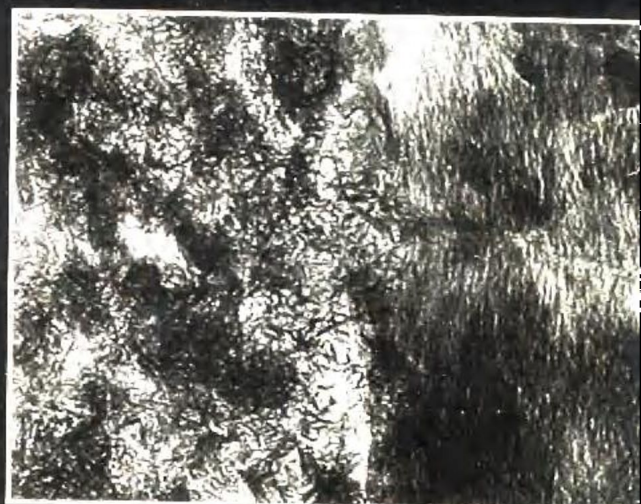
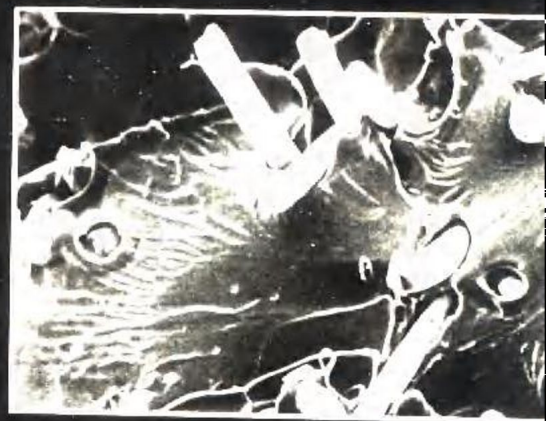


碳纖維及其復合材料 顯微圖象

曾漢民 于翹
彭維周 蒲天游



碳纖維及其復合材料顯微圖象

北京大學出版社

碳纤维及其复合材料 显微图象

曾漢民 于翹
彭維周 蒲天游

中山大學出版社

責任編輯 劉翰飛 張德貞
裝幀設計 方楚娟
責任技編 謝沛禮 黃少偉
責任校對 鄭偉貞(兼技編)

出版發行 中山大學出版社
經 銷 廣東省新華書店
製版印刷 廣州彩色印務有限公司

1991年7月第1版第1次印刷
開本 889mm×1194mm 1/16
印張 22
印數 1500本
ISBN7-306-00388-7/O·30
定價 200 元

登記証號(粵)第11號

中山大學出版社

ZHONGSHAN UNIVERSITY
PRESS

碳纖維及其複合材料顯微圖象

ATLAS OF CARBON FIBRES AND THEIR COMPOSITES

內 容 簡 介

全書分爲七章。第一章介紹電子顯微分析方法，以及應用於碳纖維及其複合材料領域的特點。其餘六章是作者從他們近十多年研究碳纖維及其複合材料所拍攝的大量顯微圖象資料中，精選出來的700余幅具有典型意義的照片，輔以簡明的文字和模型示意圖加以科學的解釋，形象具體地展現出各種碳纖維及其與各種碳基（CVD 碳、瀝青碳、樹脂碳）、樹脂基（環氧樹脂、聚乙烯、尼龍類、聚苯硫醚、聚醚醚酮、聚砜類、聚碳酸酯、混雜樹脂基等）、金屬基等複合材料的纖構和微觀結構特徵，燒蝕行爲特徵，損傷和斷裂破壞行爲特徵等。全書內容豐富，圖文並茂，具有重大的學術價值。對於製備具有預定結構和性能的碳纖維及其複合材料，以及進一步開拓複合材料的應用和可靠性的研究具有重要的實際意義。

讀者對象：從事材料科學和工程的研究、生產、設計和應用的科技人員，及高等學校有關專業的師生。

前 言

碳纖維及其複合材料具有耐高溫、高比強度、高比模量、尺寸穩定、耐化學腐蝕、耐磨擦磨損及抗疲勞等一系列優異的綜合性能，是一類具有重大戰略意義的高技術新材料。在發展航空、航天及宇宙空間開發等高技術領域和促進各工業部門的技術現代化方面都具有重要意義。80年代以來，在國際上展開的爭奪高技術優勢的激烈競爭中，複合材料等新材料在高技術發展中的先導和基礎作用日益突出。碳纖維及其複合材料作為先進結構材料和功能材料，不僅正在取代或部分取代某些金屬材料及非金屬材料，而且還使過去無法解決的許多技術關鍵問題得以解決，在現代科學技術領域中正發揮着越來越大的作用。

碳纖維及其複合材料的力學、物理、化學等宏觀性能均與它的微觀纖維結構、晶體結構和化學成分等密切相關，複合材料的原材料和製造工藝也直接影響材料的內部微觀結構和界面結構。十多年來，人們用各種現代分析測試技術研究碳纖維及其複合材料的微觀結構和宏觀性能之間的關係，研究斷裂和損傷機理，取得了可喜的進展。這對於製備具有預定結構和性能的碳纖維及其複合材料是非常有益的，對進一步開拓複合材料的應用及其可靠性的研究也具有重要的實際意義。

用電子顯微鏡研究碳纖維及其複合材料的微觀結構、界面結構、損傷機理和破壞行為特徵等，可以揭示一系列人們尚未認識的精細結構、損傷規律及其斷裂行為的特徵。這些工作在文獻中已有了一些報導，但目前尚沒有關於碳纖維及其複合材料顯微圖象的系統資料介紹。為此，我們這個研究集體決定，從1975年以來，我們在該領域的研究工作所積累的資料中，選擇一部分顯微圖象編成此書，希望這一嘗試能引起人們進一步利用和拓展這方面的資料和信息，以便獲得更有價值的顯微圖象。

由於我們的水平有限和經驗不足，本書中缺點和錯誤在所難免，希望讀者給予批評指正。

在進行碳纖維及其複合材料微觀結構和斷裂破壞、損傷行為特徵的研究工作中，得到我們的良師益友胡振渭教授在世時的熱情支持、勉勵和指導，在此深表緬懷之情。同時還得到有關兄弟單位的支持並提供部分樣品和有益的討論，在此我們深表感謝。

本書的研究工作得到國家自然科學基金委員會的大力支持，在此謹致謝意。

本書的順利出版得到中山大學出版社的熱情支持，精心組織和幫助，在此表示感謝。

作 者

1990年6月於北京

目 錄

1	顯微圖象研究方法	(1)
1.1	透射電子顯微鏡	
1.2	掃描電子顯微鏡	
1.3	展 望	
2	碳纖維	(21)
2.1	高模量瀝青基石墨纖維顯微圖象	
2.2	聚丙烯腈基碳纖維顯微圖象	
2.3	粘膠基碳纖維顯微圖象	
3	三向碳/碳複合材料	(59)
3.1	彩色金相顯微圖象	
3.2	透射電子顯微鏡顯微圖象	
3.3	掃描電子顯微鏡顯微圖象	
4	碳種/碳複合材料	(185)
4.1	透射電子顯微鏡顯微圖象	
4.2	拉伸斷口掃描電子顯微鏡顯微圖象	
4.3	燒蝕表面掃描電子顯微鏡顯微圖象	
5	碳/酚醛樹脂複合材料	
	——用於燒蝕型防熱材料	(213)
5.1	高模碳纖維/酚醛樹脂燒蝕表面顯微圖象	
5.2	高強碳纖維/酚醛樹脂燒蝕表面顯微圖象	
5.3	中強碳纖維/酚醛樹脂燒蝕表面顯微圖象	
5.4	粘膠基碳纖維/酚醛樹脂複合材料拉伸斷口顯微圖象	
5.5	三向碳/酚醛樹脂複合材料斷口和燒蝕表面顯微圖象	
6	碳/樹脂基複合材料	(259)
6.1	碳纖維/熱固性樹脂顯微圖象	
6.2	碳纖維/熱塑性樹脂顯微圖象	
7	碳/金屬基複合材料	(301)
7.1	碳/鋁、碳/鎂複合材料透射電子顯微鏡顯微圖象	
7.2	碳/鋁複合材料掃描電子顯微鏡顯微圖象	
	參考文獻	(333)

1 顯微圖象研究方法

材料是人類社會科技進步的物質基礎和先導，當前高技術的發展更緊密地依賴於新材料的發展。80年代以來，在國際上開展着爭奪高技術優勢的激烈競爭，新材料在整個高技術發展中的基礎和先導作用更加突出，新材料本身已成為當前高技術的重要組成部分。作為傳統的單一金屬、陶瓷、有機高分子材料，雖然仍在不斷日新月異地發展，但是，這些單一的材料由於各自固有的局限性，而不能滿足高技術發展更高的要求。現代材料科學技術的發展，促進了金屬、非金屬、無機材料和有機高分子材料之間日趨密切的聯系，彼此可以通過異質材料“揚長避短”。以多種多樣的，不同複合綫度的量值（毫米、微米、納米、分子、原子）複合，可製得增強、增韌或功能化的各種複合材料。這樣的複合材料不僅可以克服單一材料的缺點，而且可以出現原來單一材料本身所沒有的新性能。因此，它比單一材料具有更優良的綜合性能，以滿足當代高技術發展對材料性能越來越高的要求。碳纖維及其複合材料是一類具有重大戰略意義的高技術新材料，它在發展航空、航天、宇宙空間事業，海洋開發，以及在船舶、汽車、機械、運輸等工業領域中有着廣泛的應用。

碳纖維及其複合材料的性能與其內部結構有着密切關係，而所用原材料及工藝條件對其結構和性能有深刻的影響。隨着現代科學技術的發展，研究材料結構的儀器也日益先進，研究方法日趨成熟。目前主要用於研究材料不同層次的微觀結構的儀器有光學顯微鏡、掃描電子顯微鏡、透射電子顯微鏡、表面分析儀、X射綫衍射儀等。其中，透射電子顯微鏡和掃描電子顯微鏡應用最廣，它不僅可以研究材料內部的微觀結構，還可以研究斷裂、損傷行為，以及進行各種動態觀察等。

電子顯微鏡自1932年問世以來，在固體材料微觀結構研究領域中的應用日益廣泛，當前已經成為研究材料微觀結構與宏觀性能之間關係，以及對材料微觀特性進行全面評價的現代綜合性的儀器。

為了研製新材料和改進現有的材料，必須以盡可能高的分辨能力，觀測和分析在不同加工和使用條件下材料的微觀結構和微區成分的變化規律，從而揭示材料組分-工藝-微觀結構-宏觀性能之間的關係。電子顯微學以電子與物質的相互作用為理論基礎，以電子顯微鏡的進一步完善和提高為必要條件，以樣品製備技術的不斷發展和創新為前提，在碳纖維及其複合材料領域中得到廣泛的應用，並取得一系列重要成果。

現代透射電子顯微鏡（TEM）的性能已大大提高，功能日趨完善；掃描電子顯微鏡（SEM）也迅速發展。下面主要介紹和闡述它們在碳纖維及其複合材料領域中的應用及有關研究方法。

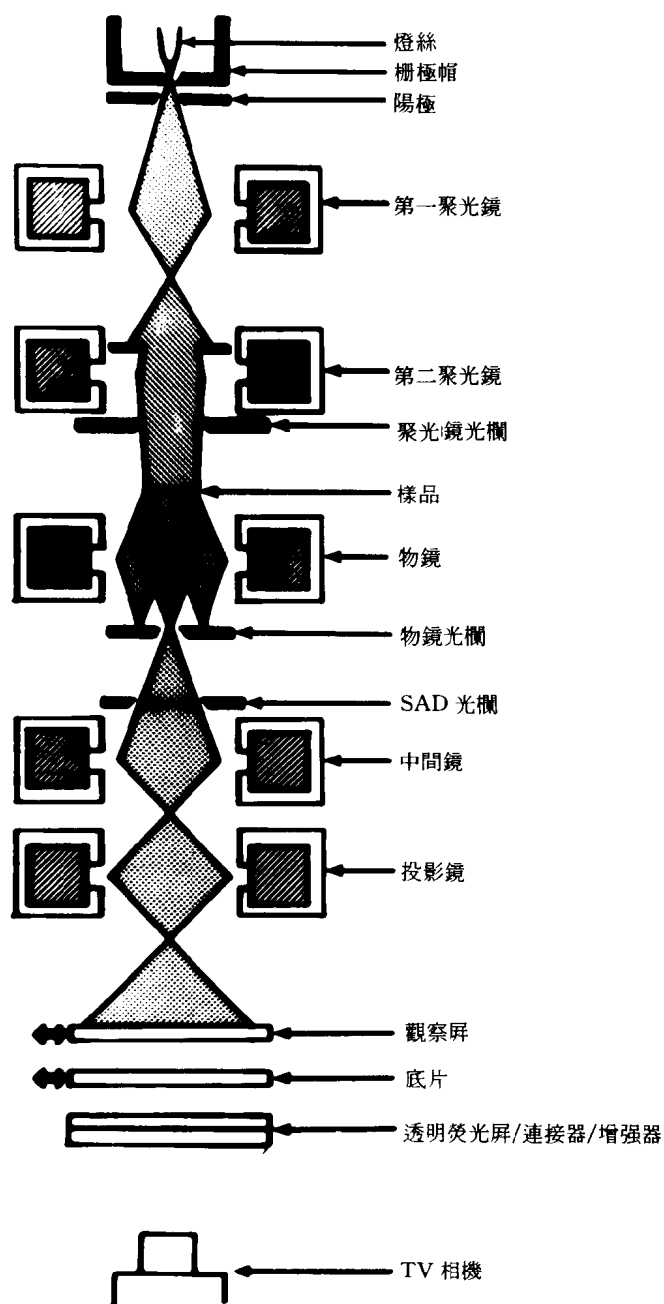
1.1 透射電子顯微鏡

透射電子顯微鏡不僅是一台放大倍數高達幾百萬倍（直接放大幾十萬倍，再經光學放大

幾十倍)可直接分辨小到 $2-3 \text{ \AA}$ 的單個原子的顯微鏡,分辨原子的夢想已經實現,而且還可以對綫性長度為幾十埃的微小區域進行晶體結構和化學分析,是一臺從納米級水平來評價固體材料的先進儀器。

從發展和功能的角度來看,透射電子顯微鏡主要有:常規透射電子顯微鏡(CTEM)、高分辨透射電子顯微鏡(HREM)、分析電子顯微鏡(AEM)和超高壓電子顯微鏡(HVEM)等。這些電子顯微鏡在碳纖維及其複合材料的微觀結構研究工作和評價微觀特徵方面都發揮了很大的作用。

為了便於闡述,下面簡要介紹一下透射電子顯微鏡的構造。基本構造見圖 1-1-1。它的



1-1-1

圖 1-1-1 現代透射電子顯微鏡簡圖

主體是由電子槍和安置在鏡筒里的一組磁透鏡組成。鏡筒里的真空度一般在 10^{-5} Torr 以上，採用場發射電子槍為 10^{-9} — 10^{-10} Torr。固定試樣的樣品臺放在物鏡孔內。物鏡下面還有三個透鏡，它們依次為衍射鏡、中間鏡和投影鏡，再下面是觀察試樣圖象用的螢光屏和拍攝圖象用的照相系統。透射電子顯微鏡衍射成象的明場象、暗場象和衍射花樣形成的示意圖見圖 1-1-2。

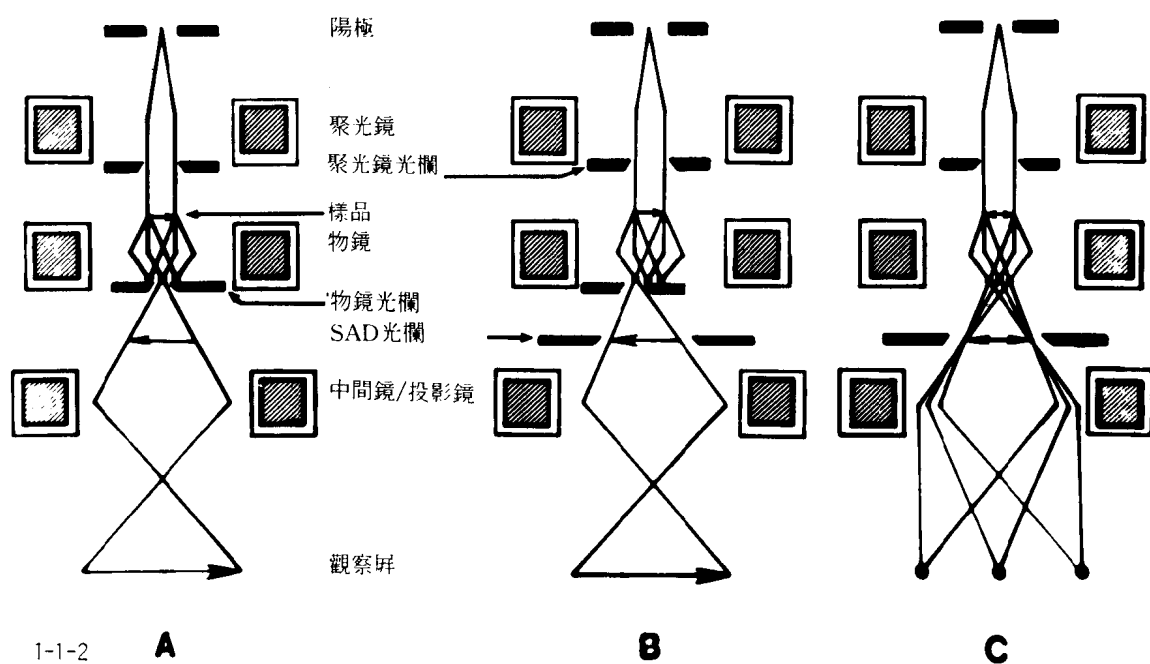


圖 1-1-2 透射電子顯微鏡用於 (A) 明場象；(B) 暗場象；(C) 獲得電子衍射花樣光路圖

透射電子顯微鏡對所觀察的樣品有特殊要求，尤其是對厚度更有嚴格要求。對厚度為幾十至幾百納米的薄樣品（晶體或微晶體）的微觀組織和不同類型的缺陷的衍射象進行直接觀察，可獲得關於材料的微觀結構、晶體學特性等多種信息，形成了透射電子顯微學這一研究領域，對材料科學的發展起了很大的作用。本文主要介紹它在碳纖維及其複合材料微觀特徵研究中的應用情況。

1.1.1 分析電子顯微鏡

隨着固體新材料的發展，對揭示材料微觀結構和宏觀性能之間關係的需要越來越迫切。為適應這種要求，近十幾年來由常規透射電子顯微鏡已發展為分析電子顯微鏡，它既可以從事常規透射電子顯微鏡所能開展的全部工作，又可以對幾個納米的區域的固體用 X 射綫能譜和電子能量損失譜進行微區成分分析，同時還可以用微束電子衍射進行微小區域的晶體學結構分析，形成分析電子顯微學。

目前分析電子顯微鏡的加速電壓多數為 200 kV，也有 300 kV 的，晶格分辨率為 2 \AA ，配有 X 射綫能譜 (EDS) 和入射電子的能量損失譜 (EELS)，同時還配有掃描附件及微衍射 (μ .D)

裝置。因它既有高的分辨率，同時又兼有多種分析功能，所以又稱為高分辨分析電子顯微鏡。但它的分辨率比高分辨電子顯微鏡要差，不能取代高分辨電子顯微鏡。

分析電子顯微鏡中，電子的彈性散射是衍射與成象的基礎，非彈性散射給出的信息則是微區成分分析的依據。

試樣組成元素的原子與入射電子之間所發生的非彈性散射作用之一，是使原子電離而處於激發態，同時入射電子也損失一部分能量。試樣中處於激發態的原子是不穩定的，內層電子的空位將由外層電子填充，同時釋放出一定的能量。伴隨這種電子躍遷，或者發射出該原子的特徵 X 射綫，或者使該原子再次電離并發射出俄歇電子，所有這些過程都涉及到該原子的處於不同能級的電子，因此有特徵的能量變化。可以說，不管是入射電子的能量損失譜，還是組成試樣原子的 X 射綫能譜，以及俄歇電子譜 (AES)，都可以用於分析試樣的原子組成，這是分析電子顯微鏡用於微區成分分析的基礎。它利用透射電子顯微鏡中的電子束可以聚焦到幾個埃的特點，對成分分析的微區也可以達到幾個納米的水平，甚至可以對幾個埃的微小區域進行成分分析。

X 射綫能譜可以分析原子序數為 11 以上的元素，而電子能量損失譜還可以給出有關超輕元素 C、N、O 的分布的信息。這兩種方法互相配合，適宜於分析幾個納米到幾十納米區域的化學組成；與微區電子衍射分析結合起來，則可以準確地判定微小區域的晶體學結構。

另外，由於電子能量損失譜為 1—2 eV，它的峯位移可以用來研究原子的鍵合狀態，這對研究試樣中原子的狀態是十分有用的。

分析電子顯微鏡除了可以進行高分辨象觀察、微區成分分析和微衍射外，還配有掃描透射附件、掃描附件等。從某種意義上來講，分析電子顯微鏡相當於一個對微小區域進行多種分析工作的多功能實驗室。

在研究碳纖維及其複合材料的微觀結構工作中，分析電子顯微鏡得到廣泛的應用。它在評價碳纖維的微觀特徵，研究金屬基、陶瓷基複合材料中界面和界面相，纖維在複合過程中的變化，基體的微觀結構及樹脂基複合材料的界面等研究工作中都發揮了很大的作用。在這個領域分析和研究工作的要點如下：

首先，要選擇典型樣品。這是因為分析電子顯微鏡觀察和分析的區域很小，而且碳纖維及其複合材料又屬於非均質材料，所以在選擇分析樣品時必須注意典型性。一般是在光學顯微鏡、掃描電子顯微鏡觀察和分析的基礎上，在物理和力學性能實驗比較深入的條件下來選擇透射電子顯微鏡試樣。

其次，要選擇適宜的樣品製備方法。製備透射電子顯微鏡觀察和分析用的樣品，其主要問題是必須滿足厚度要求，表面要清潔，無畸變等。

第三，要製定合理的實驗方案。根據研究工作的內容和需要製定分析程序，如透射電子象，微區成分分析，微衍射等實驗內容。

第四，在進行微區成分分析和微衍射分析工作時，要互相配合，反復進行比較，以便求得準確的結果。

1.1.2 高分辨電子顯微鏡

當前透射電子顯微鏡的點分辨率已達到現行設計方法所能達到的最佳水平，約為 1.5 \AA 左右。用這種高分辨透射電子顯微鏡對厚度很薄的樣品（幾個納米厚）進行觀察，可以獲得晶格象和結構象。

衍射仍然是高分辨象的基礎，電子束穿過晶體後就帶有晶體結構的信息。當晶體只有幾納米厚時，在散射較弱的弱位相體的情況下，成象電子束的強度與晶體勢場在電子束前進方向的二維投影成綫性關係，即可以認為，這種高分辨象直接給出晶體結構在電子束方向的投影，所以叫做結構象。

目前，晶體成象和結構成象在材料科學中都有相當普遍的應用。在大多數金屬和陶瓷材料中，在適當的實驗條件下，在厚度為幾納米的樣品中，可獲得晶格象。

在碳纖維及其複合材料的微觀結構研究工作中，高分辨電子顯微鏡可以提供最細微的結構細節，對十分復雜的材料也能表徵真實空間的晶體學特徵。由於顯微鏡是在透射方式下進行工作的，所以可以研究如碳纖維中的（002）原子面的晶格條紋，複合材料中界面上的原子排列等。

由於晶格成象可以提供超過其它實驗方法所能分辨的細節，在對碳纖維微觀結構研究工作中得到比較廣泛的應用。它可以提供下列的結構信息：直接觀察到 d_{002} 面的晶格條紋，可測量 d_{002} 面間距；觀察到石墨微晶的大小，測量出微晶尺寸，即微晶長度 L_a ，微晶厚度 L_c ；另外還可以觀察石墨微晶的取向，即石墨微晶的取向與纖維軸向的關係；也可觀察到碳纖維的缺陷等。這些關於碳纖維微觀結構方面的信息與碳纖維的物理、力學性能直接相關。研究在不同溫度和應力狀態下碳化所得的碳纖維的微觀結構，可以揭示工藝、微觀結構、宏觀性能三者之間的關係，這對研究製造具有預定結構和預定性能的碳纖維是十分重要的。

高分辨透射電子顯微鏡在研究金屬基、陶瓷基等複合材料界面區和界面相的微觀結構是有效果的。最成功的例子是對碳化硅須增強鋁複合材料界面結構的研究，發現SiC晶須與Al基體之間的界面上有很窄的非晶態層。另外，對碳纖維增強複合材料界面反應層及界面相的研究也取得了較好的結果。

高分辨電子顯微鏡對非晶態材料微觀結構的研究取得了重大進展。例如，對“玻璃碳”的研究，採用高分辨電子顯微鏡獲得“玻璃碳”的晶格象，在位相襯度方式下，採取光闌在“0.00—0.02”雙光束下成象，獲得對應於石墨的（002）原子面的晶格條紋，這些晶格象中的條紋沒有擇優取向，呈互穿網絡結構，表明玻璃碳是各向同性的。（002）原子面條紋的間隔為 3.4 \AA ，同時它們是連續的，長度通常超過 50 \AA 。這種條紋圖樣類似於“Jenkins nightmare”模型，沒有明顯的微晶邊界。

在三向碳/碳複合材料中，由樹脂碳化而成的玻璃碳在光學顯微鏡下是各向同性的，在掃描電子顯微鏡及一般常規透射電子顯微鏡下觀察均看不到它的精細結構，只有在高分辨電子顯微鏡下才能觀察到晶格條帶。

高分辨電子顯微分析工作的要點如下：

1) 高分辨電子顯微鏡要選用較高的加速電壓，電子的波長要短，物鏡球差系數 C_s 要小，要防止鏡筒污染。

2) 樣品必須很薄，這是一個關鍵問題。爲了很好地解釋圖象，應沒有動力學衍射效應，這只有當樣品很薄時才可以。例如，用金做樣品時，樣品厚度不能超過 5 \AA ，這幾乎等於單胞的尺寸。

3) 要開展象的模擬計算工作。因爲，即使很薄的試樣也有一定的厚度，用它照出來的象，不一定和樣品的原有結構完全一致，需模擬一系列的理論象，然後再選出與實驗象相吻合者。這一工作十分重要。

4) 要消除輻照損傷。電子的加速電壓從高分辨的角度看 不宜過高，不應超過 800 kV 。

5) 電子顯微鏡的操作人員一定要有良好的操作技術和理論水平。

1.1.3 超高壓電子顯微鏡

超高壓電子顯微鏡具有很多優點。在一定的分辨能力下，對樣品的穿透能力强，在 2.5 MeV 下，對輕元素材料的穿透厚度爲 $14 \mu\text{m}$ ，這對材料科學特別重要。另外，由於非彈性散射隨電壓升高而減少，所以電離和其他損傷過程減少，這在聚合物樣品中效果比較明顯。

超高壓電子顯微鏡由於可對較厚的樣品進行觀察，具有較好的統計學效果。因此，適宜於對樣品進行立體顯微術研究和動態觀察（諸如拉伸、高溫、低溫等），以及環境因素實驗（如特定的氣體、液體等）。它對界面，如擴散梯度、多相體系等研究都有很好的效果。

在複合材料微觀特徵的研究中，特別是界面微觀特徵的研究中，超高壓電子顯微鏡起着日益重要的作用。

在直接觀測晶體材料以及其它材料的缺陷的產生和它們之間的相互作用方面取得了重要效果，在超高壓電子顯微鏡上可以觀察整根碳纖維的結構和缺陷，不必用超薄切片法對纖維進行切片。這種觀察可以獲得整根碳纖維中的缺陷類型、尺寸以及分布等。這對於研究碳纖維中的缺陷與生產工藝、原絲質量之間的關係，以及對宏觀性能的影響都有實際意義。

利用超高壓電子顯微鏡能觀察較厚樣品的這一特點，研究複合材料界面和界面相就比較方便，因這種方法比較容易得到樣品。如果樣品很薄，界面易在製樣過程中受到損傷，或者脫粘，會給分析工作造成困難，而且較厚的樣品中的界面結構更接近於真實的結構。因此，超高壓電子顯微鏡在這方面是很有作爲的。

圖 1-1-3 是三向碳/碳複合材料界面區的超高壓電子顯微鏡明場象，所用的加速電壓爲 1 MeV ，可以觀察到碳纖維、沉積碳、瀝青碳，也可以看到它們之間所形成的界面結構特徵。

總之，超高壓電子顯微鏡在直接觀察材料中的缺陷，進行精確的選區衍射，獲得高襯度象，研究輻照損傷，判定缺陷類型等方面都是很有意義的。



圖 1-1-3 三向碳/碳複合材料界面微觀結構 HVEM 明場象，加速電壓為 1 MeV

1. 1. 4 透射電子顯微鏡樣品製備技術

透射電子顯微鏡樣品的質量對觀察和分析結果的可靠性和深刻程度具有關鍵性的作用。電子顯微鏡技術的發展和應用範圍的擴大都離不開樣品製備技術的提高。尤其是現代新材料得以迅速發展，複合材料和高分子材料是材料科學最為活躍的領域，要想深入研究這些材料的微觀結構，開展透射電子顯微鏡方面的工作，首先必須解決好樣品製備這個問題。

碳纖維及其複合材料由於自身結構方面的一系列特點，增強體與基體的物理、化學性質差別很大，這給製備厚度均勻、表面光潔、無形變畸變的薄樣品帶來很大困難。以碳纖維為增強體的複合材料有多種基體，如樹脂、陶瓷、金屬等，因此製備透射電子顯微鏡樣品必須解決同步減薄問題。採用製備金屬材料 TEM 樣品的一些方法，如電解減薄法等，都不適用於製備碳纖維及其複合材料的 TEM 樣品，這一點必須注意。

用於不同的觀察和分析目的所選用的透射電子顯微鏡的類型不同，對樣品的厚度、表面狀態的要求也不同。高分辨電子顯微鏡要求樣品厚度不得超過 10 nm，一般為 5 nm，不得有畸變層、氧化層等；分析電子顯微鏡要求樣品厚度為 50—100 nm，表面清潔，不得污染；超高壓電子顯微鏡則允許較厚的樣品，其厚度依加速電壓的高低而定。

目前製備碳纖維及其複合材料透射電子顯微鏡薄樣品最普遍的方法有兩種，即超薄切片法和離子減薄法。這兩種方法都有各自的優點和應用範圍，必須根據材料的特點選擇合適的製樣方法。不論什麼製樣方法，都存在一個取樣問題。必須選取有代表性的典型樣品，樣品的歷史和宏觀性能要清楚。取樣的過程也是一個從宏觀到微觀的選擇過程，樣品應該先經過光學顯微鏡檢查，選擇具有典型組織，無較大缺陷和損傷的區域，以免給 TEM 樣品帶來假象。

下面主要介紹超薄切片法和離子減薄法。

(1) 超薄切片法

超薄切片法的主要程序是：取樣-定位-包埋-固化-修塊-切片等。

取樣要注意典型性。

樣品根據觀察和分析需要在包埋模具中定位，一般用穿孔法或支架法。

包埋應根據不同樣品的特性製定包埋劑配方，以便使包埋劑與樣品相匹配，為了獲得完整的界面，包埋應在真空中進行，真空度為 10^{-3} — 10^{-5} Torr，即所謂真空包埋。這一點很重要，需依據樣品特點進行探索。

固化溫度和時間要合理。

修塊要突出樣品的分析部位。

對於某些較硬的複合材料可用金剛石刀切片。

用超薄切片法製備碳纖維、碳纖維增強樹脂基複合材料、增強碳基複合材料等都取得了

令人十分滿意的效果。

圖 1-1-4 是用超薄切片法製備的碳纖維縱切面，完整地切出最大直徑處的縱面。圖 1-1-5 是三向碳/碳複合材料中碳纖維的完整的橫切面。

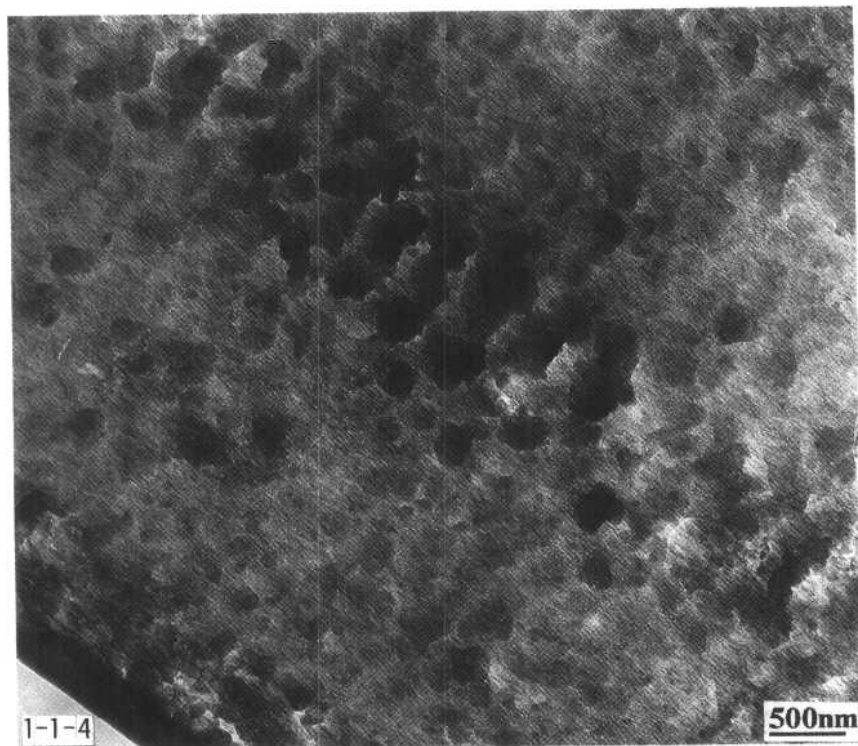


圖1-1-4 用超薄切片法製備的PAN基碳纖維最大直徑處縱切面

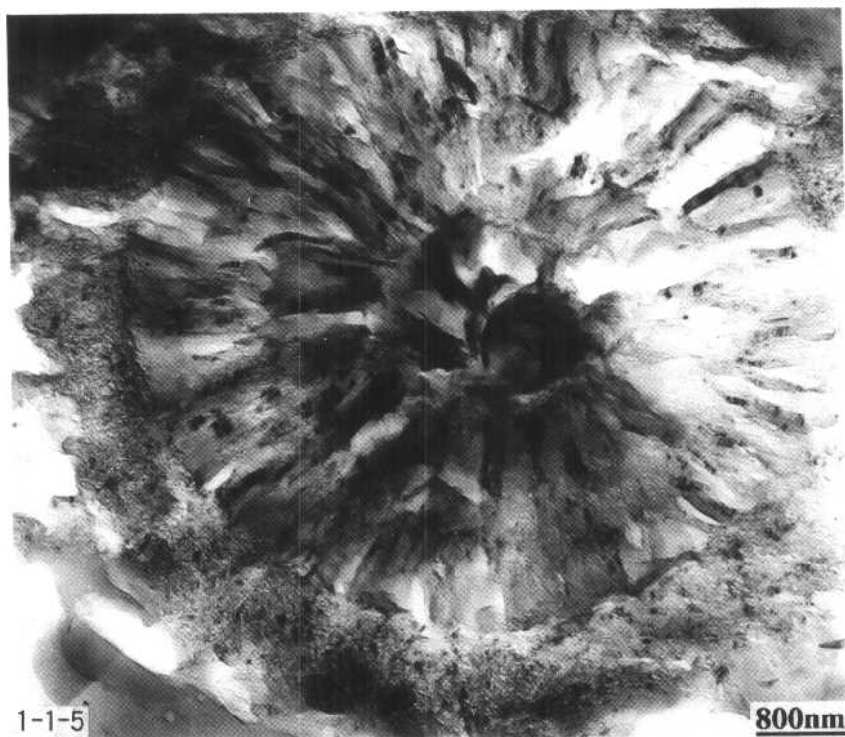


圖1-1-5 用超薄切片法製備的三向碳/碳複合材料中碳纖維橫向切面，周圍為沉積碳

(2) 離子減薄法

離子減薄法又叫離子轟擊法。這種製樣方法的主要程序是：取樣-預減薄-離子減薄。

預減薄可在專門的設備上進行，可以磨成凹面直徑 3 mm 的薄片，也可以手磨成薄片，最終厚度根據樣品特點而定，一般為 0.05 mm，表面必須清潔，不得有嵌入物。

在進行離子減薄時最關鍵的問題，是要避免離子蝕刻。這需要選擇適當的加速電壓，不得過低。另外，要避免樣品在減薄過程中溫度升高較多，在整個減薄過程中都要保持足夠低的溫度。這可以用兩種方法，一種是離子電流密度不應超過 $200 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ ，另一種是選冷卻樣品台，用液氮對樣品冷卻。

用離子減薄法製備碳纖維增強陶瓷、金屬等複合材料的樣品，取得了較好的效果。

圖 1-1-6 是用雙面離子減薄法製備的瀝青碳 TEM 樣品，有輕微的蝕刻作用；圖 1-1-7 是用該法製備的碳/鎂複合材料 TEM 樣品、纖維表層有 SiO_2 塗層。



圖1-1-6 用雙面離子減薄法製備的瀝青碳TEM明場象，瀝青碳受到輕度蝕刻