

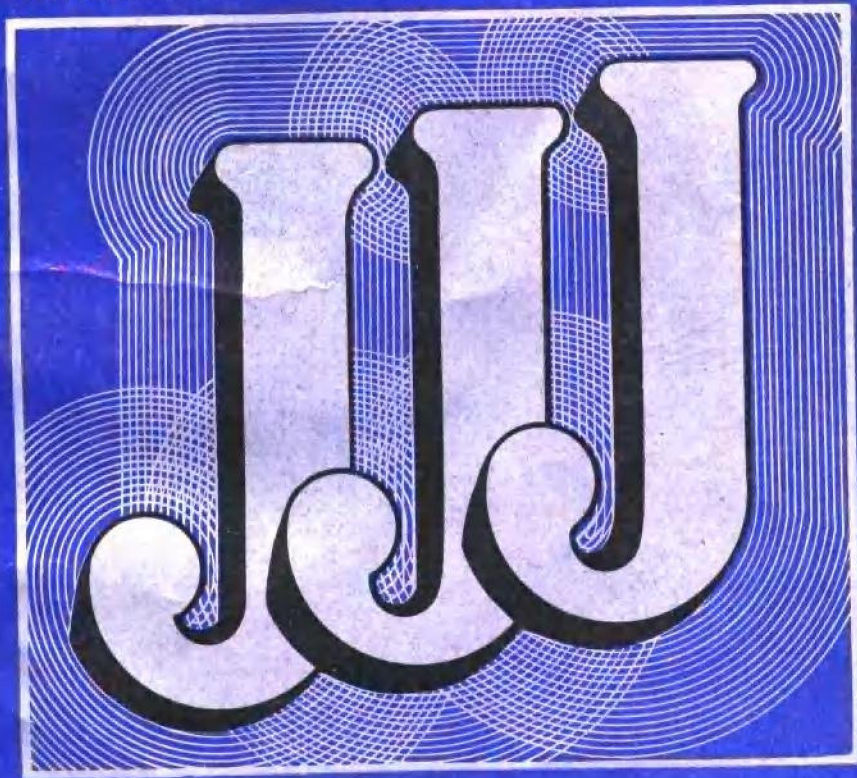
国家机械工业委员会统编

金属物理测试技术

(高级物理金相实验工适用)

机械工人技术理论培训教材

JIXIE GONGREN JISHULILUN PEIXUN JIAOCAI



机械工业出版社

机械工人技术理论培训教材

金属物理测试技术

(高级物理金相实验工适用)

国家机械工业委员会统编



机械工业出版社

B551079

本书介绍了金属物理中某些经典的测试项目与测试手段,同时也简要介绍了用于研究金属物理的一些先进的测试仪器,如俄歇电子能谱仪、电子探针X射线显微分析仪、X射线衍射仪、电子显微镜等。该书可作为高级物理金相实验工培训教材及金属物理实验工人的参考用书。也可作为有关专业大专学生的参考读物及非金属物理科研人员的科普读物。

本书由国家机械委上海材料研究所于立夫、汪培基、张静江、赵国珍、李晋编写,由唐汝钧审稿。

金属物理测试技术

(高级物理金相实验工适用)

国家机械工业委员会统编

*

责任编辑:王明贤 版式设计:罗文莉

封面设计:林胜利 方 芬 责任校对:陈 松

责任印制:王国光

*

机械工业出版社出版(北京阜成门外百万庄南里一号)

(北京市书刊出版业营业性许可证出字第117号)

人民卫生出版社印刷厂印刷

机械工业出版社发行·新华书店经销

*

开本 $787 \times 1092 \frac{1}{32}$ · 印张 $6 \frac{3}{8}$ · 字数 140 千字

1988 年 10 月北京第一版 · 1988 年 10 月北京第一次印刷

印数 0,001—9,100 · 定价:2.60 元

*

ISBN 7-111-01194-5/TG·304

前 言

1981年,原第一机械工业部为贯彻、落实《中共中央、国务院关于加强职工教育工作的决定》,确定对机械工业系统的技术工人按照初、中、高三个阶段进行技术培训。为此,组织制定了30个通用技术工种的《工人初、中级技术理论教学计划、教学大纲(试行)》,编写了相应的教材,有力地推动了“六五”期间机械行业的工人培训工作,初步改变了十年动乱造成的工人队伍文化技术水平低下的状况,取得了比较显著的成绩。

鉴于原机械工业部1985年对《工人技术等级标准(通用部分)》进行了全面修订,原教学计划、教学大纲已不适应新《标准》的要求,而且缺少高级部分;编写的教材,由于时间仓促、经验不足,在内容上存在着偏深、偏多、偏难等脱离实际的问题。为此,原机械工业部根据新《标准》,重新制定了33个通用技术工种的《机械工人技术理论培训计划、培训大纲》(初、中、高级),于1987年3月由国家机械工业委员会颁发,并根据培训计划、大纲的要求,编写了配套教材149种。

这套新教材的编写,体现了《国家教育委员会关于改革和发展成人教育的决定》中对“技术工人要按岗位要求开展技术等级培训”的有关精神,坚持了文化课为技术基础课服务,技术基础课为专业课服务,专业课为提高操作技能和分析解决生产实际问题的能力服务的原则。在内容上,力求以

基本概念和原理为主，突出针对性和实用性，着重讲授基本知识，注重能力培养，并从当前机械行业工人队伍素质的实际情况出发，努力做到理论联系实际，通俗易懂，具有工人培训教材的特色，同时注意了初、中、高三级之间合理的衔接，便于在职技术工人学习运用。

这套教材是国家机械工业委员会委托上海、江苏、四川、沈阳等地机械工业管理部门和上海材料研究所、湘潭电机厂、长春第一汽车制造厂、济南第二机床厂等单位，组织了200多个企业、院校和科研单位的近千名从事职工教育的同志、工程技术人员、教师、科技工作者及富有生产经验的老工人，在调查研究和认真汲取“六五”期间工人教材建设工作经验教训的基础上编写的。在新教材行将出版之际，谨向为此付出艰辛劳动的全体编、审人员，各地的组织领导者，以及积极支持教材编审出版并予以通力合作的各有关单位和机械工业出版社致以深切的谢意！

编好、出好这套教材不容易，教好、学好这些课程更需要广大职教工作者和技术工人的奋发努力。新教材仍难免存在某些缺点和错误，我们恳切地希望同志们在教和学的过程中发现问题，及时提出批评和指正，以便再版时修订，使其更完善，更好地发挥为振兴机械工业服务的作用。

国家机械工业委员会
技工培训教材编审组
1987年11月

目 录

前言

第一章	物理性能分析	1
第一节	热物理性能分析	1
第二节	电阻分析法	35
第三节	磁性分析法	48
第四节	热电性分析	62
复习题		68
第二章	X射线分析	69
第一节	布拉格方程及分析方法	69
第二节	X射线衍射的应用	78
复习题		94
第三章	电子显微镜	95
第一节	电子显微镜的原理和构造	95
第二节	电子显微镜试样制备方法	104
第三节	电子显微镜在材料研究中的应用	111
复习题		140
第四章	表面分析技术	141
第一节	X射线光电子能谱	141
第二节	俄歇电子能谱	153
第三节	离子探针显微分析	166
复习题		171
第五章	电子探针X射线显微分析	172
第一节	电子探针X射线显微分析仪的基本原理	172
第二节	电子探针显微分析实验方法	183
第三节	应用	192
复习题		199

第一章 物理性能分析

第一节 热物理性能分析

表征物质热物理性能的参数主要有：热导率、热扩散率、比热容、热膨胀系数等。随着金属及其合金成分的变化，它们的热物理性能也将产生变化。根据不同的需要，希望采用的金属及合金具有人们所要求的热物理性能。在航天工业中，有些部件必须采用具有较高导热性能的材料，以便于将热量散发出去。有些部件则需要有良好的绝热性能，以防止因与大气摩擦产生的热量传入飞行器内部。有时人们希望所用的金属材料具有较小的热膨胀性能，以避免产生较大的热应变。因此在运用金属及合金材料时需要知道热物理性能数据。

同时，当金属及合金的组织、结构、状态发生变化时，它们的某些热物理性能将产生异常的变化。钢在加热至一定温度时，珠光体转变为奥氏体，材料的长度将明显地缩短。如果将钢从高温冷却至某一定温度时，奥氏体又重新转为珠光体，长度则明显地增长。金属及其合金组织、结构、状态的变化常常伴随着热效应的产生，根据热效应的出现就能准确地判断相转变的产生及转变进行的情况。因此，长期以来热物理性能分析已成为研究金属及其合金材料的一种重要手段。

一、热导率与热扩散率

1. 热导率与热扩散率的基本概念 通过对不同聚集状态下各种物质热导率的测试和研究发现，在所有物质中固体

金属热导率最大。大多数金属室温下的热导率的数量级为 $10^2 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ 。其它固体物质室温下热导率的数量级为 $10^{-1} \sim 10 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ 。除液态金属外，液体热导率的数量级为 $10^{-1} \sim 1 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ ，而大多数气体的数量级为 $10^{-2} \sim 1 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ 。

(1) 金属导热 在所有物质的导热过程中，根据热载体的不同可分为四种导热过程：分子导热、电子导热、声子导热和光子导热。对于不同的物质、不同的温度区间，将由不同的热载体起主导作用。对于气体物质来说，分子导热起主导作用。介电体的导热以声子导热为主。但是，同种物质在不同的温度条件下导热过程中起主导作用的热载体也不一定相同。如介电体在低温下，声子是导热的唯一载体，在高温下，对于那些透光性好的介电体，光子对导热的贡献将明显增大，而声子的贡献明显下降。

由于金属及其合金中的电子不受束缚，所以电子在金属的导热过程中起主导作用。金属也是一种晶体，晶格的振动即声子在导热过程中也有微小的贡献。但电子的作用远远大于声子的作用。如金属中热导率较低的镍在导热过程中电子的作用占 90%，而对于热导率大的铜、铝等金属，声子对导热的作用几乎可忽略不计。

由于电子在金属的导电过程中也起主导作用，因此电导率高的金属往往热导率也高。通常电导率的测试简单而且准确，人们试图寻求电导率与热导率之间的关系，以便用电导率计算热导率。根据魏德曼·弗兰兹定律，在室温下金属的电导率与热导率之间的关系可用下式表示：

$$\frac{\lambda}{\sigma} = \text{常数}$$

式中 σ ——电导率(S/m),
 λ ——热导率[W/(m·K)]。

罗伦兹研究了不同温度下金属热导率与电导率的关系后发现:

$$\frac{\lambda}{\sigma T} = L$$

式中 T ——绝对温度(K),
 L ——罗伦兹常数 (W/K²)。

$$L = 2.4 \times 10^{-8} \text{ W/K}^2$$

上述规律只有在高于 0 °C 时才近似正确, 随着温度的降低 L 值下降。另外, 合金材料的 L 值变化更大。

(2) 热导率与热扩散率的物理本质 若物体中两点间存在温度差, 那么热量将从温度高的点往温度低的点传递, 温度差是热传递过程的必要条件。研究热传递过程的主要定律是傅立叶定律。傅立叶定律确定了传递的热量与温度梯度、时间以及与导热方向垂直的面积之间的关系, 其数学表达式为:

$$q = \lambda \frac{t_2 - t_1}{x_2 - x_1} \quad (1-1)$$

式中 q ——热流量, 表示单位时间内通过单位面积的热量;

$t_2 - t_1$ ——两点间温度差;

$x_2 - x_1$ ——两点间的距离;

λ ——热导率, 表示在单位时间内每降低 1 °C 时通过单位面积的热量[W/(m·K)]。

热导率 λ 是表示物质导热能力的一个重要物理量。傅立叶定律还可以表示为:

$$\lambda = \frac{QL}{F\tau\Delta t} \quad (1-2)$$

式中 F ——面积(m^2);

Q ——在 τ 时间内通过面积 F 传递的总热量(J);

Δt ——表面温度与沿导热方向且离表面 L 处的温度差。

λ 通常随温度的变化而变化, 在温度范围较小时, 大多数材料的 λ 与温度 t 的关系可用直线方程表示:

$$\lambda = \lambda_0(1 + bt)$$

式中 λ_0 ——标准状态下的热导率;

b ——经试验确定的常数。

物体中各点温度不随时间变化的传热过程称为稳定态传热。随时间变化的传热过程称为非稳态传热。在稳定态传热过程中, 热量的传递主要取决于热导率 λ 的大小, 所以只有在稳定态传热过程中才能直接测定出热导率。

在非稳态传热过程中, 各点温度随时间变化的速度与材料的导热能力 (即热导率 λ) 成正比, 和储热能力 (比热容 C_p) 成反比, 而在不稳定状态下的传热过程速度取决于热扩散率 a 的大小。 a 与 λ 的关系如下式所示:

$$a = \frac{\lambda}{C_p \rho} \quad (1-3)$$

式中 C_p ——比热容 [$\text{J}/(\text{kg} \cdot \text{K})$];

ρ ——密度 (kg/m^3);

a ——热扩散率 (m^2/s)。

在传热过程中热扩散率 a 标志温度变化的速度, 表示物体在加热或冷却过程中各点温度趋向一致的能力。在相同的加热或冷却条件下, 热扩散率大的物体其内部各处的温度差

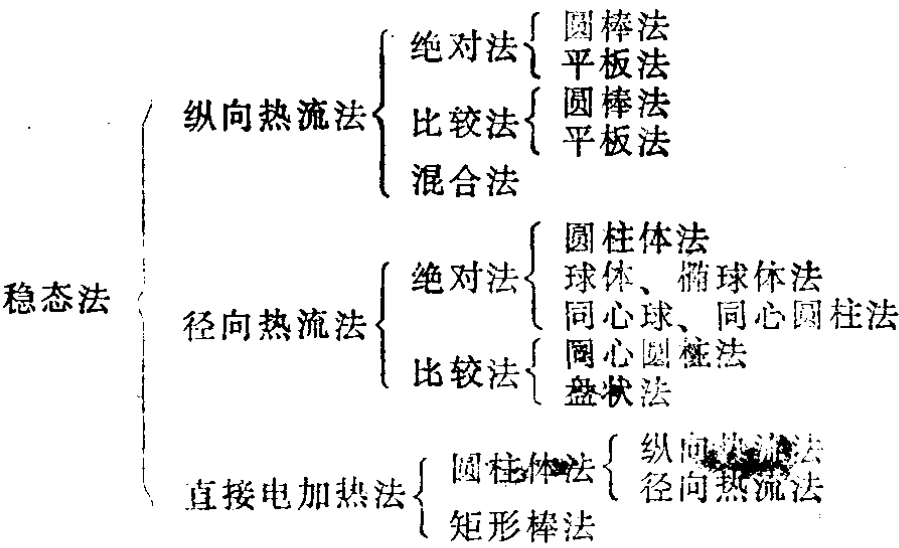
比热扩散率小的物体小。

2. 热导率与热扩散率的测试原理与方法

(1) 热导率的测试原理与方法 由于物质的组分、晶体结构等的很小变化都将影响其热导率的数值大小，因此所有的热导率的理论计算方程式都有较大的局限性。至今为止，物质的热导率仍然依靠试验方法测定。

测定热导率的方法很多，如果按热流状态可分为稳态法和非稳态法两种。在非稳态法中，通常使试样的某一端的温度作突然的或周期性的变化，通过测定试样另一端的温度随时间的变化速率，测算出材料的热扩散率，然后利用式(1-3)求出热导率。在稳态法中，当试样达到热平衡后，测定出通过单位面积上的热流速度，然后根据傅立叶定律计算出热导率。下面介绍测试热导率的稳态法。

18 世纪人们就开始用稳态法测定物质的热导率，200 多年来研究了多种测试仪器与方法，并推导出多种稳态法导热计算公式。各种计算公式都是依据傅立叶定律推导出来的，因此可以说傅立叶定律是稳态法测定热导率的物理基础。稳态法可按下面方法进行分类。



平板法是一种试样形状为圆盘形或方形的纵向热流法。测试过程中需直接测定热流量或功率的为绝对法，如不直接测热流量而是通过与标准试样比较而计算出热导率的方法为比较法。下面我们讨论一下绝对平板法。

平板法的热物理模型是这样的，在试样内必须形成稳定的沿纵向的一维热流。如果选用圆形薄壁试样，根据式(1-2)可写出如下方程：

$$\lambda = \frac{\delta Q}{\Delta t \tau \frac{\pi}{4} d^2} \quad (1-4)$$

式中 Q —— τ 时间内通过面积 $\frac{\pi}{4} d^2$ 的试样的总热量(J)；

d —— 试样直径(m)；

Δt —— 试样两平面间的温差(K)；

δ —— 试样厚度(m)。

利用式(1-4)测定热导率时必须解决两个根本问题，一是建立一个符合热物理模型的一维热流，一是准确测定通过试样的热流速率。

维持一维热流的方法有两个。

1) 当试样热导率很低时，可利用试样自身防止径向热流的产生。将直径与厚度比大于10的试样夹在冷、热板之间，当把试样中心区作为测试区时，中心区以外的部分就起到防止径向热损的隔热套作用。可以认为，在试样的中心区形成一个均匀的一维热流。这种方法的优点在于测试装置比较简单，操作方便。但由于试样太大，故加工比较困难，而且径向热损很难减小到最低限度，对于热导率稍大的试样将产生更大的热损，因而近年来已很少采用。目前经常

采用的是外加径向防护套的方法。该法的原理如图 1-1 所示。主、底、边三个发热器，均用刻有均匀螺旋凹槽的氧化铝炉盘制成，在凹槽内嵌绕镍铬、磷铜或铂铑等电热丝，各处电热丝嵌绕密度要根据试验结果进行调节，以使试样中心与边缘的侧向温差 $\Delta t_{\text{侧}}$ 愈小愈好。通常直径为 50mm 的试样，当 $\Delta t_{\text{侧}} = 1^{\circ}\text{C}$ 时，径向热损引起的误差 $\leq 1\%$ 。电热丝绕好后用高温粘接剂紧固并盖上绝缘陶瓷板。在每个发热器和试样冷面上都放置高导热的匀热板。为了减小试样热面、冷面与匀热板间的热阻，必须使其紧密接触，有时尚须在其间填充银箔或铂箔。为了有效地减小径向热损，在试样周围的边发热器上放置与试样材料相同的热保护环。三个发热器放在一个金属炉壳内，用绝热粉末充填壳内所有空间。按图 1-1 所示位置放置六对热电偶。

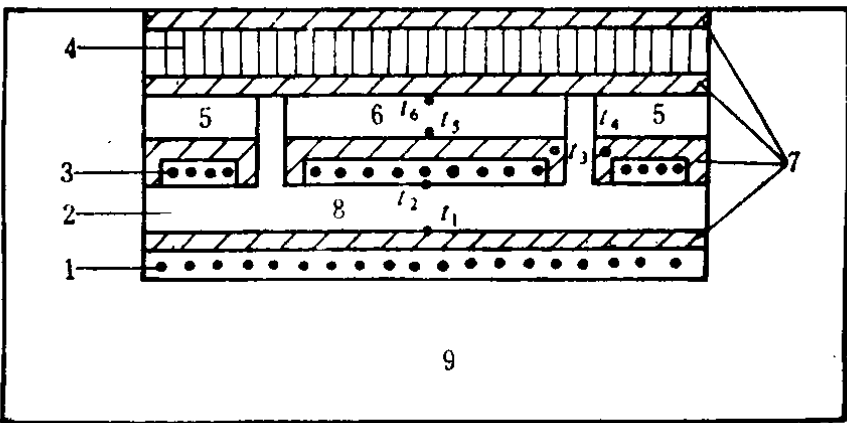


图1-1 径向防护套法示意图

1—底发热器 2—绝热粉 3—边发热器 4—隔热砖 5—试样热保护环
6—试样 7—匀热板 8—主发热器 9—隔热材料

2) 测定通过试样热流速率的方法，也就是平板法的操作方法。通过调节主发热器和底发热器的电功率，使 $t_1 \approx t_2$ ，通过调节主发热器和边发热器的电功率，使 $t_3 \approx t_4$ ，这样可使

径向热损和底向热损降至最低。当六对热电偶所测温度的变化每小时小于 $1 \sim 2^{\circ}\text{C}$ 时, 可认为该系统已达到稳定状态, 测出试样冷、热面温差 $\Delta t = t_s - t_0$ 。再测出流经试样的热流量 Q 。测定热流量 Q 的方法很多, 通常测出主发热器的电功率就可以了。

$$Q = 0.239IV \quad (1-5)$$

式中 V ——主加热器电压(V);

I ——主加热器电流(A)。

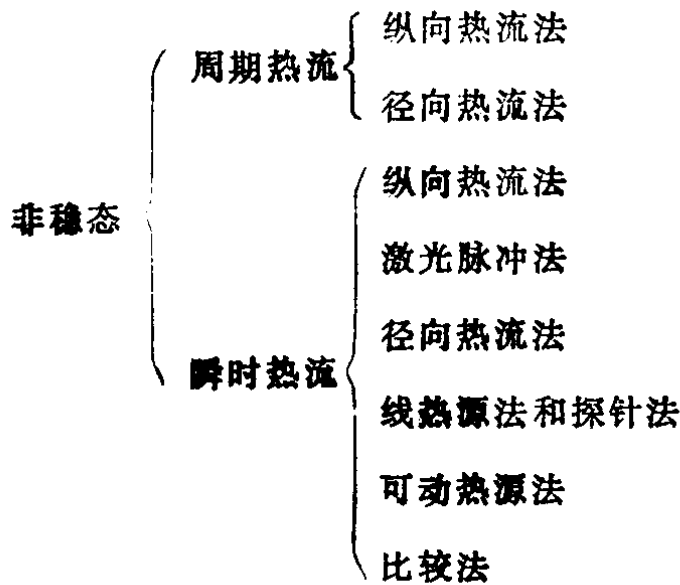
将 Q 、 Δt 、试样直径 d 、试样厚度 δ 代入式(1-4)中即可算出热导率。

按试样尺寸可将平板法分为小平板法、中平板法和大平板法三种。试样直径 $d \leq 50\text{mm}$ 称为小平板; d 在 $50 \sim 100\text{mm}$ 之间称为中平板; $d > 100\text{mm}$ 称为大平板。目前最大的平板尺寸已达 1000mm 以上。绝热平板法的最大优点是试样容易制备, 测试准确度高。因此很多国家将平板法列为低热导材料的标准测试方法, 应用范围较广。该法的主要缺点是测试周期太长, 试样较大。随着计算机技术的发展, 有的平板测定仪已采用计算机运控, 这样不仅提高了精确度, 而且缩短了测试周期。

(2) 热扩散率的测试原理与方法 在非稳定态热传导过程中可测出热扩散率 a 。在测试过程中使试样的一端温度作周期的或突然的变化, 测出试样另一端温度随时间的变化速率, 然后将该变化速率代入非稳定态导热方程式的解中, 即可计算出热扩散率 a 。导热方程式的解是根据特定的边界条件推导出来的。

非稳态法测热扩散率和稳态法测热导率一样历史十分悠久。目前已研究出各种不同类型的测试方法和装置, 根据所

加热流的方式可做如下分类:



表中所列的激光脉冲法。自 1961 年 Parker 等人研究成功了用闪光法测热扩散率以来, 又经过各国科学家 20 多年的试验研究, 使该法已得到进一步发展和完善。以闪光法理论为基础的激光脉冲法已成为应用最广泛和最受欢迎的方法了。我国从 70 年代初即开始研究激光脉冲法, 目前已研制成十几台激光热导仪, 有的已采用电子计算机进行控制。世界上 70 % 以上的热扩散率, 是用激光脉冲法测定的。

1) 激光脉冲法的原理 热导率的测试原理是根据给定的热物理模型列出导热方程式, 再根据稳态导热方程式可以求出热导率。关键问题是设计出能满足给定热物理模型的测试装置。为了测定热扩散率, 必须根据所测定的热扩散率的热物理模型来列出非稳态的导热方程式, 求解非稳态的导热方程即可求出热扩散率。

激光脉冲法的热物理模型是: 将厚度 L 的薄圆片试样置于绝热的环境中, 用均匀的激光脉冲垂直辐照试样的正面, 在试样中形成一个一维热流。激光脉冲法热物理模型示意图

如图 1-2 所示。

根据上述热物理模型可以列出非稳态的导热方程式。由于非稳态导热方程涉及较深数学领域，因此不予以介绍。下面仅介绍一下为满足热物理模型和求解非稳态导热方程时必须满足的几个假设条件：

① 从试样正面到背面形成一维热流。

② 从激光发射到试样背面达到最高温度的时间应比激光脉冲宽度大 100 倍以上。

③ 激光脉冲能量分布均匀并均匀地被试样吸收。

④ 试样处于绝热状态，热损忽略不计。

⑤ 均质试样并各向同性。

⑥ 在试样受激光辐照的温升范围内，热扩散率为常数。

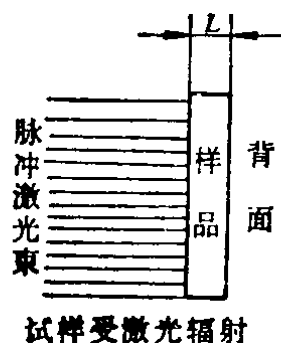


图1-2 激光脉冲法
热物理模型

在满足上述假设条件的情况下，非稳态导热方程的解为：

$$a = \frac{0.139L^2}{t_{\frac{1}{2}}} \quad (1-6)$$

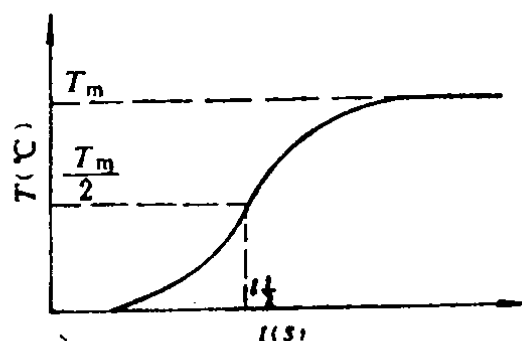
$$a = \frac{0.48L^2}{\pi^2 t_{\infty}} \quad (1-7)$$

式中 $t_{\frac{1}{2}}$ ——从激光发射到试样背面达到二分之一最大值时所需要的时间(s)；

L ——试样厚度(m)；

t_{∞} ——试样背面温升曲线直线部分外推，与时间坐标的交点。

试样背面温升曲线如图 1-3 所示。测出试样背面温升曲线，求出 $t_{\frac{1}{2}}$ 或 t_{∞} ，利用式 (1-6) 或式 (1-7) 即可求出热扩散率。对于热扩散率较大的试样，通常采用式 (1-6)，对于热扩散率较小的试样，当曲线平滑且能准确求出 t_{∞} 时可采用式 (1-7)。



试样背面时间-温升动态曲线

图1-3 试样背面温升曲线

2) 激光热导仪的构造 激光热导仪的外貌如图 1-4 所示。它主要由激光发生器、高温真空炉、信号接收记录三大部分组成。其构造示意图如图 1-5 所示。



图1-4 上材82型激光热导仪

① 激光发生器 激光发生器主要由激光电源、储能电容器、钹玻璃激光器组成。为保证试样在所测温度范围内经激光辐照后有 $2 \sim 5^{\circ}\text{C}$ 的温升，激光脉冲能量一般需 $15 \sim$