

“十三五”普通高等教育本科规划教材

材料现代分析 测试方法实验

唐 杰 主 编
杨梨容 刘 畅 副主编



化学工业出版社

“十三五”普通高等教育本科规划教材

材料现代分析 测试方法实验

唐杰 主编
杨梨容 刘畅 副主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书针对目前新材料的发展趋势，总结和概括了目前热点材料和高新材料的常用测试方法。全书包含20个基本实验。对本课程的学习能够使学生了解和掌握目前常见材料测试方法的发展概况、原理，熟悉一些仪器的测试流程和方法，并通过对实验过程和测试结果进行深入的分析理解，培养学生发现问题、分析问题和解决问题的能力，为今后的生产实践和科学研究打下良好的基础。

本教材适合高等院校材料类专业教学使用，也可作为从事材料科研、生产、应用的技术人员的参考资料。

图书在版编目 (CIP) 数据

材料现代分析测试方法实验/唐杰主编. —北京:
化学工业出版社, 2017. 2

“十三五”普通高等教育本科规划教材

ISBN 978-7-122-28801-1

I. ①材… II. ①唐… 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 (2016) 第 321394 号

责任编辑: 王 婧 杨 菁

文字编辑: 杨欣欣

责任校对: 王素芹

装帧设计: 史利平

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 刷: 北京市振南印刷有限责任公司

装 订: 北京国马装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 6¼ 字数 150 千字 2017 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 20.00 元

版权所有 违者必究

编写人员

主 编	唐 杰			
副主编	杨梨容	刘 畅	郑新芳	
编写人员	边清泉	杜军良	何登良	黄宝美
	李 娟	刘 畅	刘树信	罗娅君
	唐 杰	王 洪	杨梨容	郑新芳
	周 艳	雷 军		

前言

FOREWORD

《材料现代分析测试方法实验》是为材料类相关专业本科生开设的专业实验课程的指导教材。其实验是在“材料现代分析测试方法”理论课讲授之后进行的。

本课程针对目前新材料的发展趋势，总结和概括了几种目前热点材料和高新材料的常用测试方法。对本课程的学习能够使学生对目前几种常见材料测试方法的发展概况、原理、操作等有一定的了解和掌握。通过实验练习，学生能够熟悉一些仪器测试流程和方法，这不仅能够锻炼学生的动手能力，而且使学生在操作过程中实现理论和实践相结合，对材料的测试进行深入的分析理解，培养学生发现问题、分析问题和解决相关材料测试方面问题的基本能力，培养学生创新意识，为今后的生产实践和科学研究打下良好的基础。

本书既可以作为材料类本科和高职院校材料专业学生的实验教材，也可以作为教师的参考书，对于材料领域的生产研究人员也有一定的参考价值。

本书一共介绍了 20 个实验，参编人员及分工如下：

绵阳师范学院唐杰（实验教材的编撰修订和统筹规划，实验 20 的编写）、杨梨容（实验 3、4 的编写和实验 5、9~11 的初步修订）、刘畅（实验 2 的编写和实验 12~15 的初步修订）、刘树信（实验 6~8 的编写）、何登良（实验 5 的编写）、边清泉（实验 11 的编写）、罗娅君（实验 13、17 的编写）、李娟（实验 14~16 的编写）；黄宝美（实验 19 的编写）、周艳（实验 9 的编写）、王洪（实验 10 的编写）、杜军良（实验 12 的编写）、雷军（实验 18 的编写）、邯郸学院郑新芳（实验 1 的编写和实验 16~19 的初步修订）。

绵阳师范学院对本教材的编写给予了支持，邯郸学院也提供了帮助，在此一并表示感谢！

限于编者水平，本书难免存在不足之处，恳请使用者不吝赐教。

编者
于绵阳师范学院

目录

CONTENTS

- 实验 1 样品的断口观察 (扫描电子显微镜) 1
- 实验 2 样品微观结构观察 (扫描电子显微镜) 5
- 实验 3 材料的表面结构研究 (原子力显微镜) 7
- 实验 4 材料的微观结构分析 (透射电子显微镜) 12
- 实验 5 YAG 粉末的物相分析 16
- 实验 6 粉体材料的振实密度测定 20
- 实验 7 五水硫酸铜的脱水过程研究 23
- 实验 8 粉体的粒度分析 29
- 实验 9 材料力学性能测试 34
- 实验 10 锂离子电池容量测试 38

- 实验 11 对羟基苯甲酸酯类混合物分析 42
- 实验 12 碳酸钙中微量元素镁的测定 46
- 实验 13 碳酸钙、聚乙烯醇、丙三醇、乙醇的红外光谱定性分析 50
- 实验 14 溶剂性质对有机物紫外吸收光谱的影响及金属离子的显色 59
- 实验 15 石灰石中痕量铁的测定 63
- 实验 16 双波长法测定铁、镍含量及条件探索 66
- 实验 17 苯甲酸红外光谱的测绘 73
- 实验 18 白酒中酯的测定 78
- 实验 19 毛细管电泳法在材料分析中的应用 84
- 实验 20 样品显微组织观察 (金相显微镜) 91

样品的断口观察（扫描电子显微镜）

一、实验目的

1. 了解扫描电镜的结构及其成像原理。
2. 学会测试样品的不同处理方式。
3. 学会观察金属和陶瓷块体材料的断口形貌。

二、实验原理

1. 仪器结构

扫描电子显微镜（scanning electronic microscopy, SEM）主要有三个部分：电子光学系统、信号检测放大系统及真空和电源系统^[1,2]。

（1）电子光学系统 电子光学系统包括电子枪、二级或三级缩小的电磁透镜等，其作用是获得高分辨率的理想电子源，并保证电子入射样品时是集中的，尽可能地减小误差，提高分辨率，改善景深，由此获得的立体图像是清晰的^[1]。

（2）信号检测放大系统 信号检测放大系统用于收集信号并将其放大。当电子束扫描样品时，其速度有快有慢，扫描方式也有一定的区别，因此样品表面产生的信号也有不同。信号检测放大系统会收集这些信号，同时转化为电信号，然后加以放大。

（3）真空和电源系统 真空系统是将镜筒内的空气抽出去，以保证其内部有较高的真空度，其设备主要包括机械泵和扩散泵。电源系统为扫描电镜各系统提供稳定的电源。

2. 工作原理

当具有一定能量的入射电子束轰击样品表面时，超过 99% 的入射电子能量都会转变成样品热能而损失掉，但是剩余的少于 1% 的入射电子将从样品中激发出各种信号，如二次电子、背散射电子、吸收电子、透射电子、反射电子、俄歇电子、阴极荧光、X 射线等（如图 1-1 所示）。扫描电镜就是通过采集和分析这些电子所携带的信息，达到对照射样品分析的

目的。

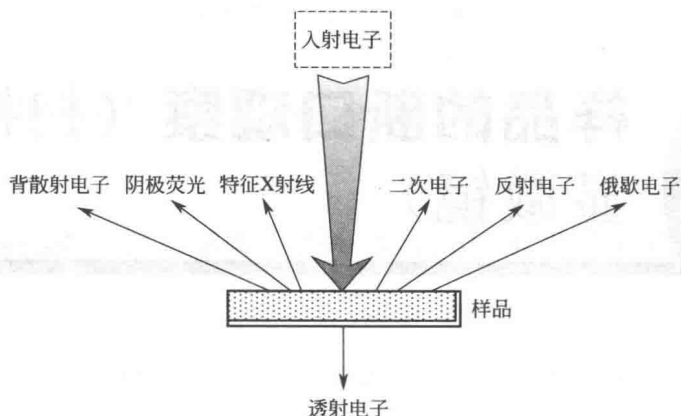


图 1-1 电子与样品表面相互作用示意图

扫描电镜显示的图像是二次电子像。

二次电子是入射电子轰击样品的时候从其表面离开的核外电子，其产生率与样品的形貌和成分有关系。

如果原子的核外电子从入射电子那里获得的能量大于其结合能，就可以脱离原子成为自由电子。不是所有的自由电子都可以脱离材料表面，还有逸出功的限制。只有部分能量大于逸出功的自由电子才能够脱离材料表面，进入真空中，形成所谓的二次电子。电子受到诸多束缚而不容易脱离材料表面，只有受到外界的电子轰击而获得能量才可以，因此即使有离开的电子，也是位于表面比较浅位置的，如表面深度 5~10nm 的区域，能量也不高，只有 0~50eV。但是这些二次电子对样品的表面状态却非常敏感，其携带的信息可以有效地显示出样品表面的微观形貌。然而，检测二次电子的方法也有一些不足之处，比如二次电子产生的数量与原子序数之间没有明显的对应关系，所以该方法不适合用于成分分析。

与光学显微镜相比，扫描电镜具有一些显著的优点：其一，样品制备简单；其二，分辨率很高，一般可达到 5~10nm；其三，放大倍数比较大，虽然不及透射电镜，但也可以达到近 20 万倍^[1,2]。

三、仪器与药品

仪器：扫描电子显微镜、低温烘箱（或电炉）、电吹风、真空镀金设备。

药品：烧结 Nd-Fe-B 合金块体、破碎陶瓷、无水乙醇、导电胶。

四、实验步骤

1. 备样

将烧结 Nd-Fe-B 合金块体敲碎，取新的断面，用无水乙醇清洗表面粉末，80℃ 低温烘干备用。将陶瓷碎片用蒸馏水清洗后，再用无水乙醇溶液冲洗，然后用电吹风吹干备用^[3-5]。

烧结 Nd-Fe-B 合金导电，因此可以直接拍摄。但是陶瓷碎片不导电，需要处理一下。

经过清洗后,用导电胶将陶瓷碎片固定在样品台上,胶面要比样品底面略小一些,等导电胶干透之后,放到真空镀金室中,再将镀金室关闭,抽真空至设定值,然后镀金一段时间取出样品^[5-7]。

2. 开机

- ① 打开交流稳压器(设定稳定的电压值为 220V)和冷却循环水。
- ② 打开样品室的真空开关。
- ③ 打开控制柜的电源开关。

3. 测试

① 打开样品室。由于样品室每次用完之后是关闭的,并且抽了真空以保护探头,因此先要将进气阀打开,以便空气能够进去从而顺利打开样品室。当样品放入之后要将其关闭并抽真空,以保证散射电子在不会被空气中的气体成分干扰。

② 开启操作软件,根据样品的导电性能调整电压。

③ 将图像的选区选择为全屏(FULL),这样可以使观察界面更清晰,能够获得更多的信息。

④ 调整显示器的对比度和亮度,以便能够清楚地看见图像的各个细节。

⑤ 在观察显示器的同时调节聚焦旋钮,以保证图像是清晰的。

⑥ 观察这一个视场,寻找信息更为丰富的自己需要的特征图像进一步放大观察。

⑦ 调整 X 方向和 Y 方向的消像散钮至像散消失。

⑧ 根据样品位于观察区域的实际特点,选择确定适当的扫描速率来观察图像。

⑨ 选择清晰、特征明显的断口微观图像进行拍照。

⑩ 填写实验记录和仪器使用记录本。

4. 关机程序

① 将高压电源首先关闭,逆时针调节显示器对比度和亮度,使其至最低。

② 依次关闭软件、主机、镜筒真空隔阀、主机电源开关及真空开关等。

③ 冷却水继续冷却约 20min 后,再将循环水和电子交流稳压器关闭。

五、实验结论

对拍摄到的样品端口照片进行分析,得出结论。

实验结论: _____

六、思考题

1. 简述扫描电镜的工作原理。
2. 简述不同类型样品制备步骤及注意事项。

3. 对比两种样品的断口形貌图像, 分析金属与陶瓷的微观断面的区别。

参考文献

- [1] 朱琳. 扫描电子显微镜及其在材料科学中的应用 [J]. 吉林化工学院学报, 2007, 24 (2): 81-84.
- [2] 刘彻. 扫描电镜的发展及其在聚合物材料研究中的应用 [J]. 中山大学研究生学刊: 自然科学·医学版, 2013, (4): 7-12.
- [3] 豆志河, 张延安, 张含博, 等. 铝热自蔓延法制备低氧高钛铁合金及表征 [J]. 稀有金属材料与工程, 2012, 41 (5): 899-904.
- [4] 钟宇红, 房春生, 邱立民, 等. 扫描电镜分析在大气颗粒物源解析中的应用 [J]. 吉林大学学报: 地球科学版, 2008, 38 (3): 473-478.
- [5] 张方, 黄伟, 黄帅. 扫描电镜在硬质合金研究和生产中的应用 [J]. 粉末冶金技术, 2011, 29 (6): 448-451.
- [6] 邓莹, 邓玲, 涂铭旌. 扫描电镜在硬质合金工艺控制过程中的应用研究 [J]. 中国钨业, 2012, 27 (4): 32-35.
- [7] 邹序枚. 扫描电镜断口分析在硬质合金中的应用 [J]. 稀有金属与硬质合金, 1990, (2): 16-21.

实验2

样品微观结构观察 (扫描电子显微镜)

一、实验目的

1. 继续学习扫描电镜的结构及其成像原理。
2. 学会样品的处理方式。
3. 学会观察金属和陶瓷块体微观结构。

二、实验原理

与实验1一样，本实验采用的是扫描电子显微镜，因为该仪器用于观察样品的平面微观结构也非常方便。此外，其焦深很大，复杂、粗糙、表面凹凸不平的样品在扫描电镜下能够聚焦成像，而且很清晰，有很强的立体感，分析样品的表面信息非常方便^[1]。在放大倍数和拍摄的照片清晰度方面，比金相显微镜强得多^[2]，可以得到样品更多的细节。

三、仪器与药品

仪器：扫描电子显微镜、金相样品镶嵌机、金相样品抛光机、电炉（或者烘干机）。

药品：0~1000目砂纸、抛光剂、棉花、无水乙醇、块体样品（由实验室老师提前准备）、砂轮机。

四、实验步骤

1. 备样

取块体样品，观察需要测试的表面，在样品的形状或大小不便于抛光的情况下，首先要进行镶嵌，然后用不同规格的砂纸由粗到细进行交叉抛光，到没有明显的划痕后，再在抛光机上抛光，然后用无水乙醇溶液冲洗，用电吹风吹干备用^[3,4]。如果样品特别粗糙，需要先用砂轮机打磨一下再用砂纸磨制。

对于导电样品可以直接进行测试,不导电样品要用导电胶固定在样品台上,胶面要比样品底面略小一些。待导电胶干透之后,放到真空镀金室中,再将镀金室关闭,抽真空至设定值,然后镀金一段时间取出样品^[5]。

2. 开机

3. 测试

五、实验结论

观察样品平面的拍摄照片,分析其细节,得出结论。

实验结论: _____

六、思考题

1. 简述扫描电镜测试样品平面和断口的异同。
2. 对于不导电的样品应该怎么处理?为什么?

参考文献

- [1] 朱琳. 扫描电子显微镜及其在材料科学中的应用 [J]. 吉林化工学院学报, 2007, 24 (2): 81-84.
- [2] 刘彻. 扫描电镜的发展及其在聚合物材料研究中的应用 [J]. 中山大学研究生学刊: 自然科学·医学版, 2013, (4): 7-12.
- [3] 张方, 黄伟, 黄帅. 扫描电镜在硬质合金研究和生产中的应用 [J]. 粉末冶金技术, 2011, 29 (6): 448-451.
- [4] 邓莹, 邓玲, 涂铭旌. 扫描电镜在硬质合金工艺控制过程中的应用研究 [J]. 中国钨业, 2012, 27 (4): 32-35.
- [5] 邹序枚. 扫描电镜断口分析在硬质合金中的应用 [J]. 稀有金属与硬质合金, 1990, (2): 16-21.

备注:

表 2-1 烧结钕铁硼合金中存在相及特点

相的名称	大体上的成分	各相的特征
Nd ₂ Fe ₁₄ B 基体相	Nd : Fe : B = 2 : 14 : 1	多边形, 不同尺寸, 基体取向不同
富 B 相	Nd : Fe : B = 1 : 4 : 4	大块或细小颗粒沉淀
富 Nd 相	Nd : Fe = 1 : (1.2~1.4) 或 1 : (2~2.3) 或 1 : (3.5~4.4) 或 >1 : 7	颗粒状或薄层状, 沿晶界分布, 或处于晶界交界处
Nd 的氧化物	Nd ₂ O ₃	大颗粒或小颗粒沉淀
富 Fe 相	Nd-Fe 相化合物或 α-Fe	沉淀
外来相	氯化物 [NdCl/Nd(OH)Cl]/Fe-P-S 相	颗粒状

实验3

材料的表面结构研究 (原子力显微镜)

一、实验目的

1. 了解原子力显微镜的工作原理及仪器的结构。
2. 了解原子力显微镜在材料性质测试方面的应用。
3. 熟悉制备原子力显微镜样品的方法。
4. 掌握原子力显微镜观察样品表面的基本操作。

二、实验原理

在当今的科学技术中，如何观察、测量、分析尺寸小于可见光波长的物体，是一个重要的研究方向。原子力显微镜（AFM）是通过探针与被测样品之间微弱的相互作用力（原子力）来获得物质表面形貌的信息。因此，除导电样品外，AFM还能够观测非导电样品的表面结构，不需要用导电薄膜覆盖，其应用领域较扫描电镜更为广阔^[1]。

1. 原子力显微镜结构

原子力显微镜的系统可分成三个部分：力检测部分、位置检测部分、反馈系统。

AFM的核心部件是力的传感器件，包括微悬臂（cantilever）和固定于其一端的针尖^[2]。目前，一般的AFM垂直分辨率已达到0.1nm，足以检测出物质表面的微观形貌。探针针尖曲率半径的大小将直接影响到测量的水平分辨率。当样品的尺寸大小与探针针尖的曲率半径相当或更小时，会出现“扩宽效应”，即实际观测到的样品宽度偏大。这种误差来源于针尖边壁同样品的相互作用以及微悬臂受力变形。某些AFM图像的失真在于针尖受到污染。一般的机械触针为金刚石材料，其最小曲率半径约20nm。普通的AFM探针材料是硅、氧化硅或氮化硅（ Si_3N_4 ），其最小曲率半径可达10nm。由于可能存在“扩宽效应”，针尖技术的发展在AFM中非常重要。其一是制得更尖锐的探针，如用电子沉积法制得的探针，其针尖曲率半径在5~10nm之间。其二是对探针进行修饰，从而发展起针尖修饰技术。

探针针尖的几何、物理特性制约着针尖的敏感性及样品图像的空间分辨率。因此针尖技

术的发展有赖于对针尖进行能动的、功能化的分子水平的设计。只有设计出更尖锐、更功能化的探针,改善 AFM 的力调制成像 (force modulation imaging) 技术和相位成像 (phase imaging) 技术的成像环境,同时改进被测样品的制备方法,才能真正地提高样品表面形貌图像的质量。

(1) 力检测部分 在原子力显微镜系统中,所要检测的力是原子与原子之间的范德华力。使用微悬臂来检测原子之间力的变化量。微悬臂通常由一个 $100\sim 500\mu\text{m}$ 长、 $500\text{nm}\sim 5\mu\text{m}$ 厚的硅片或氮化硅片制成。微悬臂顶端有一个尖锐针尖,用来检测样品-针尖间的相互作用力。为了能够准确地反映出样品表面与针尖之间微弱的相互作用力的变化,得到更真实的样品表面形貌,提高 AFM 的灵敏度,微悬臂的设计通常要求满足下述条件:

- ① 较低的力学弹性系数,很小的力即可产生可观测的位移;
- ② 较高的力学共振频率;
- ③ 高的横向刚性,针尖与样品表面的摩擦不会使它发生弯曲;
- ④ 微悬臂长度尽可能短;
- ⑤ 微悬臂带有能够通过光学、电容或隧道电流方法检测其动态位移的物镜或电极;
- ⑥ 针尖尽可能尖锐。

(2) 位置检测部分 在使用原子力显微镜时,针尖与样品之间产生作用,会使得悬臂摆动。所以当激光照射在微悬臂的末端时,其反射光的位置也会因为悬臂摆动而有所改变,这就造成偏移量的产生。整个系统是依靠激光光斑位置检测器将偏移量记录下并转换成电信号,以供 SPM 控制器作信号处理。微悬臂将照射其上的激光反射到激光位置检测器。通过对落在检测器四个象限的光强进行计算,可以得到由于表面形貌引起的微悬臂形变量大小,从而得到样品表面的不同信息。

(3) 反馈系统 检测时,反馈系统会将激光检测器产生的电信号当作反馈信号,作为内部的调整信号,并驱使通常由压电陶瓷制作的扫描器做适当的移动,以使样品与针尖保持一定的作用力。

2. 原子力显微镜的工作模式

根据探针与样品之间距离的不同,原子力显微镜有可分为三种工作模式,即接触式、非接触式和轻敲式。

(1) 接触模式 又分为恒力模式、恒高模式。

接触模式的特点是探针与样品表面紧密接触并在表面上滑动。针尖与样品之间的相互作用力是两者相接触原子间的排斥力,大小为 $10^{-8}\sim 10^{-11}\text{N}$ 。接触模式通常就是靠这种排斥力来获得稳定、高分辨率的样品表面形貌图像。当沿着样品扫描时,由于表面的高低起伏使得针尖-样品距离发生变化,引起它们之间作用力的变化,从而使悬臂形变发生改变。当激光束照射到微悬臂的背面,再反射到位置灵敏的光电检测器时,检测器不同象限会接收到同悬臂形变量成一定的比例关系的激光强度差值。反馈回路根据检测器的信号与预置值的差值,不断调整针尖-样品距离,并且保持针尖-样品作用力不变,就可以得到表面形貌像。这种测量模式称为恒力模式。当已知样品表面非常平滑时,可以让针尖-样品距离保持恒定,这时针尖-样品作用力大小直接反映了表面的高低,这种测量模式称恒高模式。将电信号放大、转换,即可得到样品表面原子级三维图像。

根据物理学原理,施加到微悬臂末端力的表达式为:

$$F = K \Delta Z \quad (3-1)$$

式中, ΔZ 为针尖相对于试样间的距离; K 为弹性系数。

接触模式对样品高度的变化较为敏感, 可实现样品的快速扫描, 适用于分子、原子的图像的观察。但由于针尖在样品表面上滑动及样品表面与针尖的黏附力, 可能使得针尖受到损害, 样品产生变形。故接触模式不适用于研究生物大分子、低弹性模量样品以及容易移动和变形的样品。

(2) 非接触模式 非接触模式是探针针尖始终不与样品表面接触, 在样品表面上方 5~20nm 距离内扫描。针尖与样品之间的距离是通过保持微悬臂共振频率或振幅恒定来控制的。在这种模式中, 样品与针尖之间的相互作用力是吸引力——范德华力。由于吸引力小于排斥力, 故灵敏度比接触模式高, 但分辨率比接触模式低。非接触模式不适用于在液体中成像, 但是对于研究柔软或有弹性的样品较佳, 而且针尖或者样品表面不会有钝化效应, 不过会有误判现象。这种模式的操作相对较难, 在生物中的应用很少。

(3) 轻敲模式 在轻敲模式中, 通过调制压电陶瓷驱动器使带针尖的微悬臂以某一高频的共振频率和 0.01~1nm 的振幅在 Z 方向上共振, 而微悬臂的共振频率可通过氟化橡胶减振器来改变。同时反馈系统通过调整样品与针尖间距来控制微悬臂振幅与相位, 记录样品的上下移动情况, 即在 Z 方向上扫描器的移动情况来获得图像。由于微悬臂的高频振动, 使得针尖与样品之间接触的时间相当短, 针尖与样品可以接触, 也可以不接触, 且有足够的振幅来克服样品与针尖之间的黏附力, 因此适用于柔软、易脆和黏附性较强的样品, 且不对它们产生破坏。这种模式在聚合物聚合物的结构研究和生物大分子的结构研究中应用广泛。

(4) 本实验采用模式 本实验采用接触模式中的恒力模式。

3. 原子力显微镜的应用

扫描探针显微镜主要用于对物质表面在纳米量级上进行成像和分析。AFM 可以在大气、真空、低温和高温、不同气氛以及溶液等各种环境下工作, 且不受样品导电性质的限制^[2,3]。

(1) 物理方面 在物理学方面, 原子力显微镜的应用包括了导体、半导体和绝缘体表面的高分辨成像, 摩擦学及各种力学研究, 金属和半导体的表面形貌、表面重构、表面电子态及动态过程, 超导体表面结构和电子态层状材料中的电荷密度等。

(2) 化学生物方面 在化学和生物学方面, 原子力显微镜可用于生物样品和有机膜的高分辨成像以及表面化学反应研究、分子间力和表面力研究等。

(3) 新型材料方面 原子力显微镜可用于纳米材料的加工与操纵, 以及在线检测和质量控制等。

(4) 微电子方面 在微电子学方面, 原子力显微镜可用于超高密度信息的存储。

除此之外, AFM 在为医学领域也有着广泛的应用, 以 STM 和 AFM 为基础, 衍生出一系列的扫描探针显微镜, 有激光显微镜、磁力显微镜等。

三、仪器与药品

仪器: 原子力显微镜。

药品：硫酸锌、钛酸钡溶胶、纳米二氧化钛、云母片、乙醇、丙酮。

四、实验步骤

1. 样品制备

用于 AFM 的样品制备简单。样品一般需固定在基片上，粉体样品应尽量分散；生物样品尽量保持其活性；块状样品切割成厚度小于 5mm 的薄片，用丙酮、乙醇等清洗掉样品表面的油污，再将样品固定在基片上。

(1) 硫酸锌微粒样品制备 将硫酸锌微粒纳米材料分散到溶剂中，使之处于比较稀的状态下，然后涂于解离后的云母片上，自然晾干。

(2) 二氧化钛纳米微粒制备 把二氧化钛纳米微粒材料分散到溶剂中，使之处于比较稀的状态下，然后涂于解离后的云母片上，自然晾干。

(3) 钛酸钡薄膜的制备 将钛酸钡溶胶在硅片上进行甩膜，晾干，以备用。

2. 开机

先开计算机，然后开控制器、高压电源及激光器。

3. 调光和寻共振峰

① 粗调探测头部上方两个旋钮，让激光光斑基本上打在基座上。

② 调探测头部上方旋钮，让光斑打在悬臂范围内。再调节另一端旋钮，同方向移动，看四象限接收器上是否有 3 个亮斑。通常选择中间亮斑进行调节。另外调节光斑使其移动到悬臂尖端，然后回调两旋钮使得亮斑最为光亮圆润。

③ 调节探测头部侧面两个旋钮，通过软件调节使光斑基本打在四象限接收器中间。

④ 将“自动扫描”和“起振”选项勾上，进行扫频操作。

⑤ 寻峰的目的主要是选择可以使悬臂达到共振状态的激振频率，使悬臂达到共振状态来实现扫描。

4. 放样品

向上抬起探针架，放置样品。用粗调旋钮目测调节探针与样品之间的距离到 2mm 左右。再用细调旋钮使样品逼近微探针，顺时针旋细调旋钮，直至光斑突然向位置传感检测器 (PSD) 移动。

5. 选择模式

打开电控箱电源，打开 SPM console 在线控制软件，根据所测样品选择接触模式、非接触模式或轻敲模式。

6. 扫描试样

设置扫描参数，然后做进针操作；进行样品表面扫描。