仪器安全与注意事项 /16

## 第2章 X射线衍射分析实验 /18

实验1 X射线衍射物相定性分析 /18

实验2 薄膜材料物相检测 /20

参考资料2 /21

2.1 X射线衍射仪的构造与操作原理 /21

2.2 测量方式和实验参数的选择 /25

2.3 X射线衍射仪的操作流程 /28

## 第3章 透射电子显微分析实验 /29

实验1 选区电子衍射及衍射谱标定 /29

实验2 透射电子显微镜衍射衬度观察 /31

参考资料3 /32

3.1 透射电子显微镜的基本结构 /33

3.2 透射电子显微镜的成像原理 /36

3.3 样品制备 /36

3.4 透射电子显微镜典型组织形貌 /37

3.5 透射电子显微镜的操作流程 /38

3.6 仪器安全与注意事项 /39

## 第4章 电子探针X射线显微分析实验 /40

实验1 合金样品微区元素分布 /40

实验2 析出相成分分析 /41

参考资料4 /42

4.1 电子探针X射线显微分析仪的基本结构 /42

4.2 电子探针X射线显微分析仪的工作原理 /45

4.3 样品制备要求 /46

4.4 实验参数的选择 /46

4.5 结果分析 /47

4.6 应用 /51

4.7 电子探针X射线显微分析仪的操作流程 /51

## 第5章 X射线荧光光谱分析实验 /53

实验1 X射线荧光光谱定性分析实验 /53

实验2 X射线荧光光谱定量分析实验 /55

参考资料5 /56

5.1 X射线荧光光谱仪的基本结构 /56

5.2 样品制备 /60

5.3 定量分析条件选择 /62

5.4 谱线重叠问题 /65

5.5 XRF-1800 X射线荧光光谱仪的操作流程 /71

附:各种材质工作条件总结 /72

## 第 6 章 激光扫描共聚焦显微分析实验 /77

实验 1 激光扫描共聚焦显微镜微观组织  
形貌观察 /77

实验 2 激光扫描共聚焦显微镜测量表面  
粗糙度 /78

参考资料 6 /79

6.1 激光扫描共聚焦显微镜的基本结  
构 /80

6.2 激光扫描共聚焦显微镜的工作原

理 /80

6.3 样品制备 /81

6.4 实验参数的选择 /84

6.5 图像分析 /86

6.6 表面粗糙度测量标准 /87

6.7 激光扫描共聚焦显微镜的操作流  
程 /88

6.8 仪器安全与注意事项 /89

参考文献 /90

# 第1章 扫描电子显微分析实验

## 实验1 扫描电子显微镜的二次电子像和背散射电子像

### 【实验目的】

- (1) 了解扫描电子显微镜的基本结构及成像原理;
- (2) 了解二次电子像的成像原理及特点;
- (3) 了解背散射电子像的成像原理及特点;
- (4) 掌握根据需要适当选取成像信号的方法。

### 【实验原理】

#### (1) 表面形貌衬度原理

表面形貌衬度是由于样品表面微区形貌差别而形成的像衬度。样品表面微区形貌差别实际上就是各微区表面相对于入射电子束的倾角不同,因此电子束在样品上扫描时任何两点的形貌差别表现为二次电子信号强度的差别,从而在图像中形成表面形貌的衬度。二次电子像的衬度是最典型的表面形貌衬度。

二次电子信号主要来自于样品表层 5~10 nm 的深度范围,它的强度与样品微区表面相对于入射电子束的倾角有关。随着样品微区表面相对于入射电子束的倾角增大,二次电子的产额增多。因此,二次电子像适合于显示表面形貌衬度。

#### (2) 原子序数衬度原理

原子序数衬度是利用对样品表层微区原子序数或化学成分变化敏感的物理信号,如利用背散射电子、吸收电子等作为调制信号而形成的一种能反映微区化学成分差别的像衬度。实验证明,在实验条件相同的情况下,背散射电子信号的强度随原子序数增大而增大。在样品表层平均原子序数较大的区域,产生的背散射电子信号强度较高,背散射电子像中相应的区域显示较亮的衬度;而样品表层平均原子序数较小的区域则显示较暗的衬度。由此可见,背散射电子像中不同区域衬度的差别,实际上反映了样品相应不同区域平均原子序数的差异,据此可定性分析样品微区的化学成分分布。吸收电子像显示的原子序数衬度与背散射电子像显示的原子序数衬度相反,即平均原子序数较大的区域显示较暗的衬度,平均原子序数较小的区域显示较亮的衬度。

由于背散射电子是被样品中的原子反射回来的入射电子,其能量较高,离开样品表面后沿直线运动,因此信号检测器只能检测到直接射向探头的背散射电子,有效收集立体角小,信号强度较低。尤其是背向检测器运动的那些背散射电子,因无法到达检测器而不能被接收,所以利用闪烁体计数器接收背散射电子信号时,只能选取表面平整的样品,实验前样品

表面必须抛光而不需浸蚀。

### 【实验设备及材料】

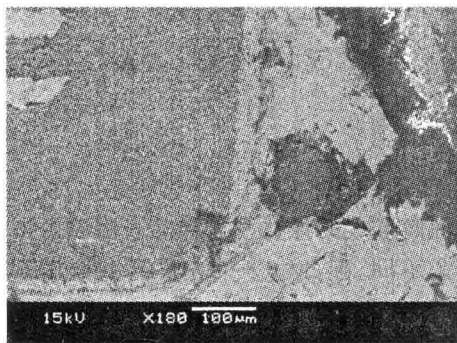
- (1) 扫描电子显微镜(JSM-5600 型)一台;
- (2) 待检测样品若干。

### 【实验内容】

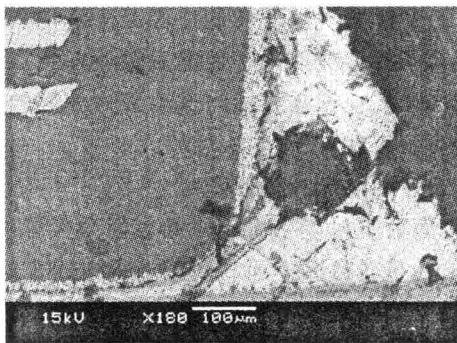
根据实验室提供的样品,拍摄样品同一区域的二次电子像和背散射电子像,并比较两者的异同点。

### 【实验步骤和方法】

- (1) 制备样品,详细的样品制备方法见参考资料 1;
- (2) 用扫描电子显微镜观察并拍摄样品某一区域的二次电子像(图 1-1(a));
- (3) 在同一区域观察并拍摄背散射电子像(图 1-1(b));
- (4) 换不同的区域、不同的样品拍摄多组二次电子像和背散射电子像;
- (5) 分别分析二次电子像与背散射电子像的特点,并比较两者的异同点(图 1-2)。

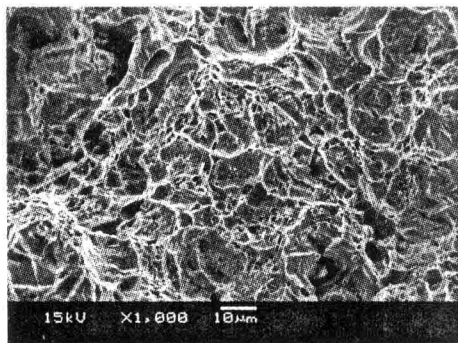


(a) 二次电子(SE)像

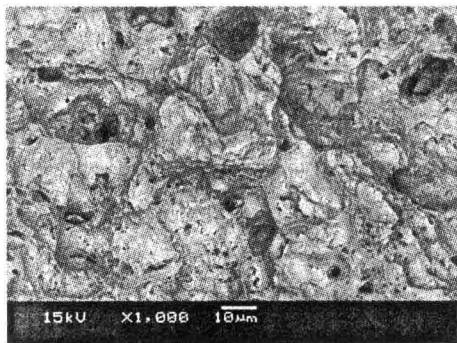


(b) 背散射电子(BSE)像

图 1-1 铁-锡合金在扫描电子显微镜下的表面形貌



(a) 二次电子(SE)像



(b) 背散射电子(BSE)像

图 1-2 30 钢拉伸断口在扫描电子显微镜下的表面形貌

### 【实验报告要求】

- (1) 简述扫描电子显微镜样品的制备方法;
- (2) 简述扫描电子显微镜的成像原理;
- (3) 给出多组二次电子像和背散射电子像,说明二次电子像和背散射电子像的特点,并比较两者的异同点。

## 实验2 扫描电子显微镜断口形貌分析

### 【实验目的】

- (1) 了解扫描电子显微镜在断口形貌分析中的作用；
- (2) 通过对不同断口形貌的分析，掌握扫描电子显微镜分析断口形貌的方法；
- (3) 了解金属材料典型断口形貌特征。

### 【实验原理】

表面形貌衬度是利用对样品表面微区形貌变化敏感的物理信号作为调制信号得到的一种像衬度。因为二次电子信号主要来自样品表层 5~10 nm 的深度范围，它的强度与原子序数没有明确的关系，但对微区表面相对于入射电子束的位向十分敏感。二次电子像分辨率比较高，所以适用于显示表面形貌衬度。

在扫描电子显微镜中，若入射电子束强度  $i_p$  一定时，二次电子信号强度  $i_s$  随样品表面的法线与入射电子束的夹角（倾斜角） $\theta$  的增大而增大。或者说二次电子产额  $\delta$  ( $\delta = i_s/i_p$ ) 与样品表面的倾斜角  $\theta$  的余弦成反比，即

$$\delta = \frac{i_s}{i_p} \propto \frac{1}{\cos \theta}$$

如果断口是由图 1-3(a) 所示的 A、B、C 三个表面所组成；C 表面的二次电子产额大于 A 表面的和 B 表面的，如图 1-3(b) 所示；在荧光屏上 C 表面的像比 A 表面和 B 表面的都亮，如图 1-3(c) 所示。因此在断口表面的尖棱、小粒子、坑穴边缘会产生较多的二次电子，其二次电子像较亮；而在沟槽、深坑、平面处产生的二次电子较少，其二次电子像较暗，由此而形成明暗清晰的断口形貌衬度。

材料的断裂方式主要有穿晶、沿晶、解理、疲劳断裂等。韧窝断口、解理断口、准解理断口、脆性沿晶断口、疲劳断口相应的断口形貌见参考资料 1。

### 【实验设备及材料】

- (1) 扫描电子显微镜(JSM-5600 型)一台；
- (2) 超声清洗仪一台；
- (3) 不同断裂机理下拉伸、冲击断裂的样品若干；
- (4) 吹风机一只；
- (5) 无水酒精一瓶。

### 【实验内容】

利用二次电子像，观察金属断裂典型断口形貌，了解典型断口的微观特征并判断每个断口相应的断裂机理。

### 【实验步骤和方法】

#### (1) 样品制备

对断口上附着的腐蚀介质或污染物进行适当清理(注意:尽量不要使断口产生二次损伤)。当失效件体积太大时需分解或切割。切割前,应先对断口形貌进行宏观分析,确定首断

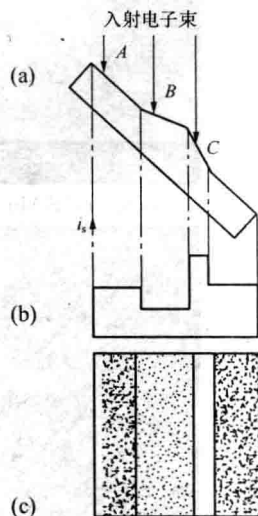


图 1-3 断口形貌衬度原理

部位,然后进一步确定断裂的起始部位,最后将需要分析的部位保护起来;切割时,尽量使用锯、切等不会产生高温的机械方法,以确保重点分析部位不会因高温而产生二次损伤。

## (2)断口形貌观察

### ①断口形貌宏观观察

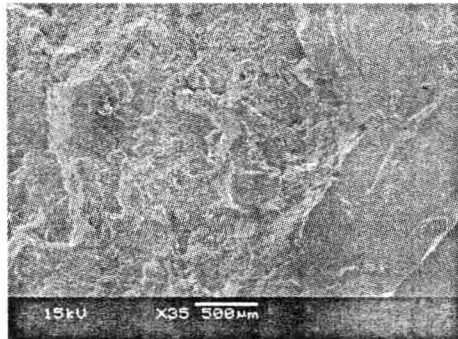
分别在放大镜和扫描电子显微镜 35 倍的放大条件下对断口形貌进行观察分析,判断断裂的起始部位及走向。

### ②断口形貌微观观察

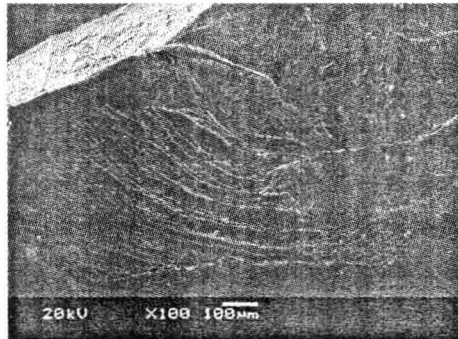
将准备好的样品用导电胶粘在载物盘上,将样品室抽成真空,利用二次电子信号对断口形貌进行观察。图 1-4 为扫描电子显微镜下各种断口形貌。

### ③断口形貌观察的基本步骤

- a.对断口进行低倍观察,全面理解和掌握断口的整体形貌和特征,确定重点部位。
- b.找出断裂起始区,并对断裂源区进行重点分析。
- c.对断裂过程不同阶段的形貌特征逐一进行观察,找出它们的异同点。
- d.断口特征的识别。发现、识别和表征断口形貌特征是断口分析的关键。在观察未知断口时,往往是和已知的断口形貌加以比较来进行识别。
- e.扫描电子显微镜下断口形貌照片的获得。一般一个断口的观察结果要用如下几部分的照片来表述:断口的全貌照片、断裂源区照片、扩展区照片和瞬断区照片。
- f.结合对断口形貌的宏观观察确定断裂源区和扩展方向,最终确定断裂机理。



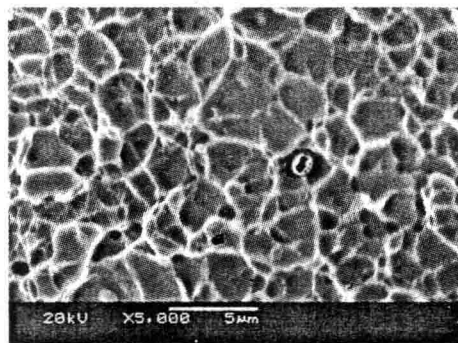
(a)GCr15SiMn 轴承钢脆性断口形貌



(b)20 钢疲劳断口形貌



(c)316L 不锈钢疲劳断口形貌



(d)20 钢韧性断口形貌

图 1-4 扫描电子显微镜下各种断口形貌

**【实验报告要求】**

- (1) 简述断口样品的制备过程;
- (2) 给出扫描电子显微镜下某个断口形貌由低倍到高倍的一系列照片并分析其特征;
- (3) 给出不同断裂机理的断口形貌的照片,并分析相应的断裂机理。

## 实验3 扫描电子显微镜微区成分分析

**【实验目的】**

- (1) 了解能谱仪的原理和结构;
- (2) 运用扫描电子显微镜、能谱仪进行样品夹杂物及微区成分的分析。

**【实验原理】**

高能电子束与样品中的原子相互作用,可引起一个内层电子的发射,使原子处于高能激发态。在原子随后的去激过程中,即外层的电子发生跃迁的过程,会发射出某个能量的特征X射线或俄歇电子,使原子能量降低。若以辐射特征X射线的形式释放能量,则

$$\lambda = hc/E$$
$$\lambda = hc/E_K - E_L$$

式中  $\lambda$ ——特征X射线的波长;

$E$ ——特征X射线的能量;

$h$ ——普朗克常数;

$c$ ——光速;

$E_K$ ——K层特征X射线的能量;

$E_L$ ——L层特征X射线的能量。

元素的特征X射线能量和波长各有其特征值。莫塞莱(H.G.Moseley)定律确定了特征X射线的波长与元素的原子序数 $Z$ 之间的关系:

$$\lambda = P(Z - \sigma)^{-2}$$

式中  $P$ ——对特定始、终态的跃迁过程, $P$ 为常数;

$\sigma$ ——核屏蔽系数,K系谱线时, $\sigma=1$ 。

能谱仪(EDS)是利用不同元素产生的X光子的能量不同,由X射线检测器(如Si(Li)固态检测器)接收后给出电脉冲信号,经放大器放大整形后送入多道脉冲高度分析器,然后在荧光屏上把脉冲数-脉冲能量曲线显示出来,这就是X光子的能谱曲线。

**【实验设备及材料】**

- (1) 扫描电子显微镜(JSM-5600型)一台;
- (2) 待检测样品若干。

**【实验内容】**

根据实验室提供的样品,对样品夹杂物及微区成分进行点分析、线分析及面分析。

**【实验步骤和方法】****(1) 点分析**

获得样品中一个选定点的全谱分析,确定夹杂物、第二相等的选定点中所含元素的种类

和浓度(定量分析)。图 1-5 中箭头所指区域为夹杂物分析区域,能谱定点分析结果如图 1-6 所示。

由于带能谱分析的扫描电子显微镜是在观察样品微观形貌的同时对某一选定点进行分析,避免了样品的移动,消除了再次寻找这一点的不准确性,可以在不影响图像分辨率的前提下对该点进行准确定量、定性分析,所以微区点分析非常准确。

### (2)线分析

获得样品在一个选定直线上的某一元素的浓度变化(定性分析)。

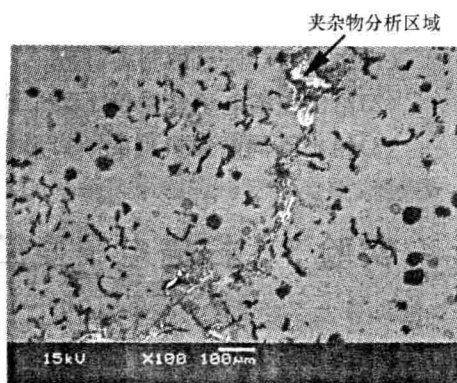


图 1-5 扫描电子显微镜下夹杂物的形态

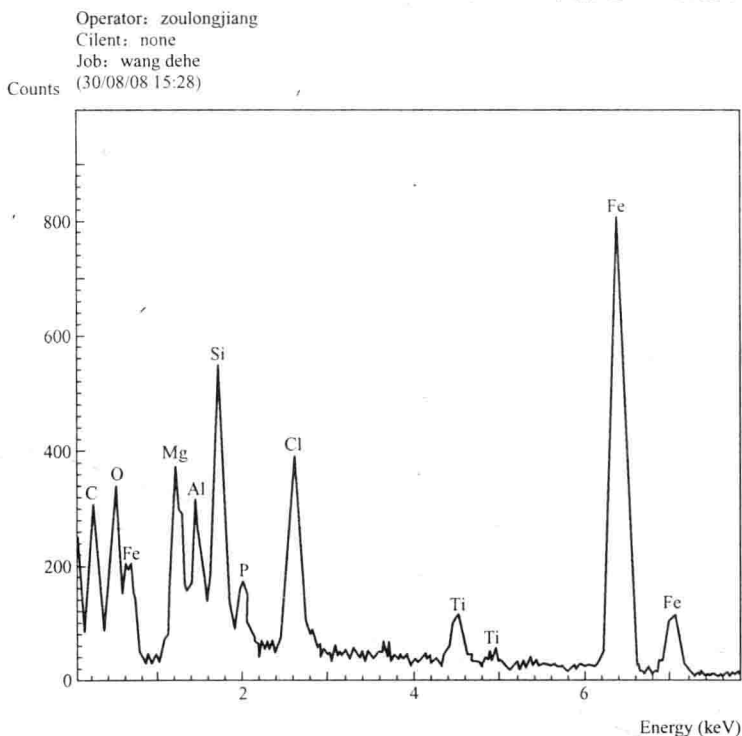


图 1-6 能谱定点分析结果

让电子束在样品观察区内沿一选定直线进行慢速扫描,而显像管中电子束的横向扫描与电子束在样品上的扫描同步,用能谱仪检测到的特征 X 射线信号强度调制显像管的纵向位置,就可以得到反映该元素含量变化的特征 X 射线强度的线分布。

### (3)面分析

获得样品在一个选定区域内某一元素的浓度分布图(定性分析)。

当电子束在样品上作二维光栅扫描时,用输出的脉冲信号调制同步扫描的显像管亮度,在荧光屏上得到许多亮点组成的图像,称为特征 X 射线元素面分布图,即对元素的面分析。

### 【实验报告要求】

- (1)明确实验目的;
- (2)简述能谱仪的工作原理,即特征 X 射线信号的接收、转换及显示过程;

(3)结合元素定性和定量分析的结果及样品表面形貌,说明能谱分析方法的特点。

## 参考资料 1

扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscope, SEM)是一种用于观察物体表面结构的电子光学仪器。扫描电子显微镜具有放大倍数可调范围宽、图像的分辨率高、图像景深大等特点。

扫描电子显微镜可直接对断口形貌进行观察,无须破坏样品,便于对断裂部位进行最直接的原因分析,是其他检测仪器无法替代的,因此常用于断裂分析,如对坯、管、轨、线、板、辊等各类金属制品的断裂分析。同时,配合能谱仪对样品直接进行微区成分分析,如面分析、线分析和点分析;对样品中的夹杂物、异物可直接进行定性、定量分析。

## 1.1 扫描电子显微镜的基本结构

扫描电子显微镜是目前较先进的一种大型精密分析仪器,它在材料科学、地质、石油、矿物、半导体及集成电路等方面得到了广泛的应用。其优点如下:

- (1)仪器分辨率高。二次电子像分辨率可达  $7\sim 10\text{ nm}$ 。
- (2)仪器放大倍数变化范围大(从几十到几十万倍),且连续可调。
- (3)图像景深大,富有立体感,可直接观察起伏较大的粗糙表面。
- (4)样品制备简单。
- (5)扫描电子显微镜装上能谱仪后,可对样品微区进行成分分析。

扫描电子显微镜是由电子光学系统,信号收集处理、图像显示和记录系统,真空系统三个基本部分组成。图 1-7 为扫描电子显微镜实物图和结构原理图。

### 1.1.1 电子光学系统

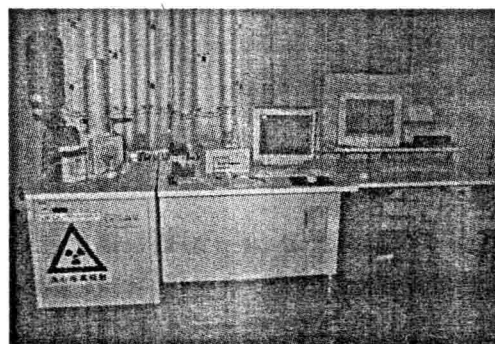
电子光学系统由电子枪、电磁透镜、扫描线圈和样品室等部件组成。其作用是得到电子束,作为使样品产生各种物理信号的激发源。为获得较高的信号强度和图像分辨率,电子束应具有较高的亮度和尽可能小的束斑直径。

#### 1. 电子枪

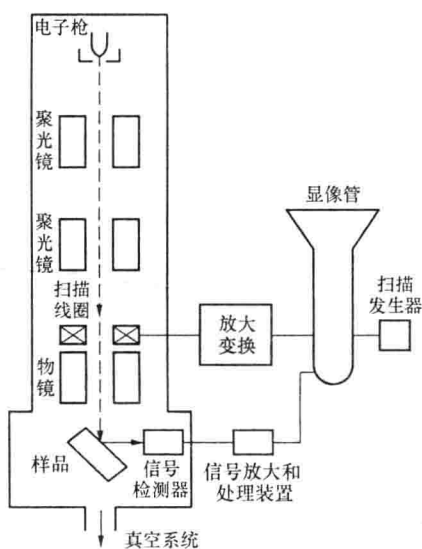
扫描电子显微镜中的电子枪与透射电子显微镜的电子枪相似,其作用是利用阴极与阳极间的加速电压产生高能量的电子束。

#### 2. 电磁透镜

电磁透镜的功能是把电子枪发射的电子束束斑逐级聚焦缩小,照射到样品上的电子束束斑越小,图像的分辨率就越高。扫描电子显微镜所用的电磁透镜通常分为聚光镜和物镜。聚光镜是强透镜,缩小电子束束斑;物镜是弱透镜,焦距长,便于在其和样品室之间装入各种信号检测器。为了降低电子束的发散程度,每个电磁透镜都装有光阑。为了消除像散,每个电磁透镜都装有消像散器。



(a) 实物图



(b) 结构原理图

图 1-7 扫描电子显微镜

### 3. 扫描线圈

扫描线圈的作用是提供样品表面上电子束以及显像管中电子束在荧光屏上的同步扫描信号;改变电子束在样品表面的扫描宽度,以获得所需放大倍数的扫描电子显微图像。扫描电子显微镜的放大倍数等于荧光屏的宽度与电子束在样品上扫描的宽度之比。电子束在样品表面进行扫描的方式有两种:光栅扫描方式与角栅扫描方式。

### 4. 样品室

样品室内除放置样品外,还安放了信号检测器。各种不同信号的收集与相应检测器的安放位置有很大的关系,如果安放不当,则有可能收不到信号或收到的信号很弱,从而影响分析精度。

扫描电子显微镜的样品室空间较大,一般可放置  $\phi 20\text{ mm} \times 10\text{ mm}$  的块状样品。为适应断口实物等大型样品的需求,近年来开发了可放置尺寸在  $\phi 125\text{ mm}$  以上的大样品台。观察时,样品台可根据需要沿  $x$ 、 $y$  及  $z$  三个方向移动,在水平面内旋转或者沿水平轴倾斜。

#### 1.1.2 信号收集处理、图像显示和记录系统

信号收集处理、图像显示和记录系统包括信号检测器、信号放大和处理装置、显示装置。常用的物理信号,如二次电子、背散射电子和透射电子等都可采用闪烁体计数器来进行检测。信号电子进入闪烁体后即引起电离,当离子和自由电子复合后就产生可见光。可见光信号通过光导管进入光电倍增管,可见光信号被放大后又转换成电流信号输出,电流信号经视频放大器放大后就成为调制信号。如前所述,样品表面的电子束和显像管中电子束是同步扫描的,荧光屏上每一点的亮度是根据样品上被激发出来的特征 X 射线的信号强度来调制的。由于样品上各点的状态各不相同,所以接收到的特征 X 射线的信号也不相同,于是就可以在荧光屏上看到一幅反映样品各点状态的扫描电子显微图像。

### 1.1.3 真空系统

真空系统的作用是建立能确保电子光学系统正常工作,防止样品污染所必需的真空区。一般情况下要求保持优于  $1 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-2}$  Pa 的真空度。

## 1.2 能谱仪的结构

能谱仪主要由控制及指令系统,X射线信号检测系统,信号转换、分类及储存系统,数据输出及显示系统组成。电子束从样品中所激发的特征X射线信号由X射线检测器接收,形成电压脉冲信号,其脉冲高度与进入的特征X射线的能量成正比。然后经放大器进一步放大成形,送到多道脉冲高度分析器,按照特征X射线的能量大小分别在不同的通道内计数。最后在记录仪或荧光屏上把脉冲数即特征X射线的强度与特征X射线的能量的关系曲线显示出来,即特征X射线能谱图,横坐标是特征X射线的能量,纵坐标是特征X射线的强度。图1-8为Si(Li)固态检测器作探头的能谱仪结构示意图。

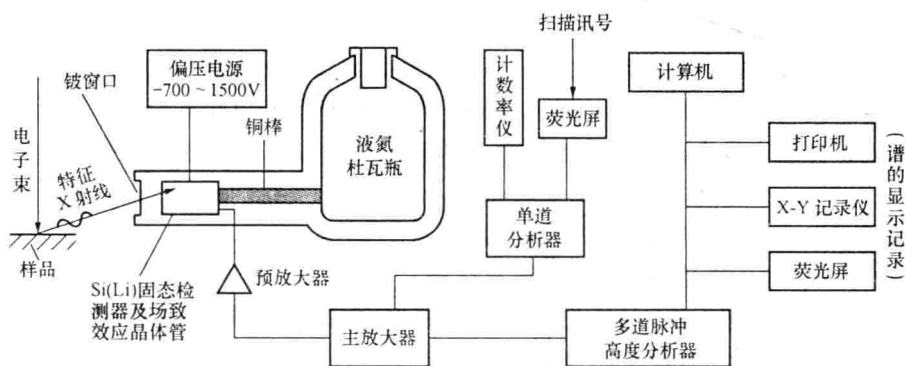


图 1-8 Si(Li) 固态检测器作探头的能谱仪结构示意图

### 1.2.1 控制及指令系统

控制及指令系统主要是控制键盘。操纵者通过控制键盘上的各种按钮和字符,向计算机发出指令,调用分析计算所需的各种程序,回答计算机提出的问题等。

### 1.2.2 X射线信号检测系统

X射线信号检测系统包括X射线检测器(如Si(Li)固态检测器)、场致效应晶体管、前置放大器及主放大器等主要部件。其作用是将接收的特征X射线信号进行转换和放大,得到与X光子能量成正比的电压脉冲信号。

### 1.2.3 信号转换、分类及储存系统

信号转换、分类及储存系统即多道脉冲高度分析器(简称多道分析器)。它包括模数转换器及储存器等部件,其主要作用是将主放大器输出的电压脉冲信号转换为高频时钟脉冲数,并将其储存到代表不同能量值的相应通道中,完成对不同能量的X光子的分类和计数。

### 1.2.4 数据输出及显示系统

数据输出及显示系统包括打印机、X-Y 记录仪及视频转换器(荧光屏),可将成分分析结果以数字形式打印输出,或以谱线的形式显示在荧光屏上,并可进行拍照记录。

## 1.3 样品制备

样品制备技术在电子显微术中占有重要的地位,它直接关系到电子显微图像的观察效果和对图像的正确解释。如果制备不出适合电子显微镜特定观察条件的样品,即使仪器性能再好,也不会得到好的观察效果。

和透射电子显微镜相比,扫描电子显微镜的样品制备比较简单。在保持材料原始形状的情况下,直接观察和研究样品表面形貌及其他物理效应(特征),是扫描电子显微镜的一个突出优点。扫描电子显微镜的有关样品制备技术是以透射电子显微镜、光学显微镜及电子探针 X 射线显微分析仪的样品制备技术为基础发展起来的,有些方面还兼具透射电子显微镜样品制备技术,所用设备也基本相同。但因扫描电子显微镜有其本身的特点和观察条件,只简单地引用已有的样品制备方法是不够的。扫描电子显微镜观察样品的特点如下:

(1)被观察样品可为不同大小的固体(块状、薄膜、颗粒),并可在真空中直接进行观察。

(2)被观察样品应具有良好的导电性能,不导电的样品,其表面一般需要蒸涂一层金属导电膜。

(3)被观察样品表面一般起伏(凹凸)较大。

(4)观察方式不同,样品制备方法有明显区别。

(5)样品制备与加速电压、电子束束流、扫描速度(方式)等观察条件的选择有密切关系。

上述特点中对样品导电性要求是至关重要的。在用扫描电子显微镜进行观察时,如果样品表面不导电或导电性不好,将产生电荷积累和放电,使得电子束偏离正常路径,最终造成图像不清晰乃至无法观察和拍照。

#### 1.3.1 块状样品的制备

##### 1. 导电性材料

导电性材料主要是指金属,一些矿物和半导体材料也具有一定的导电性。这类材料的样品制备最为简单。只要使样品大小不超过仪器规定的尺寸(样品直径最大为  $\phi 25$  mm,最厚不超过 20 mm 等),然后用导电胶带粘在载物盘上,即可放到扫描电子显微镜下直接进行观察。

##### 2. 非导电性材料

利用扫描电子显微镜观察高分子材料(塑料、纤维和橡胶)、陶瓷、玻璃、木材及羊毛等不导电或导电性很差的非金属材料时,一般都要事先用真空镀膜机或离子溅射仪在样品表面上蒸涂(沉积)一层重金属导电膜(我们一般是在样品表面蒸涂一层金膜),这样既可以消除样品荷电效应,又可以增加样品表面导电导热性,减少电子束造成的样品(如高分子及生物样品)损伤,提高二次电子发射率。除用真空镀膜机制备导电膜外,利用离子溅射仪制备样

品表面导电膜能收到更好的效果。

### 1.3.2 粉末状样品的制备

首先,在载物盘上粘上双面胶带;其次,取少量粉末状样品,放在胶带上靠近载物盘圆心部位;然后,用吹气橡胶球沿载物盘径向朝外轻吹(注意:不可用嘴吹气,以免唾液粘在粉末状样品上;也不可用工具拨粉末状样品,以免破坏粉末状样品表面形貌),以使粉末状样品可以均匀分布在胶带上,也可以把黏结不牢的粉末状样品吹走(以免污染镜体);最后,在胶带边缘涂上导电银浆以连接粉末状样品与载物盘,等银浆干了之后就可以进行蒸金处理。(注意:无论是导电还是不导电的样品在粉末状态下,都需要进行蒸金处理或采用价格较昂贵的碳导电双面胶带,因为样品即使在非粉末状态下导电,在粉末状态下颗粒间紧密接触的几率是很小的,导电性很差。)

### 1.3.3 蒸 金

利用离子溅射仪制备样品表面导电膜时,溅射过程是在真空度为  $2\sim 20\text{ Pa}$  条件下完成的,阳极(样品)与阴极(金靶)之间加  $500\sim 1000\text{ V}$  直流电压,使残余气体产生电离后的阳离子和电子在极间电场作用下,分别移向阴极和阳极。在阳离子轰击下,金靶表面迅速产生金粒子溅射,并在不断地遭受残余气体散射的过程中,金粒子从各个方向落到处于阳极位置的样品表面,形成一定厚度的导电膜,整个过程只需  $1\sim 2\text{ min}$ 。离子溅射法设备简单,操作方便,喷涂导电膜具有较好的均匀性和连续性,是正在广泛采用的方法。此外,利用离子溅射仪对样品进行选择性的减薄(蚀刻)或清除表面污染物等工作也很有效。

## 1.4 实验参数的选择

### 1.4.1 扫描电子显微镜基本参数的选择

#### 1. 电子束与电子光学系统中心合轴

当扫描电子显微镜加热灯丝处于饱和时发射出的电子束通过阳极进入电磁透镜,通过电磁透镜和光阑照射到样品上,只有在电子束与电子光学系统中心合轴时,才能获得最大亮度。通过机械式或电磁式两种方法均可使电子束与电子光学系统中心合轴。通过反复调整,在荧光屏上得到最亮的图像。

#### 2. 加速电压的选择

随着加速电压的增大,扫描电子显微镜的分辨率增加,荷电效应增大,但图像衬度随加速电压增大反而降低,并且加速电压过高时污染严重,所以一般在  $20\text{ kV}$  以下进行初步观察,而后根据不同的目的选择不同的电压值。

#### 3. 聚光镜激磁电流的选择

聚光镜激磁电流与成像质量有很大关系。在加速电压和光阑固定的情况下聚光镜激磁电流越大,电子束束斑越小,图像的分辨率也会越高,但是样品的照射电流(电子束束流)减小使图像变得粗糙,噪声增多。