



“十三五”普通高等教育本科部委级规划教材



2017江苏省高等学校重点教材(2017-2-071)

# 纺织材料大型仪器 实验教程

F

ANGZHI CAILIAO DAXING YIQI  
SHIYAN JIAOCHENG

潘志娟 主 编  
祁 宁 副主编

非  
外  
借

国家一级出版社



中国纺织出版社

全国百佳图书出版单位



“十三五”普通高等教育本科部委级规划教材



2017 江苏省高等学校重点教材 (2017-2-071)

# 纺织材料大型仪器 实验教程

潘志娟 主 编

祁 宁 副主编

 中国纺织出版社

## 内 容 提 要

本书是“十三五”普通高等教育本科部委级规划教材，也是2017江苏省高等学校重点教材。书中系统介绍了采用大型精密仪器设备以及现代测试手段测定纺织材料结构与性能的基础理论与实验方法，包括实验原理、样品制备、实验步骤等，并结合实例分析，阐述了实验结果的分析方法与注意事项。全书分为纺织材料形貌与结构、力学性能、表面与电学性能、色泽与光学性能、纺织材料功能以及纺织品生态性定量分析共五个部分，可作为本科教学、检验检测技术人员培训用教材，以及纺织、材料等相关科研工作者的参考书籍。

### 图书在版编目 (CIP) 数据

纺织材料大型仪器实验教程/潘志娟主编. --北京:  
中国纺织出版社, 2018.9  
“十三五”普通高等教育本科部委级规划教材 2017  
江苏省高等学校重点教材  
ISBN 978-7-5180-5366-7

I. ①纺… II. ①潘… III. ①纺织仪表-高等学校-  
教材 IV. ①TS103.6

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 205806 号

---

策划编辑: 符 芬 责任编辑: 朱利锋  
责任校对: 寇晨晨 责任印制: 何 建

---

中国纺织出版社出版发行  
地址: 北京市朝阳区百子湾东里 A407 号楼 邮政编码: 100124  
销售电话: 010—67004422 传真: 010—87155801  
<http://www.c-textilep.com>  
E-mail: [faxing@c-textilep.com](mailto:faxing@c-textilep.com)  
中国纺织出版社天猫旗舰店  
官方微博 <http://weibo.com/2119887771>  
北京玺诚印务有限公司印刷 各地新华书店经销  
2018年9月第1版第1次印刷  
开本: 787×1092 1/16 印张: 17.75  
字数: 316千字 定价: 88.00元

---

凡购本书, 如有缺页、倒页、脱页, 由本社图书营销中心调换

# 前 言

本教材以纺织材料实验教学大纲为基础，坚持教学为主导，兼顾学科专业性与学生实用性原则，以培养基础扎实、知识全面、动手能力强的工科应用型人才为宗旨。本课程为纺织类专业实验基础课程，为培养纺织类工科人才提供必要的实验技能。教材在理论层面上提供仪器实验原理、相关仪器简介等基础知识。在实验层面上提供详细的操作技能，同时还涵盖了实例分析环节，这也是本书的特色之一。通过该课程的学习，可以使学生系统掌握最先进的纺织材料测试与分析技术。

随着科学技术的发展，出现了各种类型检测材料结构与性能的大型仪器与设备，这些仪器既有材料类通用设备，也有纺织材料专用设备。随着纺织先进测试理念、测试技术、测试手段的发展，越来越多的高端、大型仪器设备以及现代测试手段被应用于纺织材料的结构性能测试。但是，一方面各高校与科研机构的大型仪器设备对学生的开放度有待提高，学生实际操作使用大型仪器设备的机会不多；另一方面，目前尚无纺织材料大型仪器实验相关教材，现有教材主要介绍了常规基础实验与传统实验方法。为了更好地培养创新型纺织类人才，培养学生的科研素养与实践能力，提高学生分析和解决复杂科研实践问题的能力，依托于苏州大学现代丝绸检测中心纺织材料结构与性能研究设备配套比较齐全的优势，以及实验技术人员扎实的基础理论和丰富的实践经验，组织编写了本教材。

本教材由苏州大学的相关教师编写，主编潘志娟教授负责内容统筹设计与审核，副主编祁宁负责统稿和修改，参编者瞿静负责书稿的文字整理等。本实验教程共5章，35个实验，第一章由祁宁、瞿静、刘雨、魏兴负责编写；第二章由彭伟良、李媛媛、魏兴、瞿静、张欢嘉负责编写；第三章由侯学妮、史彩云负责编写；第四章由董雪、张丽丽负责编写；第五章由瞿静、张珏负责编写。

本实验教程详细介绍了国内外具有代表性的、最先进的大型纺织仪器及现代测试手段的原理、应用、制样方法、实验步骤等，主要依托国内外最新、最先进的测试设备介绍实验技术、实验操作与实验方案，并通过实际案例具体分析实验过程中需要注意的问题，以及理论与实践的具体应用。充分挖掘大型仪器的技术

特点，展示设备的先进性、实用性与创新性，重点讲述大型仪器运用于纺织材料实验的优势与特点以及实际操作案例，使学生能够了解与掌握国内外最新的实验技术与测试方法，提高他们的动手能力。

本书编写过程中，得到了江苏省高校优势学科建设项目、江苏省品牌专业建设项目、“十三五”江苏省高等学校重点教材建设项目的资助。由于编者水平有限，本书难免存在不足之处，敬请各位读者提出宝贵意见。

编者

2018年6月

## 教学内容及课时安排

章/课时	课时	课程内容
第一章 纺织材料 形貌与结 构实验 (14)	3	实验一 使用场发射扫描电子电镜分析纺织材料形貌
		实验二 使用扫描电镜配套电子能谱仪分析纤维元素组成
	2	实验三 使用原子力显微镜 (AFM) 分析纺织材料形貌
	1	实验四 使用红外光谱仪分析纤维成分
	2	实验五 使用显微拉曼光谱仪分析纤维分子结构
	1	实验六 使用圆二色光谱仪 (CD) 分析蛋白质溶液的二级结构
	2	实验七 使用氨基酸分析仪测定蛋白质含量
	2	实验八 使用 X 射线光电子能谱仪分析纤维元素组成
	1	实验九 使用热分析仪分析纤维结构与性质
第二章 纺织材料 力学、表 面、电学 性能实验 (10)	2	实验一 使用材料试验机测试织物力学性能
	1	实验二 使用生物材料力学系统测试纺织材料拉伸性能
	1	实验三 使用旋转流变仪测量聚合物切片熔体的黏度
	2	实验四 使用固体表面电位分析仪测试纺织材料表面电位
	1	实验五 使用纳米粒径电位仪测试染料的粒径与 Zeta 电位
	1	实验六 使用表面张力仪测试液体表面张力
	2	实验七 使用动态热机械分析仪评价纤维热机械性能
第三章 纺织材料 色泽、光 学性能测 试实验 (5)	1	实验一 使用日晒牢度仪测试纺织材料耐光色牢度
	1	实验二 使用分光测色仪测试纺织品颜色
	1	实验三 使用可变角光泽仪测试织物光泽性能
	1	实验四 使用紫外透射测试仪测试纺织品耐紫外光防护性能
	1	实验五 使用紫外老化加速实验箱测试织物抗紫外老化性能

续表

章/课时	课时	课程内容
第四章 纺织材料 功能性测 试实验 (11)	1	实验一 使用视频接触角测量仪测试纺织品表面润湿性能
	2	实验二 使用精密瞬间热物性测试仪测试纺织面料热传递性能
	2	实验三 使用暖体假人在人工气候室中测试服装的热湿传递性能
	1	实验四 使用氧指数测试仪测试纺织品极限氧指数
	1	实验五 使用垂直燃烧测试仪测试纺织品阴燃、续燃时间和损毁长度
	1	实验六 使用燃烧试验机测试纺织品易点燃性能和火焰蔓延性能
	1	实验七 使用微型量热仪测试纺织品燃烧热释放性能
	2	实验八 使用烟密度箱测试纺织品燃烧产生烟性能
第五章 纺织材料 生态性定 量分析实 验 (8)	1	实验一 使用分光光度计检测纺织品甲醛含量
	2	实验二 使用液相色谱—质谱联用仪检测纺织品中致敏性分散染料的内容
	2	实验三 使用气相色谱质谱联用仪检测纺织品偶氮染料含量
	2	实验四 使用振荡法测量纺织品抗菌性能
	1	实验五 使用电感耦合等离子体发射光谱仪测试纺织品重金属含量

注 各院校可根据自身的教学特点和教学计划对课程时数进行调整。

# 目 录

<b>第一章 纺织材料形貌与结构实验</b> .....	001
实验一 使用场发射扫描电子电镜分析纺织材料形貌 .....	001
实验二 使用扫描电镜配套电子能谱仪分析纤维元素组成 .....	010
实验三 使用原子力显微镜 (AFM) 分析纺织材料形貌 .....	020
实验四 使用红外光谱仪分析纤维成分 .....	029
实验五 使用显微拉曼光谱仪分析纤维分子结构 .....	038
实验六 使用圆二色光谱仪 (CD) 分析蛋白质溶液的二级结构 .....	046
实验七 使用氨基酸分析仪测定蛋白质含量 .....	054
实验八 使用 X 射线光电子能谱仪分析纤维元素组成 .....	064
实验九 使用热分析仪分析纤维结构与性质 .....	076
<b>第二章 纺织材料力学、表面、电学性能实验</b> .....	085
实验一 使用材料试验机测试织物力学性能 .....	085
实验二 使用生物材料力学系统测试纺织材料拉伸性能 .....	096
实验三 使用旋转流变仪测量聚合物切片熔体的黏度 .....	103
实验四 使用固体表面电位分析仪测试纺织材料表面电位 .....	109
实验五 使用纳米粒径电位仪测试染料的粒径与 Zeta 电位 .....	117
实验六 使用表面张力仪测试液体表面张力 .....	125
实验七 使用动态热机械分析仪评价纤维热机械性能 .....	135
<b>第三章 纺织材料色泽、光学性能测试实验</b> .....	143
实验一 使用日晒牢度仪测试纺织材料耐光色牢度 .....	143
实验二 使用分光测色仪测试纺织品颜色 .....	152
实验三 使用可变角光泽仪测试织物光泽性能 .....	162
实验四 使用紫外透射测试仪测试纺织品耐紫外光防护性能 .....	167
实验五 使用紫外老化加速试验箱测试织物抗紫外老化性能 .....	171
<b>第四章 纺织材料功能性测试实验</b> .....	178
实验一 使用视频接触角测量仪测试纺织品表面润湿性能 .....	178
实验二 使用精密瞬间热物性测试仪测试纺织面料热传递性能 .....	186
实验三 使用暖体假人在人工气候室中测试服装的热湿传递性能 .....	193
实验四 使用氧指数测试仪测试纺织品极限氧指数 .....	205
实验五 使用垂直燃烧测试仪测试纺织品阴燃、续燃时间和损毁长度 .....	211



实验六 使用燃烧试验机测试纺织品易点燃性能和火焰蔓延性能 .....	216
实验七 使用微型量热仪测试纺织品燃烧热释放性能 .....	224
实验八 使用烟密度箱测试纺织品燃烧产生烟性能 .....	229
<b>第五章 纺织材料生态性定量分析实验 .....</b>	<b>237</b>
实验一 使用分光光度计检测纺织品甲醛含量 .....	237
实验二 使用液相色谱—质谱联用仪检测纺织品中致敏性分散染料的含量 .....	242
实验三 使用气相色谱质谱联用仪检测纺织品偶氮染料含量 .....	253
实验四 使用振荡法测量纺织品抗菌性能 .....	261
实验五 使用电感耦合等离子体发射光谱仪测试纺织品重金属含量 .....	267
<b>参考文献 .....</b>	<b>272</b>

# 第一章 纺织材料形貌与结构实验

## 实验一 使用场发射扫描电子电镜分析纺织材料形貌

### 一、实验原理

#### (一) 场发射扫描基本原理及特点

场发射扫描电镜,是扫描电子显微镜的一种,分辨率高。分为冷场场发射扫描电子显微镜和热场场发射扫描电子显微镜。

当真空中的金属表面受到一定量的电子加速电场时,会有可观数量的电子发射出来,此过程叫作场发射,其原理是高电场使电子的电位障碍产生 Schottky 效应,使能障宽度变窄,高度变低,因此电子可直接“穿隧”通过此狭窄能障并离开阴极。场发射电子系从很尖锐的阴极尖端发射出来,因此可得到极细而又具高电流密度的电子束,其亮度可达热游离电子枪的数百倍,甚至千倍。冷场发射式最大的优点为电子束直径最小,亮度最高,因此影像解析度最优;能量散布最小,故能改善在低电压操作的效果。为避免针尖被外来气体吸附而降低场发射电流以及由此带来的发射电流不稳定现象,冷场发射式电子枪必须在较高的真空度下操作。即便如此,也还需要定时短暂加热针尖至 2500K(此过程叫作 flashing),以去除所吸附的气体原子。它的另一缺点是发射的总电流最小。热场发射式电子枪是在 1800K 温度下操作,避免了大部分的气体分子吸附在针尖表面,所以免除了针尖 flashing 的需要。热式场发射能维持较佳的发射电流稳定度,并能在较低的真空度下操作。虽然亮度与冷式相类似,但其电子能量散布却比冷式大 3~5 倍,影像解析度较差,故不常使用。

#### (二) 扫描电镜工作原理

扫描电镜所需的加速电压比透射电镜要低得多,一般在 1~30kV,实验时可根据被分析样品的性质适当选择,对于导电类样品最常用的加速电压在 10~20kV。而纺织材料,由于表面不导电,需要对样品处理后(如镀金)再拍摄,通常使用的加速电压在 5kV 以下。扫描电镜的电子光学系统与透射电镜有所不同,其作用仅是为了提供扫描电子束,作为使样品产生各种物理信号的激发源。扫描电镜最常使用的是二次电子信号和背散射电子信号,如图 1-1-1 所示,前者用于显示表面形貌衬度,后者用于显示原子序数衬度。

### 二、样品准备

以前,纺织样品通常为纤维或织物,现涉及的范围已经非常广,但主要是一些非导电的有机类样品,如纳米级静电纺纤维、含有纳米颗粒的改性溶液、丝素蛋白生物材料等。针对这些样品,在制样过程中也需要一些实际的技巧。

#### (一) 纺织类样品制样常用工具

1. 样品台 不同 SEM 样品台有所区别,常用的为铝制后带孔圆片形物件。根据样品需

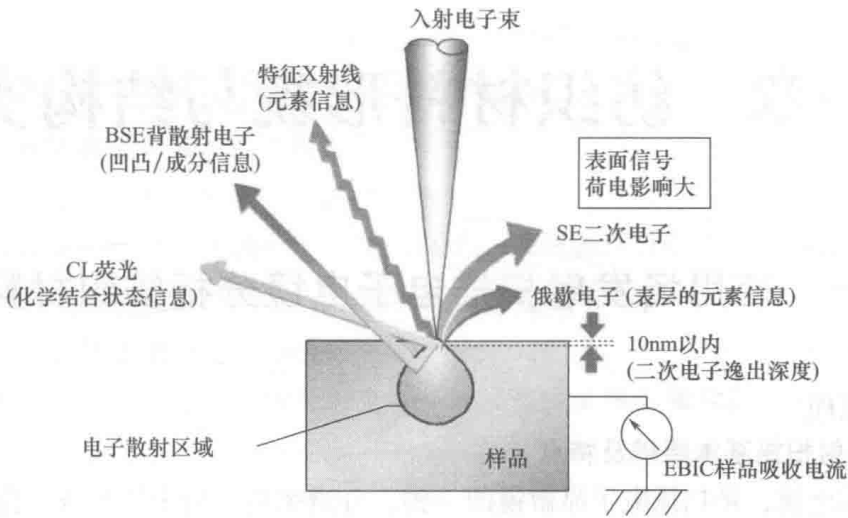


图 1-1-1 入射电子在样品中激发出的各种信号

要，也有专门的断面样品台、斜面样品台、分区样品台等。各种式样的样品台，只要满足样品舱的需要都可以使用。也有一些特殊的 SEM 厂家需要使用样品杯，在杯中再放入样品台。

**2. 导电胶** 导电胶主要有碳导电胶带、铝箔导电胶带、导电银胶等。常用的导电胶是碳胶带。

**3. 切片器** 纺织上常用哈氏切片器，主要用于观察纤维的断面。使用树脂把纤维包埋在一起并固定在切片器中，凝固后，使用锋利的刀片做切片然后再粘贴到样品台上。这种方法在光学显微镜时代比较通用，在电镜上也可以用，不过使用专用的断面样品台可以直接把断面放置到样品台中。对于纺织生物样品，主要使用超薄切片器，或者使用液氮冷冻以后再切片。

**4. 离子溅射仪** 俗称喷金仪。当然也不局限于黄金，也有溅射铂金、碳、银等其他金属导电层。为了增强样品的导电性，一般使用离子溅射仪对样品进行镀膜处理。离子溅射仪常用参数有两个，电流与时间。电流常用 10mA，过高容易损伤样品。时间根据样品的导电情况进行选择。常用的纺织样品喷金即可，对于某些具有 10nm 甚至更小细节的样品，则要谨慎喷金，可以选择颗粒更细的铂金。

**5. 背底片** 需要拍摄清晰干净背景的 SEM 照片时，可以使用硅片、导电玻璃片、铝箔等作为背底片粘贴在样品台上。

## (二) 纺织类样品制样通用原则

**1. 单纤维类样品** 首先把导电胶带贴到样品台上，而后直接把纤维粘贴到导电胶上，或者把纤维两端粘上导电胶 [图 1-1-2(a)、图 1-1-2(b)]。粘贴过程中一定要保证粘贴牢固，避免样品在样品舱内飘动或被电子枪镜头吸附。在低真空模式、减轻电荷模式下可以不喷金直接观看，也可以喷金 30s 再拍摄，获得更好效果。

**2. 纤维束/纱线类样品** 由于纤维束/纱线类样品导电性差，导电胶难以接触到所有的纤维，一般需要喷金 60s 再拍摄。在制样过程中，需保持纱线松散，尽可能让每根纤维能够喷到金。如果只是为了观察其中的纤维，建议直接从纱线中拆下单根纤维制样。

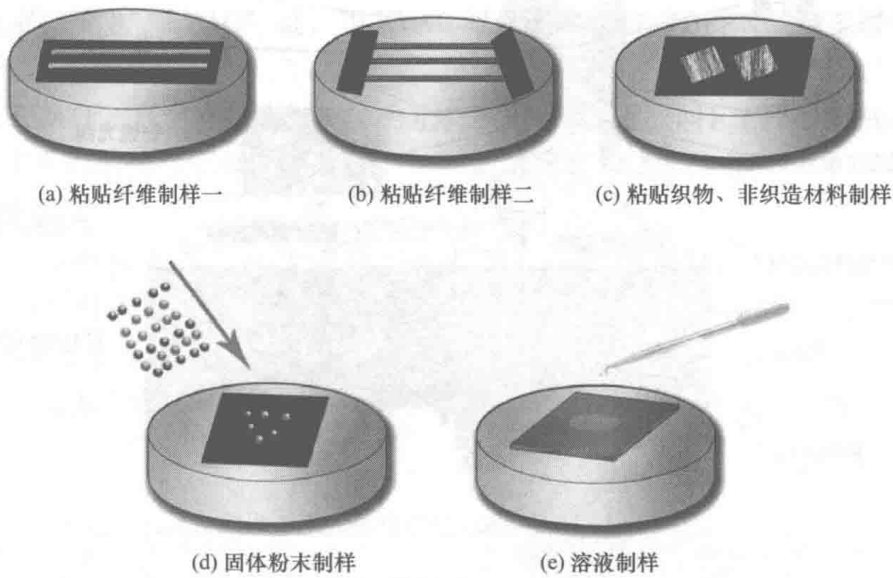


图 1-1-2 各类试样粘贴在样品台上图示

**3. 织物类样品** 织物类样品一般使用视频显微镜观察形貌。如果确实需要使用 SEM 观察, 可将导电胶带贴到样品台上, 剪很小一块样贴在导电胶上, 然后喷金。同样如果是为了观察织物中纤维的改性情况, 可从织物中拆下单根纤维制样。

**4. 静电纺丝样品** 静电纺丝样品多为微/纳米级纤维组成的膜状材料。如果观察纤维与纤维的关系, 可以直接剪下一块纤维膜粘贴在导电胶上, 再粘贴到样品台上 [图 1-1-2(c)], 但不宜过厚, 越厚的纤维膜需要喷金越多。如果只是观察与分析其中单根纤维的结构, 则使用导电胶粘贴纤维膜上的一部分纤维即可, 然后再粘贴到样品台上。如果量少可以不喷金, 量多需要喷金。

**5. 粉末、块状固体样品** 普通较小粉末样品, 可以使用牙签挑一点撒在贴有导电胶的样品台上 [图 1-1-2(d)]。使用洗耳球或者压缩空气吹落多余未粘牢的样品。有纳米细节或者分散不好的样品可以使用不溶解、不反应的液体超声分散, 而后直接滴在样品台上, 或者硅片上, 再粘到样品台上, 然后喷金。对于较大块状物体, 无特别需要, 建议将其粉碎后作为一般小粉末样品处理。

**6. 溶液样品** 溶液样品直接滴在样品台上, 或者滴到硅片、导电玻璃上, 再粘到样品台上 [图 1-1-2(e)]。保证溶液干透后再喷金。

### 三、实验仪器简介

本实验使用仪器为日本日立 S-4800 型冷场发射扫描电镜, 主要组成部分如图 1-1-3 所示。该电镜拥有先进的 ExB 式探测器, 并配有电子束减速功能, 提高了图像质量。配备了二次电子与背散射电子检测器, 尤其是将低加速电压下的图像质量提高到了新的水平 (1kV 下 1.4nm); 同时具有 5 轴全自动马达台, 移动样品极其方便, 提高了工作效率。放大倍数: 20 万~80 万倍; 分辨率: 在 15kV 下为 1nm。

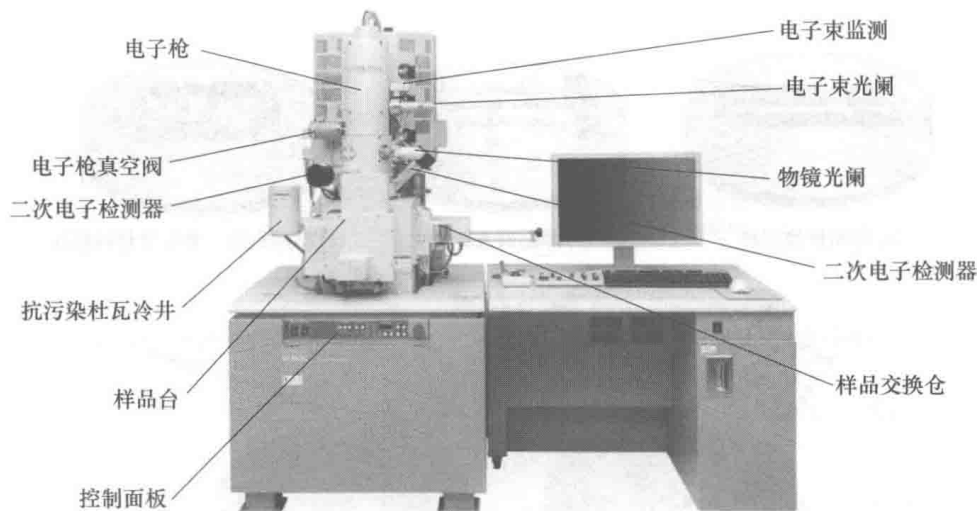


图 1-1-3 S-4800 扫描电镜的主要组成

#### 四、实验操作步骤

##### (一) 开机

打开“Display”开关，计算机自动开机进入 S-4800 用户界面（图 1-1-4），PC-SEM 程序自运行，点击“确认”进入软件界面。

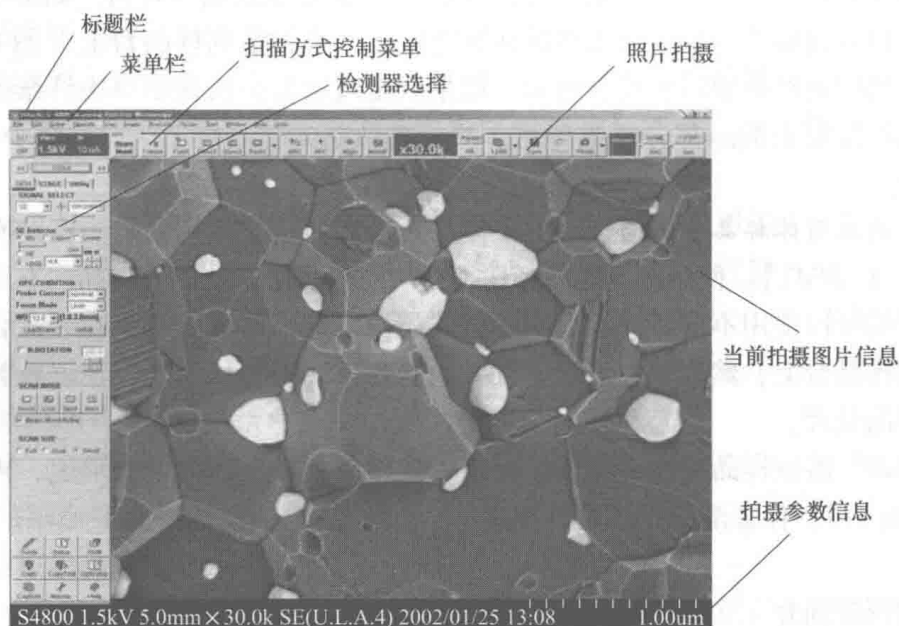


图 1-1-4 扫描电镜 PC-SEM 程序操作界面

##### (二) 装样品

将样品贴在样品台上，样品台装在样品座上，根据标尺调整高度及确认样品位置后旋紧。

按下“AIR”键，当 AIR 灯变绿时拉开样品交换室，水平向前推出交换杆，把样品座插在交换杆上，逆时针旋转交换杆（即按照杆上的标示转至 LOCK）锁定样品座后，将交换杆

水平向后拉回原处。

关闭交换室，按下“EVAC”键，当EVAC绿灯亮时，按“OPEN”键至绿灯亮，样品室阀门自动打开。

水平插入交换杆，直至样品座被卡紧为止，顺时针旋转交换杆（即按照杆上的标示转至UNLOCK）后水平向后拉回原处，点“CLOSE”键至绿灯亮，样品室阀门自动关闭。

### （三）图像观察

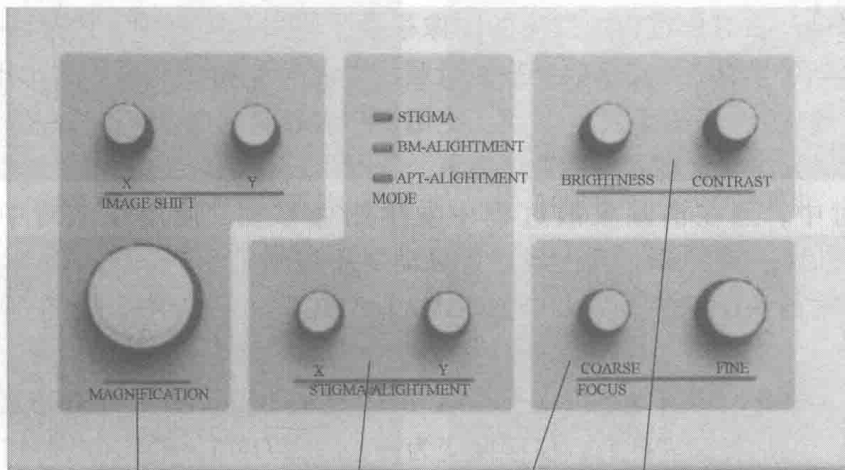
**1. 选择合适的加速电压** 点击屏幕左上方的 高压控制窗口，弹出 HV Control 对话框（图 1-1-5）。选择合适的观察电压和电流，点击“ON”，弹出提示样品高度的对话框，点击确定出现 HV ON 提示条，待图像出现后，关闭 HV Control 对话框。高压开启过程中可以随时改变加速电压与电流，设置好后点击“SET”（可以尝试使用 3kV、5kV、10kV、15kV 等加速电压观察样品）。



图 1-1-5 PC-SEM 程序操作界面快捷菜单

**2. 选择合适的扫描模式** 在低倍、TV 模式下，使用操作台与轨迹球找到所要观察的样品，点击“H/L”按钮切换到高倍模式，通过调节样品位置，找到所要观察的视场。

**3. 聚焦、消像散** 使用轨迹球选好视场后，使用操作台（图 1-1-6）放大或缩小到合适的倍数，使用对焦旋钮旋转调节 [先粗调（COARSE）、后细调（FINE）]，使图像达到最佳状态。



放大缩小旋钮

像散与对中旋钮

对焦旋钮

亮度与对比度旋钮

图 1-1-6 扫描电镜操作控制台

若对焦过程中图像有拉长现象（或扭曲、变形），则需进行消象散。调节 STIGMA/ALIGNMENT X 使图像在水平方向的拉长消失，再调节 STIGMA/ALIGNMENT Y 使图像在垂直方向的拉长消失。

**4. 对中调整** 改变加速电压和电流，使用操作台进行对焦或者消除象散操作时图像比平常较暗，或在高倍聚焦发生漂移时（左右或上下移动），需要进行对中调整（图 1-1-7），方法如下。

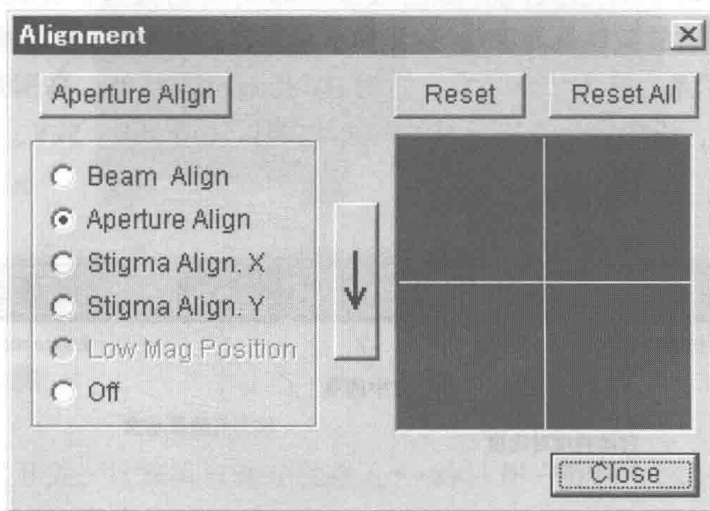


图 1-1-7 对中（Alignment）对话框

选取样品上一个具有明显特征的位置放在视场中心。点击“Align”键，出现 Alignment 窗口。对中主要分电子束对中（Beam Align）、光阑对中（Aperture Align）、象散对中（Stigma Align. X、Stigma Align. Y）等。

(1) 电子束对中。在 Beam 选项，视场中出现圆形光斑，使用操作台调节 STIGMA/ALIGNMENT X 与 Y 旋钮将圆形光斑调至视场中央。

(2) 光阑对中。在对焦过程中发生的图像移动，使用光阑对中。选择 Aperture Align 选项，将图像放大至细节清晰的高倍数（高质量照片常常使用 10 万倍，如果拍摄倍数较低，也可以在低倍率下调整），若图像发生晃动，使用操作台调节 STIGMA/ALIGNMENT X 与 Y 旋钮，使图像在水平方向与垂直方向的晃动消失。

(3) 象散对中。当在消除象散过程中发生图像移动，使用象散对中。选择 Stigma Align. X 或 Stigma Align. Y 选项，若图像发生晃动（不规则），调节 STIGMA/ALIGNMENT X 使图像在水平方向的晃动消失，再调节 STIGMA/ALIGNMENT Y 使图像在垂直方向的晃动消失。

**5. 图像采集及保存** 用自动亮度对比度 A. B. C. 键或 BRIGHTNESS/CONTRAST 旋钮自动或手动调节图像的对比度和亮度，扫描速度变为慢扫（SLOW）或减轻电荷扫描（CSS），点击抓拍按钮（可选分辨率）进行采集。采集后暂时存放在窗口下侧，选中要保存的图像，点击“Save”，弹出 Image Save 对话框，输入文件名，选好存储位置保存即可。

#### （四）取样品

(1) 打开高压控制窗口，点击“OFF”关掉高压。点击“HOME”样品台自动归位至中

心（等到绿灯亮，说明完成），同时确认  $Z=8\text{mm}$ ， $T=0^\circ$ 。

(2) 按下“OPEN”键，绿灯亮时，样品室阀门自动打开，插入交换杆将样品座卡在杆上，旋转交换杆至 LOCK 锁定样品座后，将杆水平向后拉回原处，按“CLOSE”键，绿灯亮时阀门自动关闭。

(3) 按下“AIR”键，待绿灯亮时，拉开交换室，水平向前推出交换杆，旋转杆至“UNLOCK”，把样品座从杆上取下后，将杆水平向后拉回原处。

(4) 关闭样品交换室，点“EVAC”键抽真空，完成整个过程。

## 五、实例分析

此处主要选择单根蚕丝（茧丝）、树脂微球为拍摄对象，系统讨论不同参数下的图片效果，如图 1-1-8、图 1-1-9 所示。其中图 1-1-8 中 (a)、(b) 与图 1-1-9 中 (a) ~ (f) 为同一根蚕丝样品；图 1-1-8 中 (c)、(d) 为树脂微球；图 1-1-9 中 (g)、(h)、(i) 也为蚕丝，但制样方法不同。

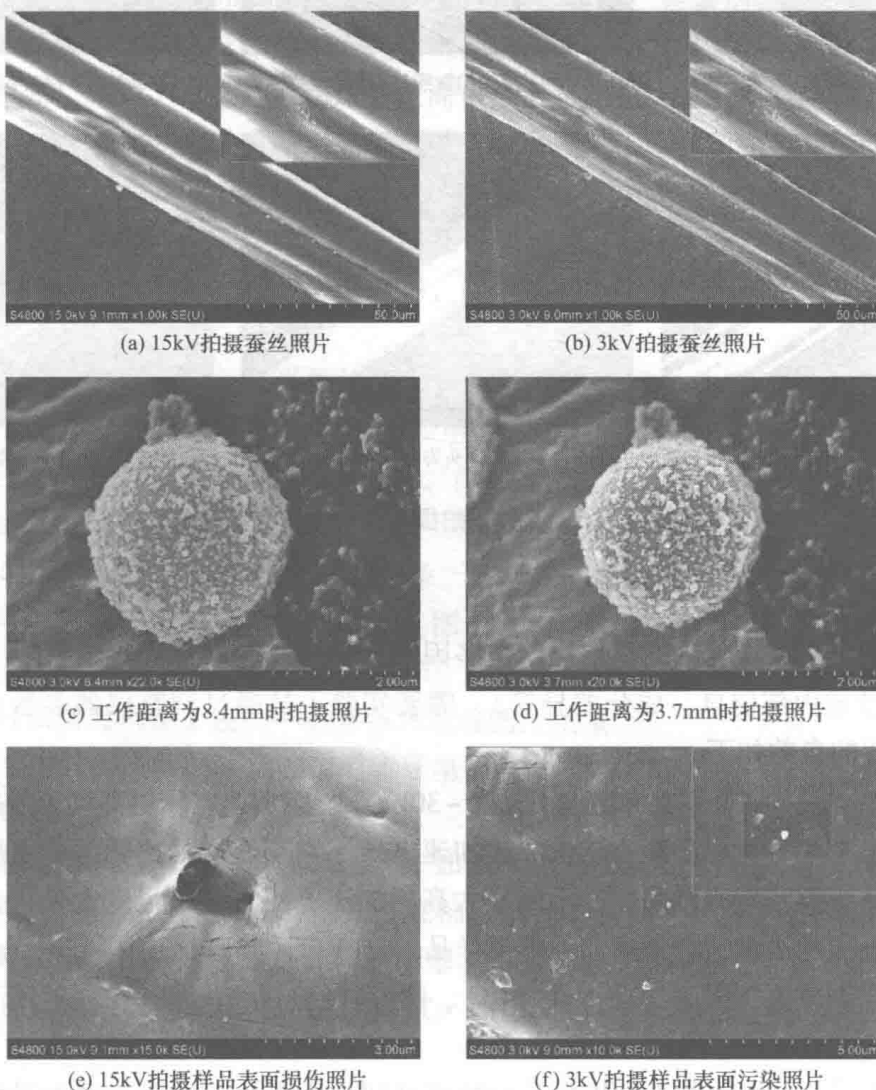


图 1-1-8 不同参数条件下拍摄各种照片（喷金）



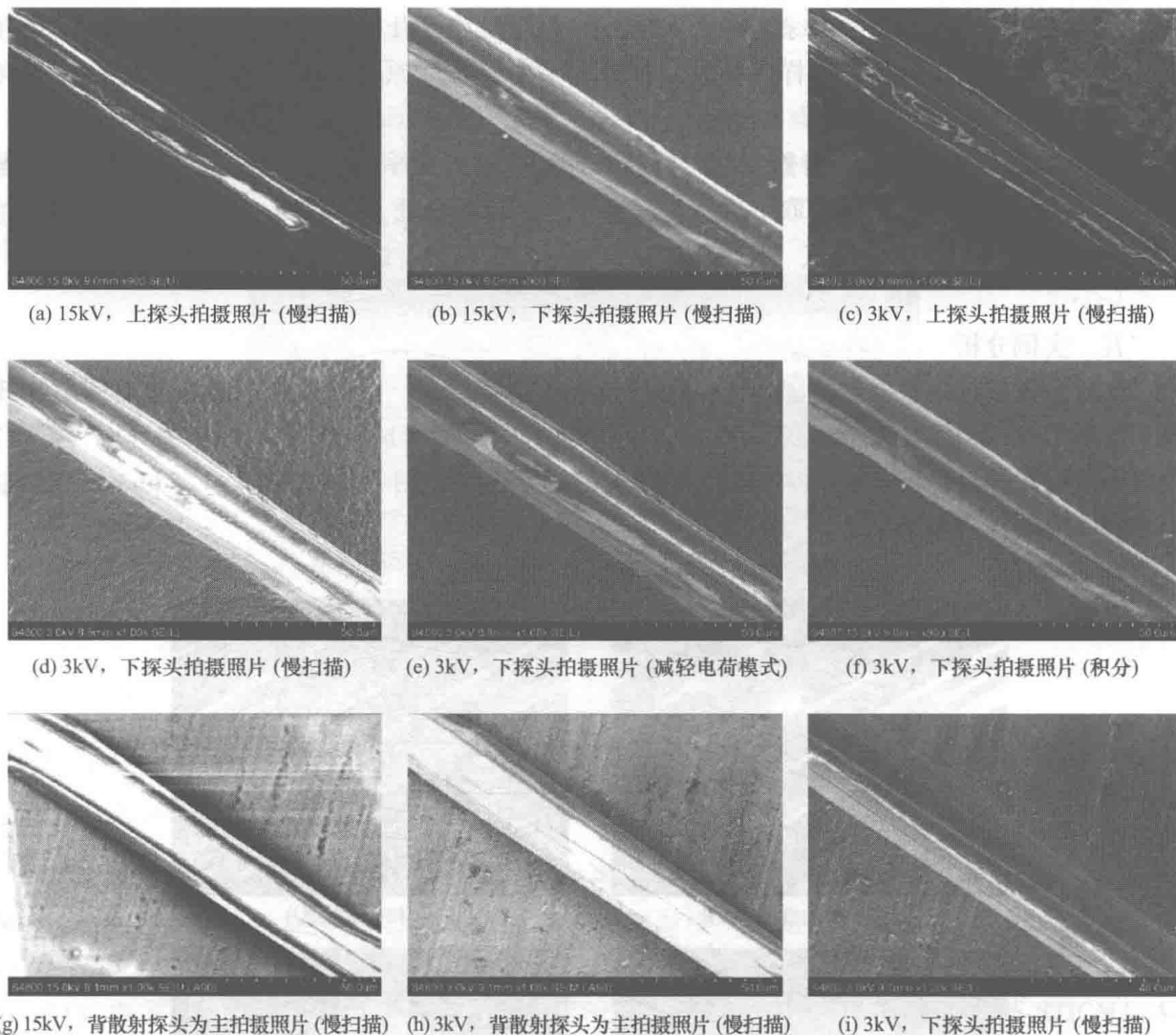


图 1-1-9 不同参数下拍摄照片 (蚕丝, 不喷金)

### (一) 拍摄参数的调整

拍摄过程中, 最终成像的质量取决于很多因素, 如分辨率、信噪比、景深、感兴趣的细节 (如表面细节或内部信息、成分差异等), 需要实验人员通过调整仪器参数来获得。对于 SEM, 经常改变的参数如下。

**1. 加速电压  $V_{acc}$**  SEM 常用加速电压在 0~30kV。一般加速电压越高则分辨率越高、信号强度越高、荷电越大、对样品损伤越大。高加速电压通常穿透样品比较深, 电压低则穿透样品较浅。对于纺织类非导电样品, 并不需要太高的加速电压, 某种程度上来讲, 在保证分辨率的情况下, 电压越小越适合观察非导电类样品。15kV 下和 3kV 下拍摄基本无异, 不过 3kV 拍摄的照片表面细节更加明显 [图 1-1-8(a)、图 1-1-8(b)], 而且在高电压下拍高倍也很容易损伤样品 [图 1-1-8(e)]。

**2. 工作距离  $WD$**  工作距离是指样品与物镜之间的距离。工作距离越大景深越大, 视野越好, 表面信息越少。工作距离越小景深越小, 但表面信息越丰富。如图 1-1-8(c) 和