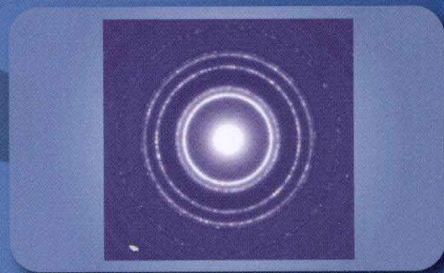
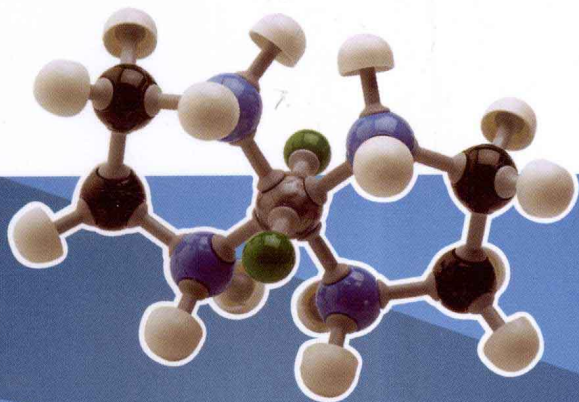


# 材料科学与工程实验系列教材

总主编 崔占全 潘清林 赵长生 谢峻林  
总主审 王明智 翟玉春 肖纪美



## 材料现代分析测试实验教程

主 编 潘清林  
副主编 徐国富 李 慧  
主 审 李 周

荟材料实验之经典 拓学生创新之潜力

数十所高校参与、多家出版社联合打造  
材料科学与工程实验教学研究会倾力推荐

冶金工业出版社  
国防工业出版社

北京大学出版社  
哈尔滨工业大学出版社

材料科学与工程实验系列教材

总主编 崔占全 潘清林 赵长生 谢峻林

总主审 王明智 翟玉春 肖纪美

# 材料现代分析测试实验教程

主 编 中南大学 潘清林

副主编 中南大学 徐国富

燕山大学 李 慧

主 审 中南大学 李 周

北 京

冶金工业出版社

北京大学出版社

国防工业出版社

哈尔滨工业大学出版社

2011

## 内 容 提 要

本书主要介绍了材料现代分析测试的实验方法、技术和手段,内容包括材料 X 射线衍射分析、电子显微分析以及能谱、波谱与光谱分析等 34 个典型的和共性的实验。每个实验既阐明了实验目的、基本原理与实验内容,又介绍了实验仪器设备、实验步骤与方法,同时提出了对实验报告的要求,旨在为材料现代分析测试的实验教学提供指导。

本书可作为高等院校材料科学与工程专业本科生和研究生的实验指导书,也可供从事材料分析检测的科技人员和相关专业的工程技术人员参考。

### 图书在版编目(CIP)数据

材料现代分析测试实验教程/潘清林主编. —北京:冶金工业出版社, 2011. 8

材料科学与工程实验系列教材

ISBN 978-7-5024-5668-9

I. ①材… II. ①潘… III. ①工程材料—分析方法—实验—高等学校—教材 ②工程材料—测试技术—实验—高等学校—教材  
IV. ①TB3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 177864 号

出 版 人 曹胜利

地 址 北京北河沿大街嵩祝院北巷 39 号, 邮编 100009

电 话 (010)64027926 电子信箱 yjchs@cnmip.com.cn

责任编辑 尚海霞 张熙莹 美术编辑 李 新 版式设计 孙跃红

责任校对 王永欣 责任印制 牛晓波

ISBN 978-7-5024-5668-9

北京鑫正大印刷有限公司印刷;冶金工业出版社发行;各地新华书店经销

2011 年 8 月第 1 版, 2011 年 8 月第 1 次印刷

787mm × 1092mm 1/16; 12.75 印张; 309 千字; 191 页

25.00 元

冶金工业出版社发行部 电话:(010)64044283 传真:(010)64027893

冶金书店 地址:北京东四西大街 46 号(100010) 电话:(010)65289081(兼传真)

(本书如有印装质量问题,本社发行部负责退换)

# 《材料科学与工程实验系列教材》

## 总编委会

总主编 崔占全 潘清林 赵长生 谢峻林

总主审 王明智 翟玉春 肖纪美

# 《材料科学与工程实验系列教材》

## 编写委员会成员单位

(按汉语拼音排序)

北方民族大学、北华航天工业大学、北京科技大学、成都理工大学、大连交通大学、大连理工大学、东北大学、东北大学秦皇岛分校、哈尔滨工业大学、河南工业大学、河南科技大学、河南理工大学、佳木斯大学、江苏科技大学、九江学院、兰州理工大学、南昌大学、南昌航空大学、清华大学、山东大学、陕西理工大学、沈阳工业大学、沈阳化工大学、沈阳理工大学、四川大学、太原科技大学、太原理工大学、天津大学、武汉理工大学、西南石油大学、燕山大学、郑州大学、中国石油大学(华东)、中南大学

# 《材料科学与工程实验系列教材》

## 出版委员会

(除出版本书出版社外, 其他出版社按汉语拼音排序)

冶金工业出版社 曹胜利 张 卫 刘小峰

北京大学出版社 杨立范 林章波 童君鑫

国防工业出版社 邢海鹰 辛俊颖

哈尔滨工业大学出版社 黄菊英 杨 桦 许雅莹

## 序 言

近年来,我国高等教育取得了历史性突破,实现了跨越式的发展,高等教育由精英教育变为大众化教育。以国家需求与社会发展为导向,走多样化人才培养之路是今后高等教育教学改革的一项重要内容。

作为高等教育教学内容之一的实验教学,是培养学生动手能力、分析问题、解决问题能力的基础,是学生理论联系实际纽带和桥梁,是高等院校培养创新开拓型和实践应用型人才的重要课堂。因此,实验教学及国家级实验示范中心建设在高等学校建设上至关重要,在高等院校人才培养计划中亦占有极其重要的地位。但长期以来,实验教学存在以下弊病:

1. 在高等学校的教学中,存在重理论轻实践的现象,实验教学长期处于从属理论教学的地位,大多没有单独设课,忽视对学生能力的培养;
2. 实验教师队伍建设落后,师资力量匮乏,部分实验教师由于种种原因进入实验室,且实验教师知识更新不够;
3. 实验教学学时有限,且在教学计划中实验教学缺乏系统性,为了理论教学任务往往挤压实验教学课时,实验教学没有被置于适当的位置;
4. 实验内容单调,局限在验证理论;实验方法呆板、落后,学生按照详细的实验指导书机械地模仿和操作,缺乏思考、分析和设计过程,被动地重复几年不变的书本上的内容,整个实验过程是教师抱着学生走;设备缺乏且陈旧,组数少,大大降低了实验效果;
5. 整个高等学校存在实验室开放程度不够,实验室的高精尖设备学生根本没有机会操作,更谈不上学生亲自动手及培养其分析问题与解决问题的能力。

这样,怎么能培养出适应国家“十二五”发展规划以及建设“创新型

国家”需求的合格毕业生？

“百年大计，教育为本；教育大计，教师为本；教师大计，教学为本；教学大计，教材为本。”有了好的教材，就有章可循，有规可依，有鉴可借，有路可走。师资、设备、资料（首先是教材）是高等院校的三大教学基本建设。

为了落实教育部“质量工程”及“卓越工程师”计划，建设好材料类特色专业与国家级实验示范中心，实现培养面向21世纪高等院校材料类创新型综合性应用人才的目的，国内涉及材料科学与工程专业实验教学的40余所高校及国内四家出版社100多名专家、学者，于2011年1月成立了“材料科学与工程实验教学研究会”。“研究会”针对目前国内材料类实验教学的现状，以提升材料实验教学能力和传输新鲜理念为宗旨，团结全国高校从事材料科学与工程类实验教学的教师，共同研究提高我国材料科学与工程类实验教学的思路、方法，总结教学经验；目标是，精心打造出一批形式新颖、内容权威、适合时代发展的材料科学与工程系列实验教材，并经过几年的努力，成为优秀的精品课程教材。为此，成立“实验系列教材编审委员会”，并组成以国内有关专家、院士为首的高水平“实验系列教材总编审指导委员会”，其任务是策划教材选题，审查把关教材总体编写质量等；还组成了以教学第一线骨干教师为首的“实验教材编写委员会”，其任务是，提出、审查编写大纲，编写、修改、初审教材等。此外，冶金工业出版社、国防工业出版社、北京大学出版社、哈尔滨工业大学出版社等组成了本系列实验教材的“出版委员会”，协调、承担本实验教材的出版与发行事宜等。

为确保教材品位、体现材料科学与工程实验教材的国家级水平，“编委会”特意对培养目标、编写大纲、书目名称、主干内容等进行了研讨。本系列实验教材的编写，注意突出以下特色：

1. 实验教材的编写与教育部专业设置、专业定位、培养模式、培养计划、各学校实际情况联系在一起；坚持加强基础、拓宽专业面、更新实验教材内容的基本原则。

2. 实验教材编写紧跟世界各高校教材编写的改革思路。注重突出人才素质、创新意识、创造能力、工程意识的培养,注重动手能力,分析问题及解决问题能力的培养。

3. 实验教材的编写与专业人才的社会需求实际情况联系在一起,做到宽窄并举;教材编写应听取用人单位专业人士的意见。

4. 实验教材编写突出专业特色、深浅度适中,以编写质量为实验教材的生命线。

5. 实验教材的编写,处理好该实验课与基础课之间的关系,处理好该实验课与其他专业课之间的关系。

6. 实验教材编写注意教材体系的科学性、理论性、系统性、实用性,不但要编写基本的、成熟的、有用的基础内容,同时也要将相关的未知问题在教材中体现,只有这样才能真正培养学生的创新意识。

7. 实验教材编写要体现教学规律及教学法,真正编写出一本教师及学生都感觉到得心应手的教材。

8. 实验教材的编写要注意与专业教材、学习指导、课堂讨论及习题集等配套教材的编写成龙配套,力争打造立体化教材。

本材料科学与工程实验系列教材,从教学类型上可分为:基础入门型实验,设计研究型实验,综合型实践实验,软件模拟型实验,创新开拓型实验。从教材题目上,包括材料科学基础实验教程(金属材料工程专业);机械工程材料实验教程(机械类、近机类专业);材料科学与工程实验教程(金属材料工程);高分子材料实验教程(高分子材料专业);无机非金属材料实验教程(无机专业);材料成型与控制实验教程(压力加工分册);材料成型与控制实验教程(铸造分册);材料成型与控制实验教程(焊接分册);材料物理实验教程(材料物理专业);超硬材料实验教程(超硬材料专业);表面工程实验教程(材料的腐蚀与防护专业)等一系列与材料有关的实验教材。从内容上,每个实验包含实验目的、实验原理、实验设备与材料、实验内容与步骤、实验注意事项、实验报告要求、思考题等内容。



本实验系列教材由崔占全（燕山大学）、潘清林（中南大学）、赵长生（四川大学）、谢峻林（武汉理工大学）任总主编；王明智（燕山大学）、翟玉春（东北大学）、肖纪美（北京科技大学、院士）任总主审。

经全体编审教师的共同努力，本系列教材的第一批教材即将出版发行，我们殷切期望此系列教材的出版能够满足国内高等院校材料科学与工程类各个专业教育改革发展的需要，并在教学实践中得以不断充实、完善、提高和发展。

本材料科学与工程实验系列教材涉及的专业及内容极其广泛。随着专业设置与教学的变化和发展，本实验系列教材的题目还会不断补充，同时也欢迎国内从事材料科学与工程专业的教师加入我们的队伍，通过实验教材这个平台，将本专业有特色的实验教学经验、方法等与全国材料实验工作者同仁共享，为国家复兴尽力。

由于编者水平及时间所限，书中不足之处，敬请读者批评指正。

材料科学与工程实验教学研究会  
材料科学与工程实验系列教材编写委员会

2011年7月

# 前 言

目前，材料分析方法和测试技术发展迅速，有关材料分析测试方法的教材也很多，但多数教材只是针对某一种或有限的几种分析测试方法进行阐述，理论性强，不能完全满足当代材料科学与工程学科对人才培养的“厚基础、宽口径、强能力、高素质”目标要求，因此，在实际教学和人才培养中，迫切需要一部既与材料现代分析测试方法或有关课程（材料结构分析、X射线衍射分析、电子显微分析等）内容联系紧密，又具有相对独立性和实用性的实验教材，为此我们编写了本书。

本书重点介绍了材料现代分析测试的实验方法、技术和手段，内容主要包括材料X射线衍射分析、电子显微分析以及能谱、波谱与光谱分析等34个典型的和共性的实验。每个实验既阐明了实验目的、基本原理与实验内容，又介绍了实验仪器设备、实验步骤与方法，同时提出了对实验报告的要求，旨在为材料现代分析测试的实验教学和有关人员材料分析检测的实验技能、创新能力和综合研究能力的提高提供指导。

本书的主要特点是：第一，根据材料学科发展的最新动态，坚持面向“材料科学与工程”一级学科，将原来分属于不同课程的有关材料结构、成分与特性分析测试的方法进行了优化整合。第二，注重探索实验教材新的体系结构。在实验内容的编配上，尽可能安排以全面提高学生实验技能为主的典型的共性基础实验，同时又根据近年来材料分析测试技术最新发展成果，增加了部分分析测试的新方法和新技术，以提高学生创新能力和综合研究能力为主的某些实验。第三，吸取了国内同类实验教材的精华，实验内容具有一定的深度与广度，既增强了适用性和针对性，又把握了科学性和系统性。本书可作为高等院校材料科学与工程专业本科生和研究生的实验指导书，也可供从事材料分析检测的科技人员和相关专业的工程技术人员参考。

本书由中南大学潘清林教授任主编，中南大学徐国富研究员和燕山大学李慧高级工程师任副主编。参加编写的有中南大学潘清林（实验 28 ~ 实验 34），徐国富（实验 9 ~ 实验 12，实验 21 和实验 22），黄继武（实验 1 ~ 实验 4，实验 24 ~ 实验 27）；燕山大学李慧（实验 13 ~ 实验 17）；大连理工大学李晓娜（实验 18 ~ 实验 20，实验 23）；沈阳理工大学娄长胜（实验 5 ~ 实验 8）。附录由何运斌博士收集和整理。中南大学李周教授对全书进行了审定。

本书在编写过程中，参考了中南大学材料科学与工程学院以及许多兄弟院校所编写的实验教材和实验指导书，中南大学尹志民教授和汪明朴教授，燕山大学崔占全教授和王明智教授对本书的初稿提出了宝贵的修改意见，本书的出版得到了冶金工业出版社的大力支持，谨此一并深表谢意。

由于编者水平所限，书中不足之处恳请广大读者批评指正。

编 者

2011 年 5 月于中南大学

# 目 录

<b>第一章 X 射线衍射分析</b> .....	1
实验 1 X 射线衍射仪的结构、原理与使用 .....	1
实验 2 物相定性分析 .....	12
实验 3 物相定量分析 .....	17
实验 4 点阵常数的精确测量 .....	21
实验 5 微观应力与亚晶尺寸的测量 .....	24
实验 6 表面残余应力（宏观内应力）的测量 .....	28
实验 7 织构的测定 .....	32
实验 8 非晶态材料结构径向分布函数的测定 .....	36
<b>第二章 电子显微分析</b> .....	45
实验 9 扫描电镜的结构、工作原理及使用 .....	45
实验 10 扫描电镜的二次电子像及断口形貌分析 .....	51
实验 11 扫描电镜的背散射电子像及高倍组织观察 .....	55
实验 12 背散射电子衍射分析 .....	58
实验 13 透射电镜的结构、成像原理及使用 .....	63
实验 14 透射电镜样品的制备 .....	67
实验 15 透射电镜典型组织的观察 .....	74
实验 16 选区电子衍射及相机常数的测定 .....	78
实验 17 TEM 分析中高分辨像的成像操作与观察 .....	82
<b>第三章 能谱、波谱与光谱分析</b> .....	87
实验 18 能谱仪的结构、原理及使用 .....	87
实验 19 块状试样的 X 射线能谱分析 .....	95
实验 20 薄试样的 X 射线能谱分析 .....	100
实验 21 X 射线光电子能谱分析 .....	107
实验 22 俄歇电子能谱分析 .....	111
实验 23 波谱仪的结构、原理及应用 .....	116
实验 24 核磁共振波谱分析 .....	122
实验 25 等离子体原子发射光谱分析 .....	125

实验 26 红外光谱分析	129
实验 27 激光拉曼光谱分析	136
<b>第四章 其他现代材料分析</b>	<b>139</b>
实验 28 电子探针的结构、原理及应用	139
实验 29 扫描探针显微镜分析	150
实验 30 原子力显微镜分析	154
实验 31 综合热分析	158
实验 32 纳米压痕分析	163
实验 33 激光粒度分析与 Zeta 电位测量	166
实验 34 正电子在材料中湮没的寿命测量与分析	170
<b>附 录</b>	<b>177</b>
附录 1 常用基本物理常数	177
附录 2 各种点阵的结构因子 ( $F_{HKL}^2$ )	178
附录 3 多晶体衍射的多重性因子 ( $P_{HKL}$ )	178
附录 4 常用各种类型的电解减薄液和减薄条件	178
附录 5 常见晶体的标准电子衍射花样	180
附录 6 红外光谱常用表	186
附录 7 核磁共振常用图表	189
<b>参考文献</b>	<b>191</b>

# 第一章

## X射线衍射分析

### 实验 1 X 射线衍射仪的结构、原理与使用

#### [实验目的]

- (1) 了解 X 射线衍射仪的构造与操作原理；
- (2) 了解 X 射线衍射仪的操作过程及步骤；
- (3) 掌握 X 射线衍射样品的制备方法；
- (4) 了解 X 射线的安全防护规定和措施。

#### [实验原理]

##### 一、X 射线衍射仪的基本构造与原理

记录、研究物质 X 射线衍射图谱的仪器基本组成包括 X 射线源、样品及样品位置取向的调整机构或系统、衍射线方向和强度的测量系统、衍射图的处理分析系统四部分，如图 1-1 所示。对于多晶 X 射线衍射仪，主要由以下几部分构成，即 X 射线发生器、测角仪、X 射线探测器、X 射线数据采集系统和各种电气系统、保护系统。

X 射线多晶衍射仪的 X 射线发生器是高稳定度的。它由 X 射线管、高压发生器、管压管流稳定电路和各种保护电路等部分组成。

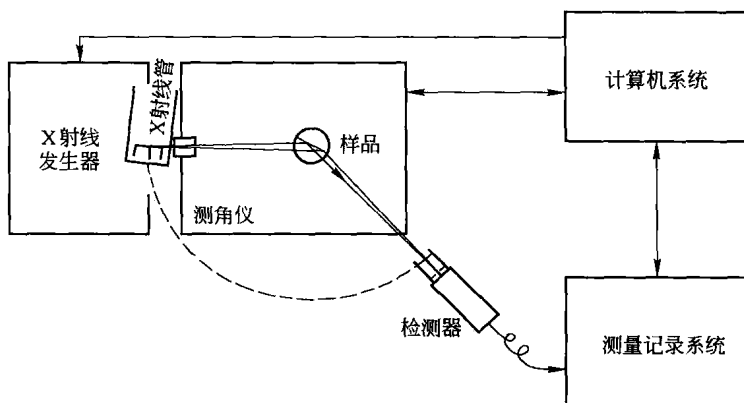


图 1-1 X 射线衍射仪的结构

现代衍射用的 X 射线管都属于热电子二极管，有密封式和转靶式两种。前者最大功率在 2.5kW 以内，视靶材料的不同而异；后者是为获得高强度 X 射线而设计的，一般功率在 10kW 以上，目前常用的有 9kW、12kW 和 18kW 几种。

密封式 X 射线管的结构如图 1-2 所示。阴极接负高压，阳极接地。灯丝罩起着控制栅的作用，使灯丝发出的热电子在电场的作用下聚焦轰击到靶面上。阳极靶面上受电子束轰击的焦点便成为 X 射线源，向四周发射 X 射线。在阳极一端的金属管壁上一般开有 4 个射线出射窗，X 射线就从这些窗口往管外发射。密封式 X 射线管除了阳极一端外，其余部分都是玻璃或陶瓷制成的。管内真空度达  $10^{-5} \sim 10^{-6}$  Torr ( $1\text{Torr} = 1\text{mmHg} = 133.3224\text{Pa}$ )，高真空可以延长发射热电子的钨质灯丝的寿命，防止阳极表面污染的发展。现代的衍射用射线管窗口一般使用铍片（厚 0.25 ~ 0.3mm）作密封材料，对  $\text{Mo } K_{\alpha}$ 、 $\text{Cu } K_{\alpha}$ 、 $\text{Cr } K_{\alpha}$  分别具有 99%、93%、80% 左右的透过率。

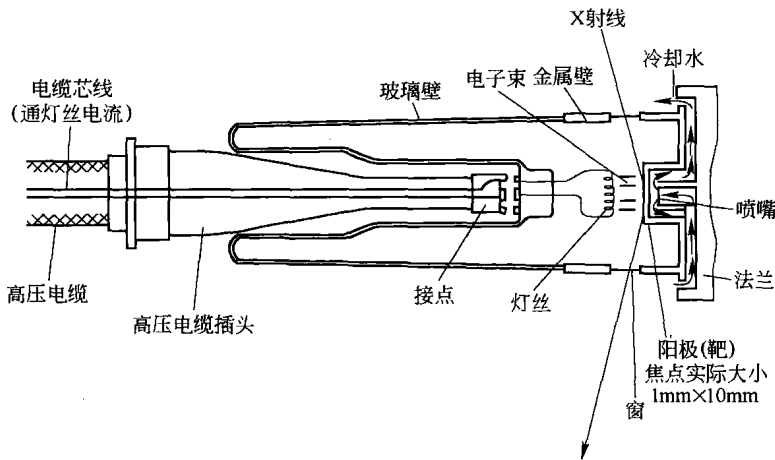


图 1-2 密封式衍射用 X 射线管结构示意图

阳极靶面上受电子束轰击的焦点呈细长的矩形（称线焦点或线焦斑），从射线出射窗中心射出的 X 射线与靶面的掠射角为  $3^{\circ} \sim 6^{\circ}$ 。因此，从出射方向相互垂直的两个出射窗观察靶面的焦斑，看到的焦斑的形状是不一样的（见图 1-3）；从出射方向垂直焦斑长边的两个出射窗口观察，焦斑成线状，称为线光源；从另外两个出射窗口观察，焦斑如点状，

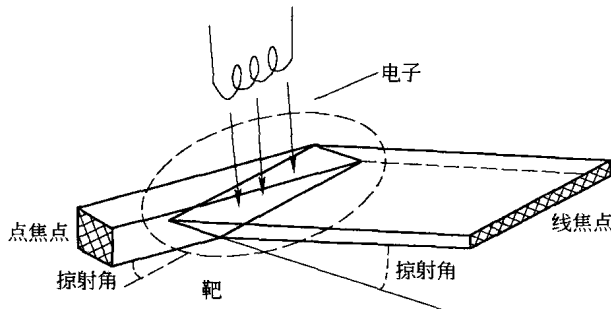


图 1-3 线焦点与点焦点的方向

称为点光源。粉末衍射仪一般要求使用线光源，因此，在衍射仪每次安装管子的时候，必须辨别所使用的 X 射线出射窗是否为线焦点方向（管子上有标记）。此外，还要求测角仪相对于靶面平面要有适当的倾斜角。

X 射线管的额定功率因靶材的种类及厂家而异。表 1-1 给出了各种靶材的密封式 X 射线管可达到的额定功率。长时间连续运行时，使用功率建议在额定值的 80% 以下，有利于管子寿命的延长。

表 1-1 密封式 X 射线管的额定功率 (kW)

靶材种类	W	Mo	Cu	Co	Fe	Cr
细焦点 0.4mm × 8mm	2.0	2.0	1.5	1.3	0.9	1.3
普通焦点 1mm × 10mm	2.4	2.4	2.0	1.8	1.5	1.8
大焦点 2mm × 12mm	2.7	2.7	2.7	2.7	2.2	2.7

X 射线管消耗的功率只有很小部分转化为 X 射线的功率，99% 以上都转化为热而消耗掉，因此 X 射线管工作时必须用水流从靶面后面冷却，以免靶面熔化毁坏。为提高靶面与水的热交换效率，冷却水流是用喷嘴喷射在电子焦点的背面上的，流量要求大于 3.5 L/min。X 射线发生器的停水报警保护电路必须可靠。

## 二、测角仪的构造及光路系统

### 1. 测角仪的构造

测角仪是衍射仪的最精密的机械部件，是 X 射线衍射仪测量中最核心的部分，用来精确测量衍射角。测角仪的结构如图 1-4 所示。

样品台（小转盘 H）与测角仪圆（大转盘 G）同轴（中心轴 O 与盘面垂直），X 射线管靶面上的线状焦斑（S）与 O 轴平行，接收光阑（F）与计数管（C）共同安装在可围绕 O 轴转动的支架上，处于入射线与样品（D）之间的入射光阑（M）包括梭拉狭缝（ $S_1$ ）与发散狭缝（K）（图中未画出）。 $S_1$  与 K 分别限制入射线的垂直（方向）与水平（方向）发散度；样品与接收光阑间有防散射狭缝（L）与梭拉狭缝（ $S_2$ ）（图中未画出）， $S_2$  限制衍射线垂直发散度，而 L 与 F 限制衍射线水平发散度；S、 $S_1$ 、K、D、L、 $S_2$  及 F 构成测角仪的光学布置，S 发出的具有一定发散度的 X 射线经  $S_1$  与 K 后照射到样品 D 上，产生的衍射线经 L 与  $S_2$  后在光阑 F 处聚焦，然后进入计数管 C。衍射实验过程中，安装在 H 上的样品（其表面应与 O 轴重合）随 H 与支架 E 以 1:2 的角速度关系联合转动，以保证入射角等于反射角；连动扫描过程中，一旦  $2\theta$  满足布拉格方程（且样品无系统消光时），样品将产生衍射线并被计数管接收转换成电脉冲信号，经放大处理

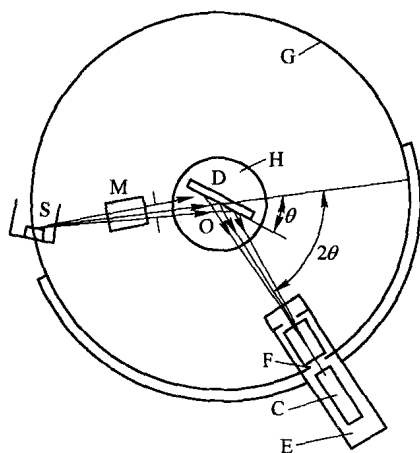


图 1-4 X 射线测角仪结构示意图

C—计数管；D—样品；E—支架；F—接收（狭缝）光阑；G—大转盘（测角仪圆）；H—样品台；M—入射光阑；O—测角仪中心；S—管靶面上的线状焦斑



后通过记录仪描绘成衍射图。

## 2. 测角仪的光路系统

衍射仪的测角仪的光路系统如图 1-5 所示。

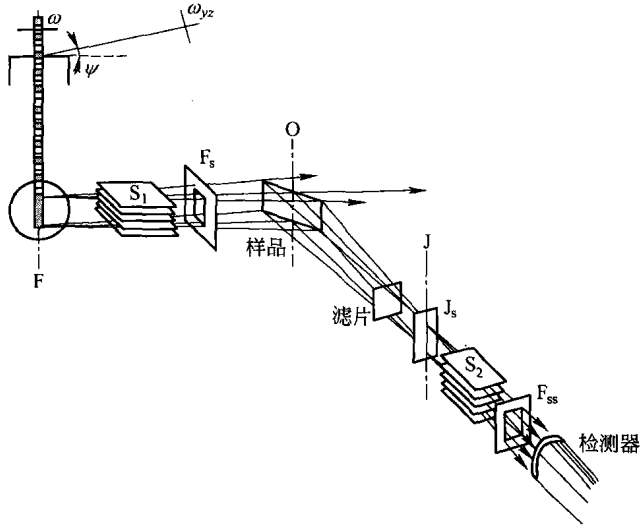


图 1-5 测角仪的光路系统 (距离  $FO = OJ$ )

F—X 射线源焦线;  $S_1, S_2$ —第一、第二平行箔片光阑;  $F_s$ —发散狭缝;  
J—接收狭缝中线;  $J_s$ —接收狭缝;  $F_{ss}$ —防散射狭缝; O—测角仪转轴线

测角仪光路上配有一套狭缝系统:

(1) Sollar 狭缝。图 1-5 中的  $S_1$  和  $S_2$  各设在射线源与样品和样品与检测器之间。Sollar 狭缝是一组平行薄片光阑, 由一系列平行等距离的平面与射线源焦线垂直的金属薄片组成; 用来限制 X 射线在测角仪轴向方向的发散, 使 X 射线束可以近似地看做仅在扫描圆平面上发散的发散束。衍射仪的 Sollar 狭缝的全发射角 ( $2 \times$  薄片间距/薄片长度) 为  $3.50^\circ$  左右, 因此, 轴向发散引起的衍射角测量误差较小, 峰形畸变也较小, 可以获得最佳的峰形, 有较佳的衍射角分辨率。

(2) 发散狭缝。即  $F_s$ , 用来限制入射光束的宽度。

(3) 接收狭缝。即  $J_s$ , 用来限制所接收的衍射光束的宽度。

(4) 防散射狭缝。即  $F_{ss}$ , 用来防止一些附加散射 (如各狭缝光阑边缘的散射, 光路上其他金属附件的散射) 进入检测器, 有助于减低背景。

后三种狭缝都有多种宽度的插片可供使用时选择。滤波片一般设置在样品与接收狭缝之间。

整个光路系统应满足如下要求:

(1) 发散、接收、防散射等各狭缝的中线、X 射线源焦线以及 Sollar 狭缝的平行箔片的法线等均应与衍射仪轴平行; 并且它们的高度的中点以及检测器的窗口中心、样品的中心、滤波片的中心等均应在衍射仪的扫描平面上。发散、接收、防散射等狭缝的中线位置不因更换狭缝插片 (改变狭缝的宽度) 而改变。