

● 高等教育材料类专业“十二五”规划教材

材料分析方法

实验教程

CAILIAO FENXI FANGFA
SHIYAN JIAOCHENG

路文江 张建斌 王立淼 编著



化学工业出版社

高等教育材料类专业“十二五”规划教材

材料分析方法实验教程

路文江 张建斌 王文焱 编著

前言 (1) 目录 (2) 第一章 绪论 (3)

第二章 材料分析 (4)

第三章 材料分析 (5)

第四章 材料分析 (6)

第五章 材料分析 (7)

第六章 材料分析 (8)

第七章 材料分析 (9)

第八章 材料分析 (10)

第九章 材料分析 (11)

第十章 材料分析 (12)

第十一章 材料分析 (13)



化学工业出版社

· 北京 ·

本书主要包括基础实验、软件分析型实验、综合型实验、实验报告的撰写四大部分。基础实验部分选择了金属材料、无机非金属材料及高分子材料专业中最常用到的几种实验。软件分析型实验部分非常详细地介绍了在材料分析领域最常用到的几种分析软件的分析原理、分析步骤及注意事项,并通过实例来讲解具体分析。综合型实验部分重在体现对实验的设计及综合性,旨在动手能力和定量分析能力的培养。在内容编排上,结合最新国家标准,将先进材料如单晶材料、纳米材料、非晶材料融入实验中,实验内容超越一般的演示性实验或单项内容的实验。

本书可作为材料科学与工程及材料相关专业的本科生、研究生的实验教程和工具书,同时也可作为从事材料研究及分析检测工作技术人员工具书。

图书在版编目(CIP)数据

材料分析方法实验教程/路文江,张建斌,王文焱编
著:—北京:化学工业出版社,2013.5
高等教育材料类专业“十二五”规划教材
ISBN 978-7-122-17187-0

I. ①材… II. ①路…②张…③王… 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(2013)第 086739 号

责任编辑:陶艳玲
责任校对:边涛

文字编辑:林媛
装帧设计:张辉

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)
印装:三河市万龙印装有限公司
787mm×1092mm 1/16 印张10¼ 字数246千字 2013年8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:25.00 元

版权所有 违者必究

前言

本书是为材料学、材料成型及控制、焊接工程、冶金工程等材料类专业编写的一本创新性实验教材，以全新的理念编写，特别偏重于软件分析型实验和综合型实验的描述，着眼于实践操作能力和分析应用。分析测试方法的原理描述比较简单，与目前已经出版的教材形成很好的互补。旨在培养学生应用分析方法解决具体问题的能力，使学生在学完本书后能掌握具体的分析方法，从而解决了学生学完光学显微分析、X射线衍射分析、电镜分析和热分析等材料表征技术后不会对材料进行实际分析的问题。同时结合国家相关标准和最新科研成果设计实验方案，为从事材料研究及分析检测工作的技术人员提供切实可行的方法和思路。本书增加了实验报告的撰写要求，既可作为“材料分析方法”课程的实验教材，也可作为材料类本科生“创新型实验”/“综合型实验”课程的指导书，还可作为材料类专业本科生、研究生以及从事材料研究及分析检测工作的技术人员的工具书。

该书主要包括基础实验、软件分析型实验、综合型实验、实验报告的撰写四大部分。基础实验部分只选择了金属材料、无机非金属材料及高分子材料专业中最常用到的几种实验，包括利用X射线衍射进行物相分析、透射电镜图像分析及电子衍射分析、扫描电镜断口形貌分析、利用能谱仪进行微区成分分析（点、线、面分析）、利用红外光谱分析聚合物结构、利用核磁共振谱仪分析共聚物组成以及综合热分析8个实验。

软件分析型实验部分详细地介绍了在材料分析领域最常用到的几种分析软件的分析原理、分析步骤及注意事项，并通过实例来讲解具体分析。包括利用Search Match软件、MDI Jade软件、PCPDFWIN软件分析物相结构、计算点阵常数，利用Image pro plus软件计算晶粒尺寸，利用Image J软件分析第二相的尺寸及含量，利用Graph Digitizer软件进行曲线图的数字化，利用Proteus软件进行DSC分析及利用Thermo-Calc软件计算二元相图。

综合型实验部分，通过具体实例体现实验的设计性与综合性，旨在动手能力和定量分析能力的培养。在内容编排上，结合最新国家标准，将先进材料如单晶材料、纳米材料、非晶材料融入实验中，使得实验内容超越一般的演示性实验，实验结果的非唯一性将提高实验者的参与度。在实验报告的撰写部分，提供了介于简单实验报告和科技论文之间的实验报告撰写指导性方案。

本书第一部分实验1和第二部分实验3由河南科技大学李武会博士编写,第一部分实验2和实验3由河南科技大学李炎教授编写,第一部分实验4和实验5由河南科技大学王文焱教授编写,第一部分实验6和实验7由兰州理工大学冉奋博士编写,第一部分实验8、第二部分实验5由兰州理工大学南雪丽副教授编写,第二部分实验1由兰州理工大学贾建刚副教授编写,第二部分实验2和实验4由兰州理工大学李俊琛副教授编写,第二部分实验6及附录部分由兰州理工大学郭铁明教授编写,第二部分实验7和第四部分由兰州理工大学张建斌副教授编写,第二部分实验8由兰州理工大学汤富领副教授编写,第三部分由兰州理工大学路文江教授和张建斌副教授编写。全书由路文江教授担任主编。本书得到兰州理工大学规划教材建设基金的支持,研究生赵成龙、余冬梅对本书也有贡献,特此表示感谢。

虽然所设计的实验已在教学实践中经实际操作验证,但在文字表述和实验步骤中肯定存在遗漏,恳请读者不吝赐教,提出修改、指正意见,以便我们完善和提高。

编者

2013年1月

目 录

第一部分	基础实验	1
实验 1	单相立方系物质 X 射线粉末相的分析	1
实验 2	透射电镜的基本结构、样品制备及图像分析	5
实验 3	透射电镜电子衍射相结构分析	13
实验 4	扫描电镜结构、工作原理与典型断口观察	18
实验 5	能谱仪的构造及微区成分分析 (点、线、面分析)	23
实验 6	利用红外光谱分析聚合物结构	27
实验 7	利用核磁共振谱仪 ($^1\text{H-NMR}$) 分析共聚物组成	29
实验 8	综合热分析	33
第二部分	软件分析型实验	41
实验 1	利用 Search Match 软件进行多相物质物相定性分析	41
实验 2	利用 MDI Jade 软件计算点阵常数	46
实验 3	用 PCPDFWIN 软件进行多相物质的相分析	53
实验 4	利用 Image pro plus 软件计算晶粒尺寸	59
实验 5	热分析实验: 利用 Proteus 软件进行 DSC 分析	65
实验 6	利用 Image J 软件分析第二相的尺寸及含量	85
实验 7	利用 Graph Digitizer 软件进行曲线图的数字化	91
实验 8	利用 Thermo-Calc 软件计算二元相图	107
第三部分	综合型实验	113
实验 1	显微组织的定量分析	113
实验 2	单晶硅位错观察及位错运动分析	119
实验 3	纳米材料晶粒尺寸及微观应变的测定	125
实验 4	透射电子显微镜选区电子衍射花样的指标化及其标定	130
实验 5	机械合金化过程中 Al-Fe 的结构演变	135
第四部分	实验报告的撰写	139

附录	142
附录 1 常用晶体学公式	142
附录 2 常见晶体的晶面间距	144
附录 3 各种点阵的结构因数 F_{HKL}^2	146
附录 4 粉末法的多重性因数 P_{hkl}	146
附录 5 常见晶体标准电子衍射花样	147
附录 6 特征 X 射线的波长和能量表	153
附录 7 立方和六方晶体可能出现的反射	155

目 录

1	第一部分 基础实验	1
1	实验 1 单晶立式 X 射线衍射仪的基本原理	1
5	实验 2 透射电镜的基本原理	5
13	实验 3 透射电镜中衍射谱的分析	13
18	实验 4 扫描电镜的工作原理及典型应用	18
23	实验 5 能谱仪的构造及能谱分析 (点、线、面分析)	23
27	实验 6 利用红外光谱分析聚合物结构	27
33	实验 7 利用核磁共振谱仪 ($^1\text{H-NMR}$) 分析其谱图	33
38	实验 8 综合热分析	38
41	第二部分 软件分析实验	41
41	实验 1 利用 Search Match 软件进行多相物相定性分析	41
46	实验 2 利用 MDI Jade 软件计算晶胞参数	46
53	实验 3 用 PCPDFWIN 软件进行多相物相的相分析	53
59	实验 4 利用 Image pro plus 软件计算晶粒尺寸	59
63	实验 5 热分析实验: 利用 Proteus 软件进行 DSC 分析	63
68	实验 6 利用 Image J 软件分析第二相的尺寸及含量	68
91	实验 7 利用 Graph Digitizer 软件进行曲线拟合及数字化	91
107	实验 8 利用 Thermo-Calc 软件计算二元相图	107
113	第三部分 综合实验	113
113	实验 1 金属合金的定量分析	113
119	实验 2 单晶位错运动及位错运动分析	119
125	实验 3 纳米材料晶粒尺寸及应变的测定	125
130	实验 4 透射电子显微谱仪中衍射花样特征的分析及其标定	130
135	实验 5 合金在 Al-Pb 系统中的相变	135
139	第四部分 实验报告的撰写	139

第一部分

基础实验

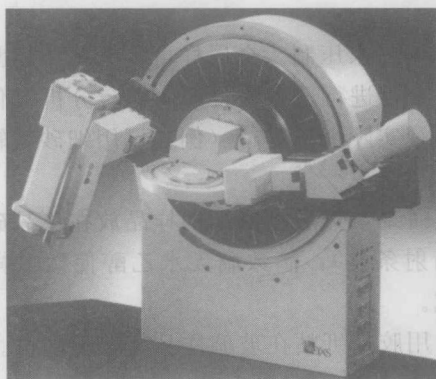
实验 1 单相立方系物质 X 射线粉末相的分析

一、实验目的与任务

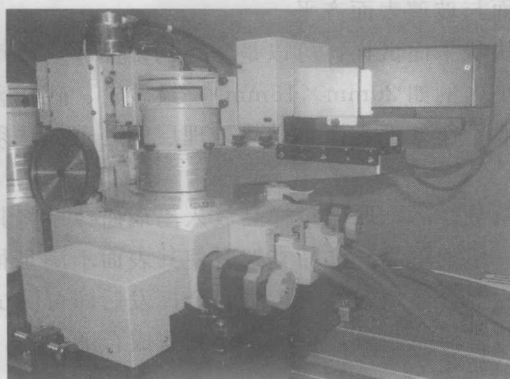
1. 了解 X 射线衍射仪的结构与使用；
2. 熟悉单相立方系物质的定性分析；
3. 掌握单相立方系物质指标化的方法。

二、X 射线衍射仪简介

目前，我国使用的 X 射线衍射仪种类较多。如图 1-1(a) 为德国布鲁克生产，图 1-1(b) 为日本理学制造。X 射线衍射仪主要由冷却循环水系统、X 射线发生器即 X 射线管、测角



(a)



(b)

图 1-1 X 射线衍射仪实物图

仪、X 射线探测器、计算机控制处理系统等部分组成。X 射线管主要分密闭式和可拆卸式两种。密闭式功率大部分在 $1\sim 3\text{kW}$ ，可拆卸式 X 射线管又称旋转阳极靶，功率一般为 $12\sim 60\text{kW}$ 。常用的 X 射线靶材有 W、Ag、Mo、Ni、Co、Fe、Cr、Cu 等。测角仪是粉末 X 射线衍射仪的核心部件，主要由索拉光阑 (SoS)、发散狭缝 (DS)、接收狭缝 (RS)、防散射狭缝 (ScS)、样品座及探测器等组成。探测器有闪烁计数器和固体探测器，其中锂漂移硅固体探测器，具有体积小、线路简单、灵敏度高、信噪比高等优点。

图 1-2 为衍射仪光路示意图。图 1-2(a) 中有过滤器 (Fi) 但没有单色器，图 1-2(b) 中有单色器 (M) 但没有过滤器。实际运行时有两种模式：一种是样品不动，X 射线聚焦源 F 与探测器采用 $\theta\theta$ 联动；另一种是 X 射线聚焦源 F 固定，样品和探测器采用 $\theta\text{-}2\theta$ 扫描。对于平样品，这样记录下来的是那些其 hkl 晶面平行于样品表面的晶面的衍射线。

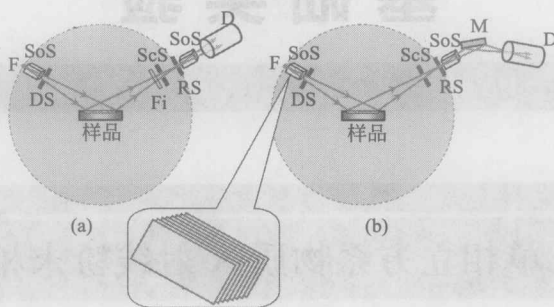


图 1-2 X 射线衍射仪光路示意图

三、实验过程与分析

1. 样品制备

对粉末样品晶粒要细小，试样无择优取向（取向排列混乱）。通常可用玛瑙研钵将试样研细后使用。定性分析时粒度应小于 $44\mu\text{m}$ (350 目)，定量分析时应将试样研细至 $10\mu\text{m}$ 左右。常用的粉末样品架为玻璃试样架，在玻璃板上蚀刻出试样填充区为 $20\text{mm}\times 18\text{mm}$ 。玻璃样品架主要用于粉末试样较少时（约少于 500mm^3 ）使用。充填时，将试样粉末一点一点地放进试样填充区，重复这种操作，使粉末试样在试样架里均匀分布并用玻璃板压平实，要求试样面与玻璃表面齐平。

对块状平面试样，可以是整块的多晶体，亦可用粉末压制。金属样可从大块中切割出合适的大小（例如 $20\text{mm}\times 15\text{mm}$ ），经砂轮、砂纸磨平再进行适当的浸蚀而得。分析氧化层时表面一般不作处理，而化学热处理层的处理方法须视实际情况进行（例如可用细砂纸轻磨去氧化皮）。

对微量样品，取微量样品放入玛瑙研钵中将其研细，然后将研细的样品放在单晶硅样品支架上（切割单晶硅样品支架时使其表面不满足衍射条件），滴数滴无水乙醇使微量样品在单晶硅片上分散均匀，待乙醇完全挥发后即可测试。

对薄膜样品制备，将薄膜样品剪成合适大小，用胶带纸粘在玻璃样品支架上即可。

2. 样品测试

- (1) 首先合上墙壁上的衍射仪、冷却水电源总开关，按下冷却水箱面板上的开关；
- (2) 开启稳压电源开关，启动 X 管高压。打开窗门时，向外拉门手柄，然后拉开，将

制备好的试样插入衍射仪样品台，关上窗门；

(3) 打开计算机，当计算机与 X 射线衍射仪联机完成后，将管电压、管电流逐步由默认值升至工作值；

(4) 设置工作参数

① 扫描范围的确定 当选用 Cu 靶进行无机化合物的相分析时，扫描范围一般为 $2^\circ \sim 90^\circ (2\theta)$ ；对于高分子、有机化合物的相分析，其扫描范围一般为 $2^\circ \sim 60^\circ$ 。

② 扫描速度的确定 常规物相定性分析常采用每分钟 2° 或 4° 的扫描速度，在进行点阵参数测定、微量分析或物相定量分析时，常采用每分钟 $1/2^\circ$ 或 $1/4^\circ$ 的扫描速度。

③ 管电压和管电流的选择 工作电压设定为 3~5 倍的靶材临界激发电压。选择管电流时功率不能超过 X 射线管额定功率，较低的管电流可以延长 X 射线管的寿命。X 射线管经常使用的负荷（管压和管流的乘积）选为最大允许负荷的 80% 左右。

④ 狭缝的选择 通常定性物相分析时，发散狭缝 (DS) 和防散射狭缝 (SS) 均为 1° ，RS 为 0.3mm。

⑤ 设置存盘路径、文件名。

⑥ 各项设置完成后开始测量。

(5) 测量完毕，关闭 X 射线衍射仪应用软件。点击相关软件，先将管电压、管电流逐步由工作值降至默认值，然后关闭高压，取出试样，15min 后，关闭 X 射线衍射仪电源，按冷却水箱上的关电源，分开总开关。

3. 实验结果分析

(1) Si 样品 XRD 数据图谱 如图 1-3 为 Si 样品 XRD 数据图谱，通过测量得到相应衍射峰位，列于表 1-1 中。

(2) Si 物质的定性分析 利用三强线检索方法。

① 从前反射区 ($2\theta < 90^\circ$) 中选取强度最大的三根线，见图 1-3，使其 d 值按强度递减的次序排列。

② 在数字索引中找到对应的 $d1$ (最强线的面间距) 组。

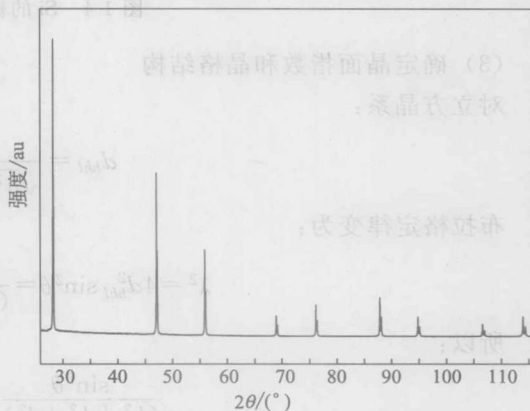


图 1-3 Si 样品 XRD 数据图谱

表 1-1 衍射峰位及用于指标化立方晶系的相关参数 ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$)

谱线	$2\theta/^{\circ}$	$\sin^2\theta$	SC		BCC		FCC		DC			
			s	$\sin^2\theta/s$	s	$\sin^2\theta/s$	s	$\sin^2\theta/s$	s	$\sin^2\theta/s$	$a/\text{\AA}$	hkl
1	28.46	0.0604	1	0.0604	2	0.0302	3	0.0201	3	0.0201	5.4537	111
2	47.31	0.1610	2	0.0805	4	0.0402	4	0.0402	8	0.0201	5.4562	220
3	56.14	0.2214	3	0.0738	6	0.0369	8	0.0277	11	0.0201	5.4555	311
4	69.14	0.3220	4	0.0805	8	0.0402	11	0.0293	16	0.0201	5.4563	400
5	76.39	0.3823	5	0.0765	10	0.0382	12	0.0319	19	0.0201	5.4562	331
6	88.03	0.4828	6	0.0805	12	0.0402	16	0.0302	24	0.0201	5.4570	422
7	94.97	0.5433	8	0.0679	14	0.0388	19	0.0286	27	0.0201	5.4563	331/511
8	106.76	0.6442	9	0.0716	16	0.0403	20	0.0322	32	0.0201	5.4552	440
9	114.12	0.7043	10	0.0704	18	0.0391	24	0.0293	35	0.0201	5.4562	531

注: $1 \text{ \AA} = 10^{-10} \text{ m}$ 。

- ③ 按次强线的面间距 d_2 找到接近的几列。
- ④ 检查这几列数据中的第三个 d 值是否与待测样的数据对应，再查看第四至第八强线数据并进行对照，最后从中找出最可能的物相及其卡片号。

如图 1-4 为检索到的标准 PDF 卡片样片，与 Si 样品 XRD 测量数据图谱吻合较好。

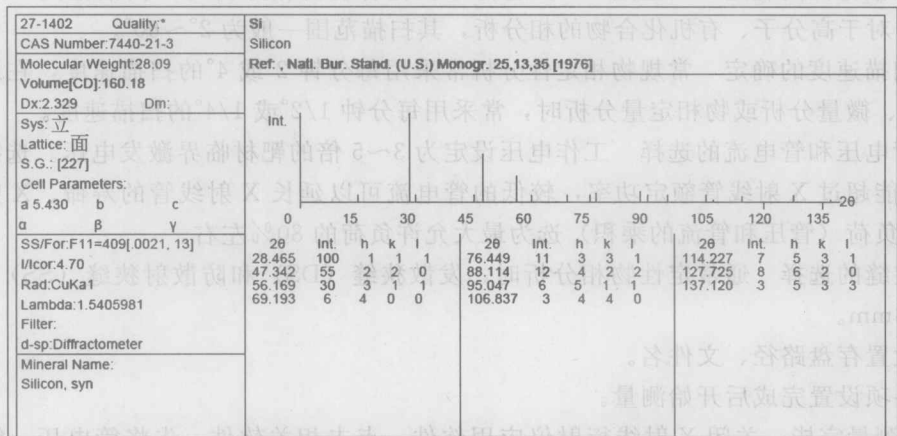


图 1-4 Si 的标准 PDF 卡片

(3) 确定晶面指数和晶格结构

对立方晶系：

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \tag{1-1}$$

布拉格定律变为：

$$\lambda^2 = 4d_{hkl}^2 \sin^2 \theta = \frac{4a_0^2}{(h^2 + k^2 + l^2)} \sin^2 \theta \tag{1-2}$$

所以：

$$\frac{\sin^2 \theta}{(h^2 + k^2 + l^2)} = \frac{\sin^2 \theta}{s} = \frac{\lambda^2}{4a_0^2} \tag{1-3}$$

上式中 $s = h^2 + k^2 + l^2$ 。由于不同的立方晶体结构，消光规律不同。因此，通过计算得到对应特征谱线出现的 s 值顺序如下：

- 简单立方 (simple cubic, SC): 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 9, 10, 11, ...
- 体心立方 (body-centered cubic, BCC): 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, ...
- 面心立方 (face-centered cubic, FCC): 3, 4, 8, 11, 12, 16, 19, 20, ...
- 金刚石立方 (diamond cubic, DC): 3, 8, 11, 16, 19, ...

更直观的形式，如图 1-5 所示。

利用表 1-1 得到 Si 样品为金刚石立方结构，衍射图谱的指标化见表中最后一列。实际画图时，晶面指数 hkl 常标在衍射图谱对应的峰位上。

四、实验内容及实验报告

- (1) 由实验教师介绍 X 射线衍射仪的构造，进行实际衍射操作，获得衍射图谱。
- (2) 实验中学生 3 人一组，记录衍射图的测试条件及衍射峰的数据。

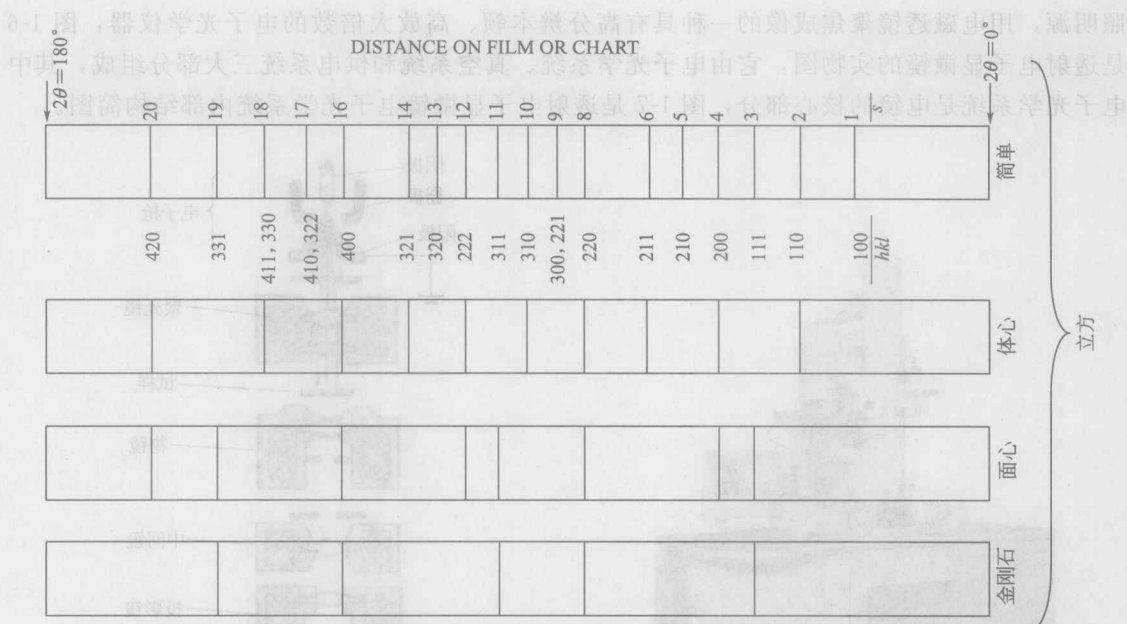


图 1-5 不同类型立方晶系粉末衍射花样示意图

(3) 指标化所测单相立方晶系物质的衍射图谱，结果以表格的形式列出。

参考文献

- [1] 周玉, 武高辉. 材料分析检测技术. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 2007.
- [2] Pecharsky V K, Zavalij P Y. Fundamentals of powder diffraction and structural characterization of materials. New York: Springer, 2005.
- [3] 王富耻. 材料现代分析测试方法. 北京: 北京理工大学出版社, 2010.

实验 2 透射电镜的基本结构、样品制备及图像分析

一、实验目的与任务

1. 了解透射电镜的基本结构以及成像原理；
2. 学习样品制备、图像拍摄、结果分析的方法；
3. 学习利用 TEM 技术，对材料显微组织、晶体缺陷等进行综合分析。

二、实验设备简介

实验所用设备有透射电子显微镜、双喷电解抛光仪、离子减薄仪。下面对这三种设备做简单介绍。

(一) 透射电子显微镜

1. 透射电镜的基本结构

透射电子显微镜 (transmission electron microscope, TEM) 是以波长极短的电子束做

照明源,用电磁透镜聚焦成像的一种具有高分辨本领、高放大倍数的电子光学仪器,图 1-6 是透射电子显微镜的实物图。它由电子光学系统、真空系统和供电系统三大部分组成,其中电子光学系统是电镜的核心部分,图 1-7 是透射电子显微镜电子光学系统内部结构简图。

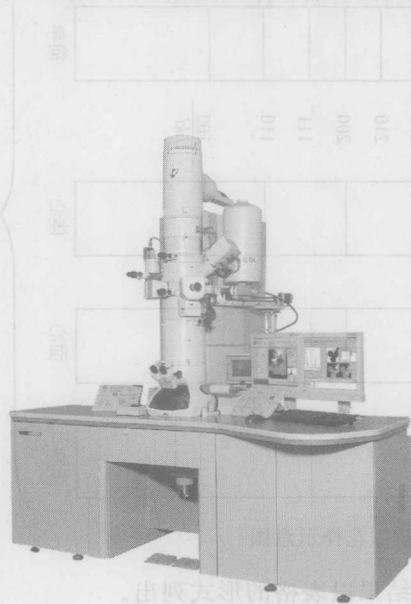


图 1-6 透射电子显微镜的实物图

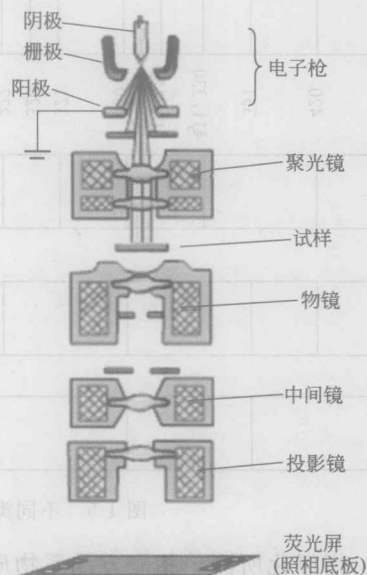


图 1-7 电子光学系统内部结构简图

(1) 电子光学系统 是透射电镜的核心部分,整个电子光学系统完全置于镜筒内,其结构成积木式,自上而下顺序排列着电子枪、聚光镜、样品室、物镜、中间镜、投影镜、观察室、荧光屏和照相机构等装置。根据这些装置的功能不同,又可将电子光学系统分为照明系统、样品室、成像系统和观察与记录系统。

① 照明系统 照明系统是由发射并使电子加速的电子枪和汇聚电子束的聚光镜组成。它的作用是为成像系统提供一束亮度高、照明孔径角小、束流稳定的照明源。

② 样品室 样品室位于照明系统和成像系统之间。它的主要作用是通过试样台承载试样,移动试样。

③ 成像系统 电子显微镜的成像系统主要由物镜、中间镜(一个或两个)和投影镜(一个或两个)组成。其作用是能够反映样品内部特征的透射电子转变成可见光图像或电子衍射谱,并投射到荧光屏或照相底板上。

④ 观察与记录系统 它包括荧光屏和照相机构,在荧光屏下面放置着一个可以自动换片的自动暗盒或者 CCD 相机。

(2) 真空系统 为避免电子束在镜筒内与空气分子发生碰撞而引起电子散射,整个镜筒必须保持一定的真空度,一般真空度要求达到 10^{-5} Torr ($1\text{ Torr}=133.322\text{ Pa}$) 以上。

(3) 电源系统 透射电子显微镜各部分对于电压和频率具有不同的要求,这可由内部各种电路来达到。透射电子显微镜一般有两部分电源,一是供给电子枪的高压部分,二是供给电磁透镜的低压稳流部分。

2. 成像原理

透射电镜成像原理如图 1-8 所示。电子束照射到晶体样品上与样品原子产生散射,即形

成透射束和衍射束。透射束和衍射束经过物镜汇聚后，在物镜的后焦面上形成散射极大值，得到衍射斑点，在物镜的像平面上得到电子显微像。物镜的下面放置有中间镜，中间镜的物平面可以通过调整中间镜的激磁电流来改变，当中间镜的物平面调整到物镜的后焦面上时，可以得到电子衍射花样，当中间镜的物平面调整到物镜的像平面上时，可以得到电子显微像。

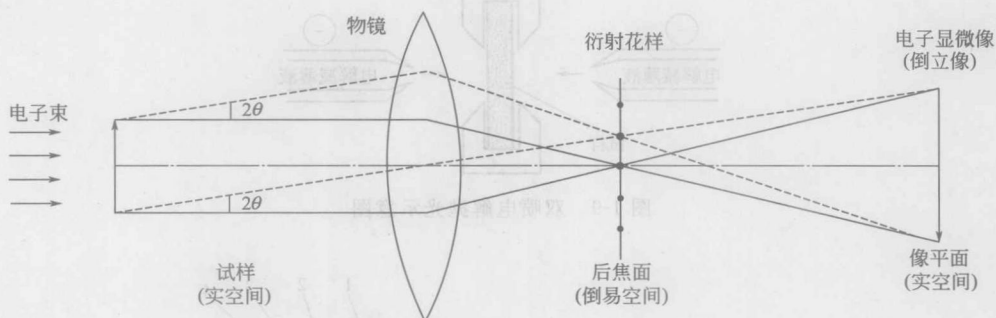


图 1-8 透射电镜成像原理

3. 透射电镜操作（以日立 H-800 透射电镜为例）

- (1) 开机前首先打开主机冷却水系统，打开电镜总电源（电镜后面墙上配电盘）。
- (2) 打开电镜真空按键（电镜主机右侧 EVAC 键），等待 30min~1h，确保扩散泵已正常工作。
- (3) 检查真空度是否达到工作要求。若电镜主机左侧三个绿灯、一个黄灯亮（绿灯分别为电子枪、镜筒、照相室；黄灯为样品室），说明可以工作。
- (4) 样品室放气后，取出样品台装上样品，再把样品台插入样品室，抽真空，等样品室真空达到要求（样品室真空指示灯亮，即绿灯亮）。
- (5) 打开镜筒电源（电镜主机右侧 COL 按键）。
- (6) 加高压（电镜主机左侧面板上），首先加 75kV，再加 100kV，再加到工作电压。
- (7) 加束流至灯丝像饱和，再退回一格。
- (8) 观察样品，拍摄显微组织像时在低倍下寻找薄区，放大到需要倍数，加上物镜光阑，聚焦，消像散，拍照电镜照片（通常高倍聚焦，低倍照相）。
- (9) 观察样品拍摄电子衍射花样时，用选区光阑选择感兴趣的区域，按下模式键 DIFF，取出物镜光阑，得到衍射花样。拍照时要尽量把光线减弱到每个衍射斑点都能分开的程度。
- (10) 观察结束后，关闭束流，关闭高压。
- (11) 5min 后关闭镜筒电源（COL），关闭真空电源（EVAC）。
- (12) 30min 后关闭冷却水。

（二）双喷电解抛光仪

双喷电解抛光仪是为透射电镜制备样品的方法之一。它操作简便，制样速度快（一般几分钟就制好一个样）。对于导电试样优先选用双喷电解抛光法。若能选择合适的电解液、适当的温度和抛光电压，就能得到质量很好的样品。图 1-9 为双喷电解抛光示意图，图 1-10 为双喷电解抛光仪结构图。试样台夹持试样做阳极，双喷嘴喷出电解液做阴极，直到把试样中心减薄出一个微孔，光导管见光后，控制仪器停止工作，并报警。此时迅速取出试样放入清洗液清洗 3~5 次，清洗液一般用无水乙醇或蒸馏水等。图 1-10(a) 为电解抛光时电压与

电流之间关系曲线，图中有两段电流随着电压升高而升高，这两段为试样腐蚀区域，在这两段之间有一段电压升高而电流值不变的区域，此区为试样抛光平台区，电解抛光时电压一定要选在此范围内。常用的电解抛光液和使用条件如表 1-2 所示。

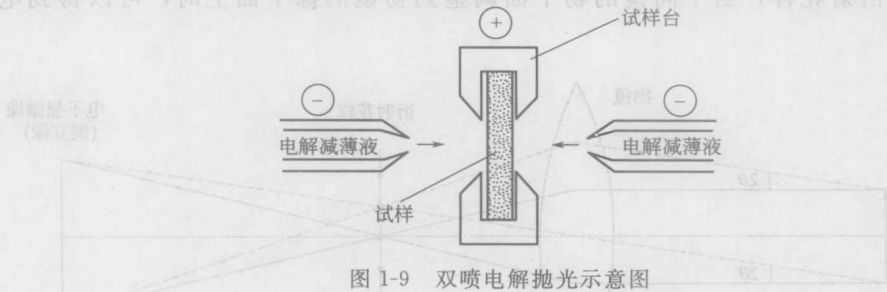
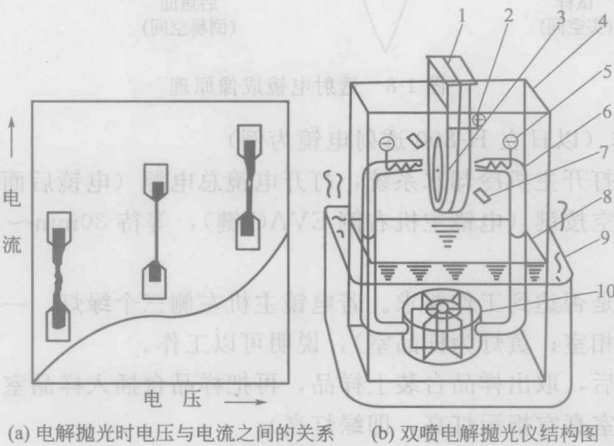


图 1-9 双喷电解抛光示意图



(a) 电解抛光时电压与电流之间的关系 (b) 双喷电解抛光仪结构图

图 1-10 双喷电解抛光仪

1—试样夹；2—阳极；3—试样；4—壳体；5—阴极；6—喷嘴；
7—光控；8—电解液；9—电解槽；10—耐酸泵

表 1-2 常用电解抛光液和使用条件

材 料	电解抛光液成分(质量分数)/%	备 注
铝及其合金	(1) HClO_4 (1%~20%) + 其余 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	喷射抛光 -10~-30℃
	(2) HClO_4 (8%) + $\text{C}_4\text{H}_9\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ (11%) + $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (79%) + H_2O (2%)	电解抛光 15℃
	(3) CH_3COOH (40%) + H_3PO_4 (30%) + HNO_3 (20%) + H_2O (10%)	喷射抛光, -10℃
电解抛光 铜和铜合金	(1) HNO_3 (33%) + CH_3OH (67%) (2) H_3PO_4 (25%) + $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (25%) + H_2O (50%)	喷射抛光或电解抛光, 10℃
钢	(1) HClO_4 (2%~10%) + $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 其余	喷射抛光, 室温约 -20℃
	(2) CH_3COOH (96%) + H_2O (4%) + CrO_3 (200g/L)	电解抛光, 65℃ 搅拌 1h
铁和不锈钢	HClO_4 (6%) + H_2O (14%) + $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (80%)	喷射抛光
钛和钛合金	HClO_4 (6%) + $\text{C}_4\text{H}_9\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ (35%) + $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (59%)	喷射抛光 0℃

(三) 离子减薄仪

一般来说，离子减薄仪可以减薄任何试样，但是如果使用不当会带来一些问题。例如，

低温时效合金用高能离子束长时间轰击,会产生析出相。再有,对于较软的材料,如纯铜或者纯铝,用高能离子束轰击会出现变形等。所以,离子减薄技术通常适用于硬、脆和不导电材料,如铸铁、陶瓷、激光熔敷层等以及找不到合适电解液,得不到理想试样的可采用离子减薄法。

离子减薄机理:在真空中,两个相对的电子枪,提供高能量的氩离子流,以一定角度对旋转的样品两面进行轰击,当轰击能量大于试样表层原子结合能时,表层原子发生溅射。经过较长时间连续轰击溅射,最终样品中心部分减薄穿孔。穿孔后的样品在孔边缘区很薄,对电子束是透明的,可以观察拍照。

离子减薄仪的效率很低,即使预减薄到 0.03mm ,对有些硬、脆材料减薄仍要花费十几小时。但有时已出孔的试样在取、夹时发生粉碎,致使前功尽弃。如果配上凹坑机将薄片中心部分磨出凹坑[见图1-11(a)],不但可以节省时间,而且减薄效果更好。同时预减薄时试样也不必磨得那么薄,可以稍厚些,以增加强度。如果没有凹坑机,要将薄片预减薄到 0.03mm 左右,此时,最好用 $\phi 3\text{mm}$ 的金属环补强[见图1-11(b)]。图1-11(c)为离子减薄仪工作原理图,试样与离子束成一定角度($5^{\circ}\sim 30^{\circ}$)在一特殊支架上旋转,离子束轰击试样的两个表面。开始减薄时选择较大的离子束入射角,随着试样逐步减薄,特别是接近穿孔时离子束入射角要减小,这样可以使薄区较多。一旦出孔,激光探测器动作,离子枪停止工作并报警。图1-12为离子减薄仪结构图。

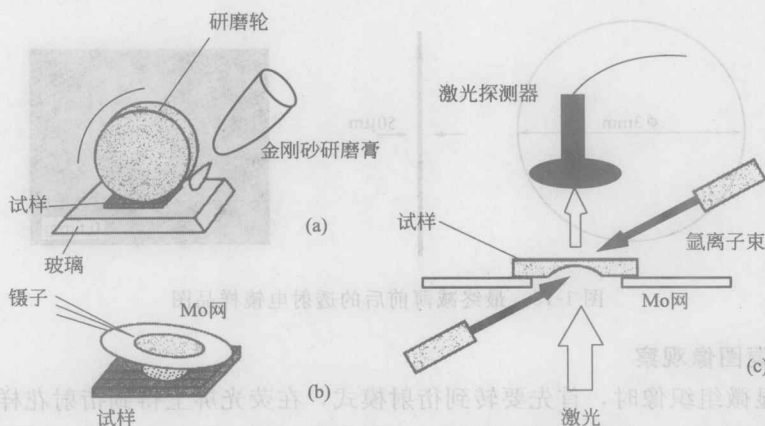


图 1-11 离子减薄技术原理图

图1-13为最终减薄前后的透射电镜样品图,最终减薄前 $\phi 3\text{mm}$,厚度在 $50\mu\text{m}$ 左右,最终减薄后出现小孔。

三、实验过程与分析

1. 透射电镜金属薄膜样品制备

首先从大块试样上切割厚度为 $0.1\sim 0.3\text{mm}$ 薄片,然后采用机械减薄法两面减薄,具体做法是:把切好的薄片用502胶粘在一个大块样品上,干后在水砂纸上研磨,从粗砂纸到细砂纸,砂纸号 $600\rightarrow 800\rightarrow 1000$,一面磨好后,放入丙酮中,溶解502胶。再如前法研磨另一面。薄片减薄至 $50\mu\text{m}$ 左右后,冲成 3mm 的圆片,用双喷电解减薄法或者用离子轰击减薄法,最终减薄至 $80\sim 150\text{nm}$,即可进行电镜观察。

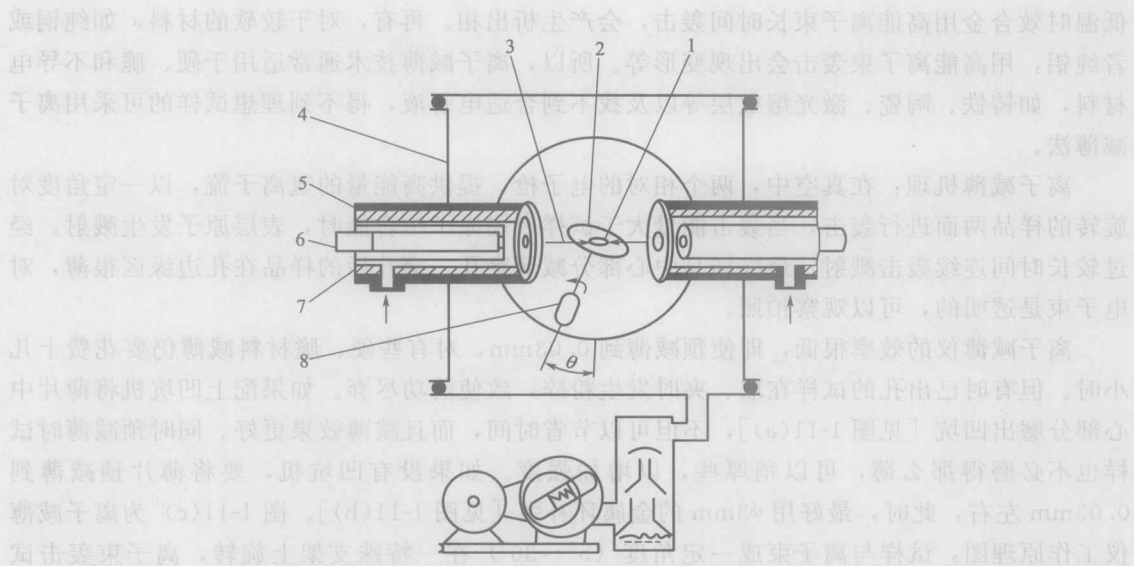


图 1-12 离子减薄仪结构图

1—试样；2—试样架；3—离子束；4—壳体；5—阴极；6—阳极；7—绝缘管；8—小电机以及变速器

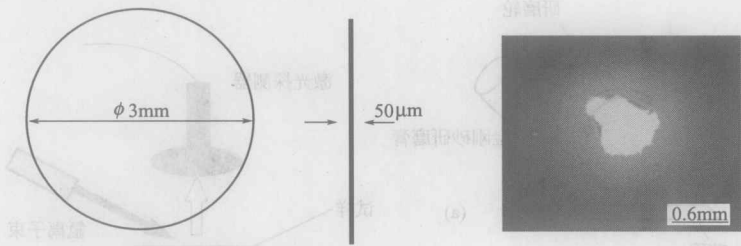


图 1-13 最终减薄前后的透射电镜样品图

2. 透射电镜图像观察

观察拍摄显微组织像时，首先要转到衍射模式，在荧光屏上得到衍射花样。衍射花样中的中心斑点叫透射斑点，其他都叫衍射斑点。用光阑孔选取透射斑点或者所需要的某个衍射斑点来成像。衍射衬度通常是单束成像衬度。用透射束成的像叫明场像，用衍射束的任何一束成的像都叫暗场像。把想要成像的衍射束调到光轴上成的像叫中心暗场像。图 1-14 所示为物镜光阑在衍射花样上的位置。图 1-15(a)、(c) 所示为明场像；图 1-15(b)、(d) 所示为暗场像。衍射衬度对试样取向十分敏感。在某一取向向下未能看到的结构细节，当改变试样的倾斜度，即改变取向时就有可能显示该细节的衬度。在做晶体缺陷时要充分利用这个特点。拍摄显微组织像时，光线要充分散开，亮度要均匀。

3. 典型组织及晶体缺陷分析

对拍摄的电子显微像，包括晶体形态、晶粒大小、晶体缺陷等进行分析。要注意的是金属薄膜试样的衬度是由于晶体各部分相对于入射电子束取向不同或它们彼此属于不同结构的晶体，因而满足布拉格条件的程度不同所造成的，形成这种衬度的基础是衍射，所以叫衍射衬度（简称衍衬）。衍射衬度对试样取向十分敏感。在某一取向向下看不到的细节，当倾斜试