

高等学校“卓越工程师教育培养计划”系列实验教材

材料研究 与测试方法实验

The Experiments of Material Testing
and Analysis

《材料研究与测试方法实验》编写组 编
赵青南 孙振亚 主审



武汉理工大学出版社

高等学校“卓越工程师教育培养计划”系列实验教材

材料研究与测试方法实验

The Experiments of Material Testing and Analysis

《材料研究与测试方法实验》编写组 编

赵青南 孙振亚 主审

武汉理工大学出版社

· 武 汉 ·

内 容 提 要

本书详细介绍了常用的材料分析表征手段,具体内容包括 13 个实验:激光衍射法粒度分析、X 射线荧光光谱分析、原子吸收光谱分析、电感耦合等离子体原子发射光谱分析、微量热分析、综合热分析、X 射线衍射定性分析、X 射线物相定量分析、原子力显微镜图像分析、扫描电子显微镜图像分析、透射电子显微镜图像分析、红外光谱分析、激光拉曼光谱分析。本书分别介绍了各实验的目的与意义、仪器基本结构与原理、实验方法与步骤等。

本书可作为高等学校材料科学与工程及相关专业的教学用书,也可作为从事材料科学研究的技术人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

材料研究与测试方法实验/《材料研究与测试方法实验》编写组. —武汉:武汉理工大学出版社,2011. 10

ISBN 978-7-5629-3582-7

I. ① 材… II. ① 编… III. ① 材料科学-科学研究-实验-教材 ② 材料科学-测试方法-实验-教材 IV. ① TB3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 182067 号

项目负责人:田道全 责任编辑:田道全 万三宝

责任校对:余 梦 装帧设计:牛 力

出版发行:武汉理工大学出版社

社 址:武汉市洪山区珞狮路 122 号

邮 编:430070

网 址:<http://www.techbook.com.cn>

经 销:各地新华书店

印 刷:通山金地印务有限公司

开 本:787×1092 1/16

印 张:6.75

字 数:160 千字

版 次:2011 年 10 月第 1 版

印 次:2011 年 10 月第 1 次印刷

印 数:1~3000 册

定 价:15.00 元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页等印装质量问题,请向出版社发行部调换。

本社购书热线电话:027-87394412 87383695 87384729 87397097(传真)

· 版权所有 盗版必究 ·

前 言

随着科学技术的发展,材料的分析表征手段越来越多,其得到的相关信息也越来越丰富。如何掌握并利用这些表征手段,对有关信息进行正确的分析,是现代材料研究工作者必备的素质。武汉理工大学材料研究与测试中心在支撑科学研究的同时,也积极参与到材料科学与工程及其相关专业的教学工作当中,承担了“材料研究与测试方法”课程的理论及实验教学工作。这本《材料研究与测试方法实验》是在“材料研究与测试方法”课程校本讲义的基础上编纂而成的。本教材中每个实验的编写者,同时也是公共服务仪器的操作者,他们承担着相应仪器的公共测试服务,具有多年的仪器使用经验。

本教材是按照高等学校“卓越工程师教育培养计划”的相关要求,由“《材料研究与测试方法实验》编写组”组织编写,具体编写分工如下:宋京红(实验一)、沈春华(实验二)、秦克刚(实验三)、铁丽云(实验四)、杨新亚(实验五)、陈文怡(实验六)、周灵德(实验七)、秦麟卿(实验八)、赵素玲(实验九)、牟善彬(实验十)、祁琰媛(实验十一、十三)、孙育斌(实验十二)。全书由杨光正副教授负责统稿。武汉理工大学赵青南教授对实验一至实验九、实验十二、实验十三进行了审定;武汉理工大学孙振亚教授对实验十、实验十一进行了审定。

本教材的编写出版,得到了武汉理工大学材料研究与测试中心两任领导同志的关心和支持,也得到了武汉理工大学出版社的大力支持,在此表示衷心的感谢!

本教材可作为高等学校材料科学与工程及相关专业的教学用书,也可供从事材料研究、生产与管理的相关技术人员阅读参考。

编 者

2011年8月

目 录

实验一 激光衍射法粒度分析	(1)
一、实验目的与意义	(1)
二、仪器基本结构与原理	(1)
三、实验方法与步骤	(3)
四、分析与讨论	(4)
五、测量结果的影响因素和误差来源	(5)
六、思考题	(7)
实验二 X 射线荧光光谱分析	(8)
一、实验目的与意义	(8)
二、仪器基本结构与原理	(8)
三、实验方法与步骤	(9)
四、分析与讨论	(11)
五、思考题	(14)
实验三 原子吸收光谱分析	(15)
一、实验目的与意义	(15)
二、仪器基本结构与原理	(15)
三、实验方法与步骤	(17)
四、分析与讨论	(19)
五、思考题	(19)
附录 1 原子吸收光谱分析法的特点	(19)
附录 2 火焰原子化器结构图	(20)
实验四 电感耦合等离子体原子发射光谱分析	(21)
一、实验目的与意义	(21)
二、仪器基本结构与原理	(21)
三、实验方法与步骤	(24)
四、分析与讨论	(25)
五、思考题	(26)
附录 感耦等离子体原子发射光谱仪方法通则 JY-T015—1996	(26)

实验五 微量热分析	(29)
一、实验目的与意义	(29)
二、仪器基本结构与原理	(29)
三、实验方法与步骤	(31)
四、分析与讨论	(33)
五、思考题	(34)
实验六 综合热分析	(35)
一、实验目的与意义	(35)
二、仪器基本结构与原理	(35)
三、实验方法与步骤	(36)
四、分析与讨论	(37)
五、思考题	(38)
附录 影响综合热分析结果的因素	(38)
实验七 X 射线衍射定性分析	(40)
一、实验目的与意义	(40)
二、仪器基本结构与原理	(40)
三、实验方法与步骤	(42)
四、定性相分析的原理与方法	(43)
五、思考题	(52)
附录 1 PDF 卡片及其检索方法	(52)
附录 2 混合物相定性相分析应注意的问题	(52)
实验八 X 射线物相定量分析	(54)
一、实验目的与意义	(54)
二、基本原理	(54)
三、实验方法与步骤	(54)
四、定量分析的实验技术	(60)
五、X 射线物相定量分析过程	(62)
六、X 射线物相定量分析过程中应注意的问题	(62)
七、思考题	(63)
实验九 原子力显微镜图像分析	(64)
一、实验目的与意义	(64)
二、仪器基本结构与原理	(64)
三、实验方法与步骤	(66)
四、分析与讨论	(67)

五、思考题	(69)
实验十 扫描电子显微镜图像分析	(70)
一、实验目的与意义	(70)
二、扫描电镜实验内容	(70)
三、扫描电镜的发展简介及其在材料研究中的作用	(70)
四、仪器基本结构与原理	(71)
五、扫描电镜样品制备	(72)
六、实验方法与步骤	(73)
七、扫描电镜的图像分析	(74)
八、思考题	(76)
实验十一 透射电子显微镜图像分析	(77)
一、实验目的与意义	(77)
二、仪器基本结构与原理	(77)
三、实验方法与步骤	(79)
四、分析与讨论	(81)
五、思考题	(83)
实验十二 红外光谱分析	(84)
一、实验目的与意义	(84)
二、仪器基本结构与原理	(84)
三、实验方法与步骤	(86)
四、分析与讨论	(88)
五、思考题	(92)
实验十三 激光拉曼光谱	(93)
一、实验目的与意义	(93)
二、仪器基本结构与原理	(93)
三、实验方法与步骤	(95)
四、分析与讨论	(95)
五、思考题	(96)
参考文献	(97)

实验一 激光衍射法粒度分析

一、实验目的与意义

- (1) 了解激光衍射法粒度分析原理；
- (2) 了解激光衍射法粒度分析仪的特点；
- (3) 掌握分析步骤和操作过程，以及分析测试结果的方法；
- (4) 熟悉激光衍射法粒度分析仪在材料研究中的作用。

激光粒度分析仪能应用于各种类型微粒体系的测试，例如：可在水相、有机相、气相介质中进行颗粒分布测定，包括透明或不透明的、带色或无色的固体，油珠或乳液。该技术适用于石化、陶瓷、粉体、涂料、制药、水泥、军工等各个领域涉及的粒度分析，可给出粒度分布、累计体积百分数、相对数目分布图，尤其是能对材料的原料粉体粒径控制以及后期工艺调控提供依据。

二、仪器基本结构与原理

1. 分析原理

具有代表性的样品，在适当浓度的液体或气体中分散后，让一束单色的光束（通常是激光）通过其间。光被颗粒散射后，分布在不同的角度上，形成不同角度下不同光强的散射图；然后使用适当的光学模型和数学程序，对散射数值进行计算，得到各粒度级别的颗粒体积占总体积的比值，从而得到粒度的体积分布。

2. 激光衍射粒度分析仪的构造

如图 1.1 所示为激光衍射粒度分析仪构造示意图。光源（一般是激光）通过随后的光束处理单元形成单色、相干、平行的光束，通常光束经发散、聚焦、过滤、扩展形成接近理想的光束再照射分散的颗粒。具有代表性的样品稀释成适当的浓度后，再与传输介质（液体或气体）一起被测量区的光束通过。这个测量区应在透镜的有效工作距离之内。

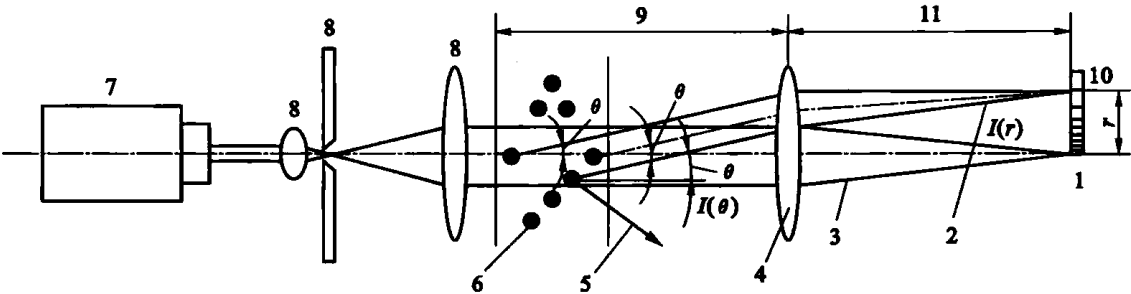


图 1.1 激光衍射粒度分析仪构造示意图

- 1—光强探测器；2—散射光束；3—透射光束；4—傅立叶透镜；5—未通过透镜光线；6—颗粒群；
7—激光源；8—光束处理单元；9—透镜 4 的工作距离；10—多元探测器；11—透镜 4 的焦距

使颗粒进入光束区有两种方式。通常的方式是让颗粒进入聚光透镜前面的有效工作距离的平行光束,如图 1.2 所示。

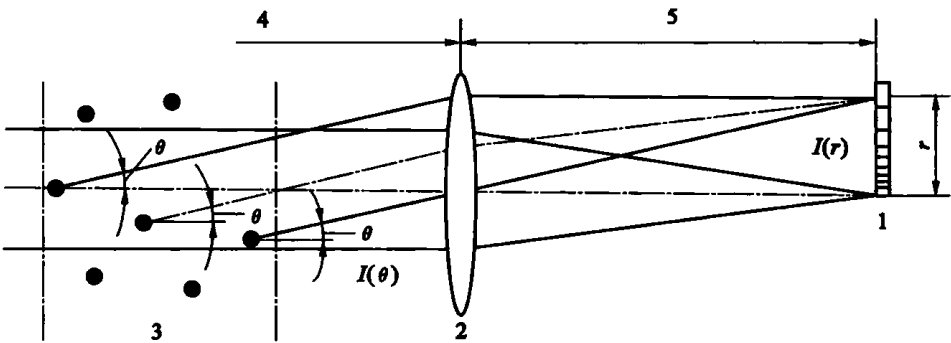


图 1.2 常规方式(颗粒进入透镜前面的有效工作距离的平行光束)

1—探测器;2—傅立叶透镜;3—颗粒群;4—工作距离;5—透镜焦距

另一种是反傅立叶光学方式,让颗粒进入聚光镜后面的汇聚光束,如图 1.3 所示。

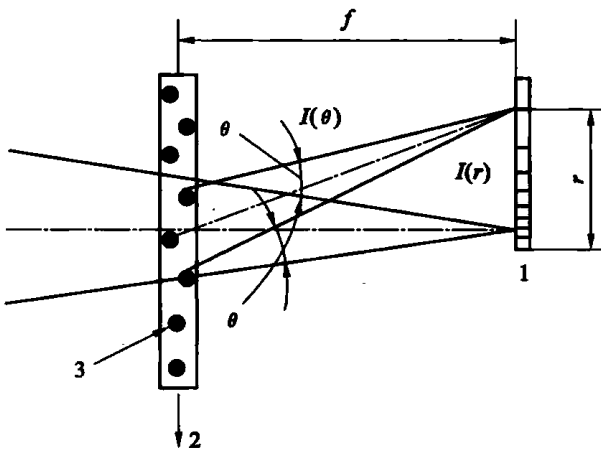


图 1.3 反傅立叶方式(颗粒进入透镜与探测器之间的汇聚束)

1—探测器;2—散射腔;3—颗粒

常规方式的优点是:在透镜的有效工作距离内,允许有一个较宽的散射腔。反傅立叶方式对散射腔的宽度有一定的限制,但能测量到大角度的散射光,有利于亚微米测定。

入射光束和分散后的颗粒群相互作用,形成不同角度有不同光强的散射图。由透射光和散射光组成的总的光强角分布 $I(\theta)$ 被一个凸透镜或者透镜系统聚焦到多元探测器上,形成散射图。在限定的范围内,散射图与颗粒在光束中的位置无关。连续的光强角分布,在多元探测器上就转变成一个不连续的光强的空间分布 $I(r)$ 。

一般假设记录到的颗粒群散射图,在所有随机位置上,单颗的散射图的总和是相同的。

通常,探测器是由大量的光电二极管组成的。光电二极管将光强度的空间分布 $I(r)$ 转变成一系列的光电流 i_n ,随后,电子线路将光电流放大并数字化,转化成为一系列代表散射图的强度或能量的矢量 L_n ,依此表示散射图。中心单元用来测定透射光的强度,使用这个强度可以计算光学浓度(浊度)。

计算机用于控制、储存和计算。计算机可以控制仪器自动运行,存储探测器接收的信号,运用光学模型(通常是一个矩阵模型,它包括单位体积中粒度等级的光散射矢量,探测器的几何形状和灵敏度的系数)计算粒度的分布,并提供有关仪器的自动操作。

三、实验方法与步骤

1. 样品制备

(1) 样品的检验

根据目测或显微镜观测,估计样品的粒度范围和形状,以及颗粒的分散情况。如果样品中的颗粒对某一批材料具有代表性,而且分散充分,则测得的粒度分布结果对这批材料有效。

(2) 样品的制备

对于干的粉体,使用样品均分技术,制备具有代表性的体积合适的待测样品。如果样品很少或者是湿的粉体,可以先合成非常好的膏剂,然后取出部分膏剂作为样品。膏剂的制备方法是:将分散剂一滴滴地加入粉体,同时用抹刀混合,如果混合物结块,就应该增加分散剂继续混合。最后的膏剂应像蜂蜜或牙膏那样,如果由于操作错误致使膏剂过稀,就需要重新制样。

(3) 样品的分散

干的粉体可以用气体或液体分散,分散程度应符合测定的目的。例如:是测定原始的颗粒,还是测定团聚以后的颗粒。

干粉粉碎器一般是使用压缩空气或抽真空进行分散,它是利用剪切力和颗粒与颗粒之间、颗粒与器壁之间的机械力相结合进行分散的。对于干分散,应注意被测定的样品应具有代表性。

许多液体都可以作为分散剂。搅拌和超声振荡都能促进液体中颗粒的分散。可以用显微镜观测分散的效果;也可以用激光衍射仪测定悬浮液,同时用适当的超声波振荡。如果样品充分分散,而且无破碎和溶解,测得的粒度分布应该是不变的。

(4) 样品的浓度

颗粒在分散剂中的浓度应不低于某一个最小的数值。对于大多数仪器,为了能够得到一个可以接受的信噪比,样品的体积浓度值应不低于5%。同样,也应有一个浓度的上限,为了避免多重散射(光接连被多个颗粒散射),当颗粒大于20 μm 时,浓度值的上限为35%;当颗粒小于20 μm 时,浓度值应小于15%。

2. 实验步骤

(1) 开机顺序:先开仪器主机和湿法进样器,再开电脑软件。

关机顺序:先关电脑软件,再关湿法进样器和主机。

(2) 湿法测量程序

① 首先让水循环起来,搅拌速度调到3000 r/min。

② 启动 Mastersizer 2000 操作软件,输入操作者姓名,开机预热30 min以后才能进行样品测量。

⑦ 测量结束后, 抬起烧杯上方盖子到两个黑线中间, 清洁样品, 然后换新鲜的水并清洗 2~3 次(以对光后背景正常为准)。

Multiple narrow models——多峰分布颗粒

Single model——单峰分布颗粒

Particle RI——样品的折射率数值

Absorption——吸光度

Weighted Residual——残差

报告上部第三栏中: Concentration——样品的体积浓度

Span——径距(表征样品分布宽窄的情况)

Uniformity——峰形的对称性

Surface Weighted Mean $D[3,2]$ ——表面积平均粒径Vol. Weighted Mean $D[4,3]$ ——体积平均粒径

表 1.1 试验参数控制要求

项 目	要 求
折射率	软件中提供部分样品的折射率,其他样品需提供相应的折射率
吸光度	白色样品:0.1 稍带衍射的样品:0.1 颜色较深的样品:0.1~0.3 黑色样品:1.0
遮光度	几微米至几十微米的样品控制在5% 几十至100微米的样品控制在5%~15% 几百至500微米的样品控制在15%~20%

3. 结果数据分析

报告下部数据栏中,“Volume In(%)”中数据指颗粒直径在不同的分段中所占的体积百分比,“Volume Under(%)”是指颗粒分布中的累积结果。在实验的过程中依据表 1.1 以及所测试样的具体情况控制有关参数,测试完成后,参数会显示在报告上部栏目中,需对照表 1.1 进行核查,以保证报告下部栏目中所测数据的准确性。

“ $d(0.5)$ ”是指颗粒分布的中位值,即小于此值的颗粒的体积百分比为 50%,对于测试结果的分析,这是一个较为重要的参考值,反映颗粒级配及分布情况;“ $d(0.1)$ ”反映小颗粒的分布情况;“ $d(0.9)$ ”反映较大颗粒分布情况。报告下栏表中显示颗粒详细的分布情况。

对照表中的数据,分析颗粒分布的范围、峰值出现的位置、峰形分布的对称性、峰的数量等重要的性能情况。

五、测量结果的影响因素和误差来源

(1) 系统的测定误差可能来源于以下几个方面:不合理的样品制备方法,理论假设偏离实际物质,以及仪器的操作和运行不适当。

(2) 样品制备过程中的人为误差,经常是总误差的主要组成部分。它是由下述原

因产生的：

① 不适当的取样技术,被测定的是没有代表性的样品。对于批量巨大自由流动的物质,粒度分布范围广,又使用不适当的取样技术,这种误差尤其值得注意。这种误差也可能是由于仪器中的样品输送系统有选择性地输送造成的。例如:泵的速度过低可能导致大的颗粒在输送中沉淀。

② 不合理的分散程序(液体、分散剂、超声波),导致颗粒团未全部分散。

③ 分散过程中的机械力(如超声波)使颗粒破碎。

④ 颗粒或雾滴在测量前或测量期间膨胀、结团、溶解或蒸发。

⑤ 由于使用泡沫分散剂强力搅拌而出现气泡。

⑥ 由于分散液或气体温度的波动,产生折射率的差异,例如:分散液的蒸发或有火焰存在。

(3) 系统测定误差的另一个重要来源,是由于微粒的理论假设偏离实际而产生的误差。其主要有以下几种:

① 多数真实的颗粒不符合球形的假设。非球形颗粒在不同的方位有不同的截面积,鉴于是对颗粒所有的方位进行测定,导致测得的粒度分布较之等效体积分布变宽,并且其中值和平均值变大。

② 颗粒的表面可能是粗糙的,而不是光滑的,这就会使光在界面上产生漫散射,类似于光在颗粒内被吸收的效果。

③ 颗粒具有特殊的光学性质,如多孔的颗粒。它导致大量的非常细小的颗粒出现,而实际上这些小颗粒是不存在的。

④ 可能选用的是错误的光学模型或参数。如果样品中含有大量的细小的透明的颗粒,而使用夫琅和费理论,可能会计算出更大数量的细小颗粒。一般来说,即使仪器、样品质量、分散介质的体积不变,采用不正确的模型计算出的微粒浓度与实际会有很大的差别。

(4) 仪器的功能或操作程序的误差列举如下:

① 颗粒的直径超出测定范围。

② 样品输送进入透镜工作距离以外的激光束中。

③ 测定腔中的窗口或透镜污染,此时应该清除污染物。

④ 测定时过多地去除背景。

⑤ 光学系统未正确校直。

⑥ 颗粒浓度过高,产生多重散射。

⑦ 将光的强度分布变换成粒度分布的数学程序不适当(由仪器制造厂家控制)。

(5) 除了以上几点外,缺乏好的控制也会产生随机误差,随机误差可能由下列几种原因产生:

① 测定时间或每个探测器单元输出信号的数字不足。

② 在浓度过低的状态下工作。

③ 仪器有缺陷,如激光强度不稳定、探测器单元有噪音等。

六、思考题

- (1) 激光衍射仪的结构通常有哪几种？
- (2) 简述激光衍射理论。
- (3) 在样品的制备过程中需要注意哪些问题？
- (4) 试验报告下部的表格栏中“Vol Under(%)”与“Volume In(%)”的含义有什么区别？
- (5) 影响测量结果的因素有哪些？如何看待测量结果的误差来源？

实验二 X 射线荧光光谱分析

一、实验目的与意义

- (1) 了解 X 射线荧光光谱仪的结构及工作原理；
- (2) 了解样品制备过程与要求；
- (3) 熟悉无标定性定量分析软件；
- (4) 了解 X 射线荧光光谱分析在材料科学中的应用。

X 射线荧光光谱法可以分析 F~U 元素范围内的所有无机材料样品,包括块状样品、粉末状样品以及液体样品(油品与一般溶液)。该方法因其快速、简便、准确、及时,以及可在线进行元素定性、定量分析等优点,广泛地应用于冶金、地质、生物医学、环境监测、天体物理、文物考古、刑事侦查、工业生产等诸多领域。例如:用于陶瓷材料及色釉料、水泥原料和产品等元素成分的检测;针对钢铁中碳、锰等微量元素的分析,达到对生产工艺进行改进、对原材料进行监控以及对成品进行在线监控等目的;在农业方面,可以通过分析土壤中的微量元素,以改善土壤环境,使农作物种植具有更好的适应性;通过分析人体血样、牙、细胞液以及酶等其中的微量无机元素,掌握其与人类健康、疾病之间的关系等。此外,薄膜的膜厚以及各膜层元素含量分析是目前 X 射线荧光光谱分析方法重要的应用之一。开发新型、稳定的 X 光管,提高元素测试灵敏度,尤其是轻元素以及微含量范围,从宏观元素分析转向微区元素分析,以及改进定量分析程序等,是 X 射线荧光光谱分析发展的主要方向。

二、仪器基本结构与原理

1. 元素特征荧光 X 射线的产生

X 射线与物质作用时将引起物质内部组分原子的激发,当原子内层电子被激发后,外层电子产生能级跃迁,发生跃迁的两能级间能量差将以光子形式进行释放,即物质释放出射线(荧光 X 射线),且该射线的能量或波长代表了被激发原子的特征。特征荧光 X 射线的定义就是物质在吸收高能量射线后再次释放的更低能量射线,如图 2.1 所示。

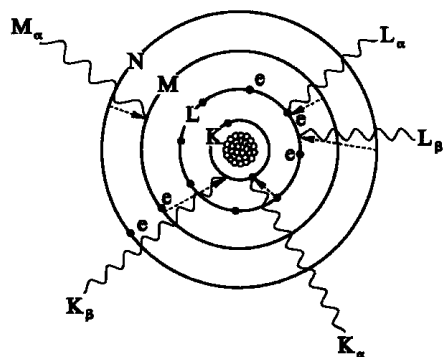


图 2.1 特征荧光 X 射线产生示意图

特征荧光 X 射线的定义就是物质在吸收高能量射线后再次释放的更低能量射线,如图 2.1 所示。

2. X 射线荧光定性、定量分析的基本原理

莫塞来定律确立了原子序数 Z 与 X 射线波长之间的关系,认为同名特征 X 射线谱频率的平方根与原子序数成正比,即:

$$\sqrt{\nu} = \sqrt{\frac{1}{\lambda}} = K(Z - \sigma)$$

式中 K, σ ——常数;

ν ——射线频率；
 λ ——射线波长。

普朗克定律则建立了光子能量与其频率(或波长)间关系：

$$E = h\nu = \frac{hC}{\lambda}$$

式中 h ——普朗克常数；
 C ——光速。

因此，只需要测出荧光 X 射线的能量或波长，就可以知道元素的种类，且荧光 X 射线的强度与元素的含量存在一定的关系，这就是 X 射线荧光定性、定量分析的基础。

通过测定荧光 X 射线的能量实现对被测样品的分析的方法称为能量色散 X 射线荧光分析，相应的仪器称为能谱仪；通过测定荧光 X 射线的波长实现对被测样品分析的方法称为波长色散 X 射线荧光分析，相应的仪器称为 X 射线荧光光谱仪。

如图 2.2 所示是波长色散 X 射线荧光光谱测试光路示意图。X 光管发射的初级 X 射线照射到样品上，样品元素受激发，发射出的特征荧光 X 射线通过初级准直器或狭缝，平行投射到分光晶体表面，按布拉格条件($n\lambda = 2d\sin\theta$)进行衍射分光。分光后经次级准直器进入探测器，进行光电转换，把不可直接测量的光子转变成可测量的电脉冲信号，通过幅度放大和脉冲幅度选择，进行第二次分光，变成一种完全单一波长和能量的脉冲，计算机软件根据计数电路测量的各波长 X 射线对应的强度(kcps)进行定性和定量分析。

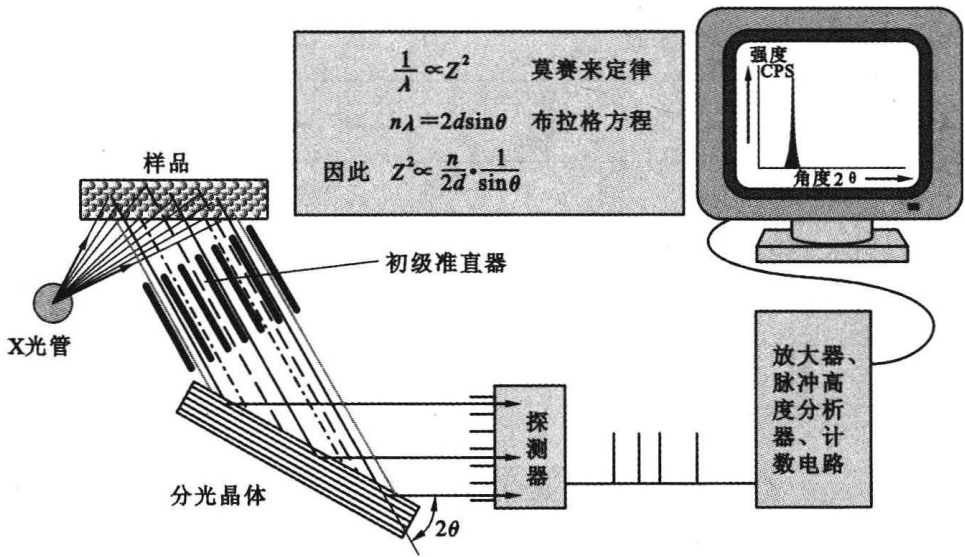


图 2.2 波长色散 X 射线荧光光谱测试光路示意图

三、实验方法与步骤

1. 基本分析流程

X 射线荧光光谱分析的基本流程如图 2.3 所示。

X 射线荧光光谱分析方法是一种相对分析方法，需要通过测试标准样品来确定待测样品的含量。因此，首先必须按照如图 2.3 所示的流程，采用标准样品制定分析程

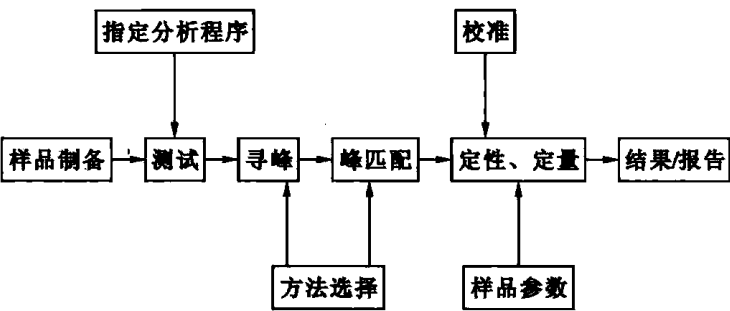


图 2.3 波长色散 X 射线荧光光谱分析流程图

序(对于无标定性、定量分析,程序基本于仪器安装后就完成)。因为无标定性、定量分析需要对未知样品中所有元素进行分析,所以需要对测量条件和扫描条件进行组合,编制若干扫描程序段,包括合理选择 X 光管电压、分光晶体、探测器等硬件测试条件和扫描 2θ 角度范围、速度和步长等,达到对元素周期表中所有从 F 到 U 元素的全程扫描,部分扫描通道设置片段见表 2.1。

表 2.1 程序扫描通道设置一览表

序号	kA 范围	LA 范围	晶体	狭缝	探测器	过滤片	起始角	终止角	步长	时间 (s)	时间/步 (s)	扫描速度	kV	mA
1	Te-Ce	—	LiF220	150μm	Scint	Brass (100μm)	14.000	18.600	0.040	23	0.20	0.2000	60	50
2	Mo-I	—	LiF220	150μm	Scint	Brass (300μm)	12.000	21.000	0.030	75	0.25	0.1200	60	50
3	Br-Tc	At-Am	LiF220	150μm	Scint	Al (200μm)	26.600	45.000	0.050	92	0.25	0.2000	60	50
4	Zn-Br	Re-Fr	LiF220	150μm	Scint	Al (200μm)	42.000	62.000	0.050	80.0	0.20	0.2500	60	50
5	V-Cu	Pr-W	LiF220	150μm	Duplex	None	61.000	126.000	0.050	208	0.16	0.3125	50	60
6	K-V	In-Ce	LiF220	150μm	Flow	None	76.000	146.000	0.080	140	0.16	0.5000	30	100
7	P-Cl	Zr-Ru	Ge111-C	300μm	Flow	None	91.000	146.000	0.080	110	0.20	0.5000	30	100
8	Si-Si	Rb-Sr	PE002-C	300μm	Flow	None	100.000	115.000	0.120	20	0.16	0.7500	30	100
9	Al-Al	Br-Br	PE002-C	300μm	Flow	None	130.000	147.040	0.120	22.72	0.16	0.7500	30	100
10	O-Mg	V-Se	PXI	300μm	Flow	None	20.000	60.050	0.150	133.5	0.50	0.3000	30	100

2. 样品制备

本实验以粉末样品为例。粉末制备好后,放入特制的模具中,在一定的压力下压制成片即可用于测试。

制备粉末样品的步骤大体可以分为干燥与焙烧、混合与研磨。

干燥过程主要是为了去除其中的吸附水以提高制样的精度。对于制样而言,焙烧过程主要就是为了克服矿物效应,一般焙烧过程作为辅助过程用于去除有机质、结晶水、CO₃²⁻ 等,得到样品的烧失量大小,作为样品参数输入分析过程。如果样品中存在