

# 全国大学生金相技能大赛创新应用赛道 (全国大学生材料分析大赛)

## 考核内容

检测仪器是材料分析大赛参赛选手完成材料分析任务的核心工具。这些仪器针对材料形貌、成分、组织、微观结构、力学以及物理等性能多维度进行分析，其原理掌握、数据解读直接影响选手成绩。结合大赛基础知识考核及自选/模拟课题要求，以下分类梳理核心检测仪器的功能、原理、操作要点及应用规范。其中光学显微镜、扫描电子显微镜、透射电子显微镜、X 射线衍射仪、热分析仪为基础知识考核重点，其余仪器为课题分析核心工具。

### 一、光学显微镜 (OM)

**核心功能：**精准分析材料的显微组织 (如晶粒形态、相组成)、微观缺陷 (如裂纹、夹杂、缺陷) 等基本特征，是材料微观分析的入门与核心工具。

**原理与构造：**基于光的折射、反射及透镜放大成像原理，核心构造包括光源、聚光镜、物镜、目镜、载物台及调焦系统，通过明场、暗场、偏光等成像模式强化微观特征呈现。

**操作与样品要求：**需熟练掌握物镜切换 (低倍定位与高倍精细观测结合)、调焦精度控制、视场选择及图像拍摄标注规范；熟悉金相试样制备全流程，包括切割、镶嵌、研磨、抛光及浸蚀，确保试样表面平整、组织清晰，满足不同材料 (金属、陶瓷等) 的观测需求。

**赛事应用：**作为基础知识考核重点，需完成金相组织鉴别、晶粒度评级、析出相统计、夹杂物评定 (抛光态) 等定量、定性分析任务，结果需具备准确性与可重复性。

### 二、扫描电子显微镜 (SEM)

**核心功能：**实现材料表面形貌、微观组织、微观缺陷的高分辨率观测，结合 EDS 能谱、EBSD 背散射衍射系统，可同步完成微区元素含量及分布、晶体取向等多维度分析。

**原理与图像特征：**通过发射高能电子束扫描材料表面，电子与原子相互作用产生二次电子、背散射电子等信号，经探测器转化为图像。其中二次电子像分辨率高，适用于形貌观测；背散射电子像具有成分衬度，可区分不同元素区域；EDS 借助特征 X 射线实现元素定性半定量分析；EBSD 通过菊池花样解析晶体取向信息。

**操作与样品制备：**需熟悉仪器核心构造 (电子枪、扫描系统、探测器) 及工作原理，掌握

加速电压、束流、工作距离的优化技巧；针对导电材料(金属)需清洁表面，非导电材料(高分子、陶瓷)需进行喷金等导电处理，磁性材料需特殊防磁处理，确保成像质量与仪器安全。

**赛事应用：**基础知识考核核心内容，需具备扫描图像、EDS 能谱、EBSD 衍射线的综合解读能力，例如通过“形貌-成分-组织”联动分析，判定未知相成分及晶体特征，为材料性能分析提供依据。

### 三、透射电子显微镜 (TEM)

**核心功能：**在原子级、纳米级尺度分析材料的形貌、微观组织、物相结构、晶体缺陷、原子占位及元素组成与分布，高分辨透射电镜可直接观测晶格条纹，是材料微观结构深度解析的核心仪器。

**原理与成像模式：**高能电子束穿透厚度小于 100 nm 的超薄样品，电子因原子序数、晶体结构差异发生散射，经磁透镜聚焦成像。核心成像模式包括：质厚衬度像(区分不同密度区域)、衍衬像(分析晶体缺陷与取向)、高分辨像(展现晶格结构及原子排列)，结合电子衍射(选区电子衍射 SAED 等)可实现物相鉴定。

**操作与样品制备：**需熟悉仪器构造(电子枪、聚光镜、物镜、投影镜)及工作原理；掌握不同材料的样品制备方法，块体材料需经切割、减薄至薄片后进行离子减薄，粉末材料需超声分散后制样，确保样品超薄、无缺陷、无污染。

**赛事应用：**基础知识考核重点，需具备衍衬像、电子衍射花样、高分辨像与 EDS 谱图的对照解读能力，例如通过 HRTEM 晶格条纹与 SAED 花样结合，确定纳米相的晶体类型、位向关系。

### 四、X 射线衍射仪器 (XRD)

**核心功能：**分析材料的晶体结构、物相组成、晶体特征(晶格参数)、残余应力及晶粒尺寸，是材料物相鉴定的首选仪器，广泛应用于金属、陶瓷、高分子等各类材料分析。

**原理与数据解析：**基于布拉格定律 ( $2d \sin\theta = n\lambda$ )，X 射线照射晶体时，特定晶面在相应  $2\theta$  角产生衍射峰，衍射峰的位置 ( $2\theta$  角) 对应晶面间距，强度反映结晶度或择优取向，峰形反映晶粒尺寸与残余应力。可借助 Jade 等软件及 X 射线衍射数据库(如 PDF 卡片库)进行物相检索。

**操作与样品制备：**需熟悉仪器构造(X 射线源、测角仪、探测器)及基本原理；掌握样品制备规范，粉末样品需研磨至 200 目以上确保颗粒细小均匀，块状样—品需表面平整、无附加应力，选取适宜的靶材，设置合适的扫描范围、步长与扫描速度以获取高质量衍射图谱。

**赛事应用：**基础知识考核核心内容，需具备衍射图谱解读能力，能完成物相定性分析，

并通过谢乐公式计算晶粒尺寸，利用应力衍射仪附件或相关软件计算残余应力值。例如通过衍射峰强弱判定纳米材料由非晶向晶态的转变或晶体生长取向；介孔分子筛衍射峰衍射角均小于  $10^\circ$ ，而常规晶体材料衍射峰衍射角在  $20^\circ \sim 80^\circ$ 。

## 五、热分析仪器

**核心功能：**分析材料在温度变化过程中的组成、热分解机理、相变过程，核心技术包括热重分析 (TG)、差热分析 (DTA)、差示扫描量热法 (DSC)，可同步获取热效应与质量变化信息。

**原理与谱线特征：**DSC 通过测量样品与参比物的热流差反映相变 (熔融、结晶等) 热效应；TG 通过测量样品质量变化反映热分解、氧化等过程；DTA 通过温差变化识别热效应。谱线的特征峰位置 (温度)、峰形与峰面积对应材料的热性能参数。

**操作与样品要求：**需熟悉不同仪器的工作原理与操作规范，掌握样品用量控制 (mg 级)、气氛选择 (惰性气氛防氧化、空气气氛测氧化)、升温速率设置技巧；样品需干燥、均匀，避免颗粒过大或团聚。

**赛事应用：**自选/模拟课题常用工具，需解读谱线信息并关联热性能参数，例如通过 DSC 曲线确定高分子材料的玻璃化转变温度、金属材料的熔点及相转变点、析出相溶解及析出温度区间，结合 TG 曲线分析材料的热稳定性与残留成分。

## 六、X 射线光电子能谱分析仪器 (XPS)

**核心功能：**分析材料表面 (深度  $1 \sim 10 \text{ nm}$ ) 的元素种类、化学态及结构信息，可区分同一元素的不同价态 (如  $\text{Fe}^{2+}$  与  $\text{Fe}^{3+}$ )，是材料表面化学分析的关键仪器。

**原理与谱图解析：**X 射线照射材料表面激发光电子，通过检测光电子的结合能与强度，实现元素定性与定量分析。不同化学环境下的元素结合能存在差异 (化学位移)，借助 XPS 数据库可完成峰位识别与化学态标定。

**操作与样品要求：**需熟悉仪器核心原理与真空系统操作；样品需满足表面清洁、无油污、尺寸适配要求，导电样品直接测试，非导电样品需进行电荷中和处理；掌握氩离子溅射逐层剥离技术，实现材料深度剖面分析。

**赛事应用：**自选/模拟课题核心工具，需解读结合能峰谱线，分析表面元素种类、含量及化学态，例如通过 O 1s 谱峰分裂，判定材料表面氧化物的存在形式。

## 七、红外光谱分析仪器 (FT-IR)

红外光谱分析仪器基于分子振动-转动能级跃迁原理，是分析材料化学结构与组成的重要工具，在有机材料、复合材料等领域的分析中应用广泛，也是大赛中完成成分与结构关联分析任务的关键仪器之一。

## 1. 核心功能

精准识别有机化合物、部分无机材料的化学结构与官能团种类，确定材料的化学组成；监测材料在反应、老化等过程中的结构变化；区分同分异构体及混合物中的特征成分，为材料定性分析、成分溯源及反应机理研究提供直接依据。例如在大赛中可用于鉴别高分子材料的种类、分析复合材料界面的化学结合状态。

## 2. 原理与谱图解析

**核心原理：**红外光照射样品时，样品分子会选择性地吸收特定波长的红外光，导致分子内化学键发生振动（如伸缩振动、弯曲振动）或转动能级跃迁，未被吸收的红外光形成特征吸收光谱。不同化学键的振动频率固定，对应特定的红外吸收峰位置，据此可实现结构识别。

**谱图解析要点：**红外光谱图以波数 ( $\text{cm}^{-1}$ ) 为横坐标（反映吸收峰位置，对应化学键种类），吸光度或透光率为纵坐标（反映吸收强度，与官能团含量正相关）。解析时需重点关注特征吸收峰的位置、强度及峰形：峰位是官能团识别的核心依据（如羟基 $-\text{OH}$ 的伸缩振动峰约在  $3200 \sim 3600 \text{ cm}^{-1}$ ，羰基  $\text{C}=\text{O}$  约在  $1700 \sim 1750 \text{ cm}^{-1}$ ）；峰强可用于半定量分析官能团含量；峰形变化反映分子结构环境差异（如氢键结合的 $-\text{OH}$ 吸收峰宽而钝，游离 $-\text{OH}$ 峰尖锐）。实际分析中需结合标准红外光谱数据库（如 Sadtler 谱库）进行匹配验证，提高结构判定的准确性。

## 3. 操作与样品要求

**操作要点：**熟悉仪器核心结构（干涉仪、红外光源、检测器、计算机工作站）及傅里叶变换原理；开机后需进行仪器校准（如背景扫描、波长校准），确保测试基线稳定；根据样品类型选择合适的测试模式（如透射法、衰减全反射法 ATR），调整扫描次数（通常  $16 \sim 64$  次）与分辨率（一般  $4 \text{ cm}^{-1}$ ），平衡测试效率与谱图质量。

**样品要求：**样品需纯净、干燥，避免水分与杂质干扰（水分在  $3200 \sim 3600 \text{ cm}^{-1}$  及  $1600 \sim 1700 \text{ cm}^{-1}$  有强吸收峰）；固体样品可采用压片法（与 KBr 混合研磨压片，KBr 需干燥且无红外吸收）、涂膜法（溶于合适溶剂后涂于 KBr 窗片）或 ATR 法（直接将样品压在 ATR 晶体上）；液体样品采用液膜法（夹于两片 KBr 窗片间），确保样品厚度均匀（过厚会导致峰饱和，过薄则峰强度不足）；气体样品需使用专用气体池测试。

**4. 赛事应用要点：**大赛中常需结合红外光谱与其他仪器结果完成综合分析任务，例如：利用红外光谱识别未知高分子材料的官能团，结合热重分析 (TGA) 判断其热稳定性，形成“结构-性能”关联结论；分析金属表面涂层的红外光谱，确定涂层中的树脂成分及固化程度，为涂层性能评价提供依据。操作中需注意样品前处理的规范性（如去除表面油污、干燥除水），避免谱图干扰；解析时需排除溶剂残留、测试误差等因素影响，

确保结构判定准确，同时能清晰阐述红外吸收峰与材料结构的对应关系，体现专业分析能力。

## 八、拉曼光谱分析仪器

**核心功能：**分析材料的成分、晶体结构及分子结构，可区分同分异构体、识别晶体缺陷，与红外光谱互补，适用于碳材料、半导体、陶瓷等各类材料。

**原理与谱图解析：**基于拉曼散射效应，激光照射样品时，光子与分子发生非弹性碰撞，产生频率偏移（拉曼位移），拉曼位移数值对应分子振动或转动能级，不同物质具有特征拉曼光谱。

**操作与样品要求：**需熟悉仪器核心部件（激光源、分光系统、检测器）与操作规范；样品需表面清洁、无荧光干扰，固体、液体、气体样品均可直接测试，部分样品需调整激光功率避免热损伤。

**赛事应用：**自选/模拟课题工具，需解读拉曼谱线，对照分析材料的官能团、异构体、结晶度及成分，例如通过石墨烯的 D 峰与 G 峰强度比，评价其缺陷程度。

## 九、万能材料性能测试仪器

**核心功能：**测定材料的拉伸、压缩、弯曲、剪切等力学性能，是评价材料力学行为的核心仪器，可获取强度、韧性、硬度等关键性能指标。

**原理与数据特征：**通过加载系统对标准试样施加可控载荷，位移传感器记录试样变形，绘制应力-应变曲线。曲线中弹性阶段、屈服阶段、强化阶段、颈缩阶段对应的强度指标，断裂伸长率反映延展性，断裂前吸收能量的能力反映韧性，硬度测试则通过压头压痕尺寸计算硬度值。

**操作与样品要求：**需熟悉仪器加载原理与操作流程，掌握拉伸、压缩、弯曲等不同测试模式的参数设置；样品需加工为标准试样（如拉伸哑铃状试样），确保尺寸精准、表面无缺陷，满足不同材料（金属、高分子、复合材料）的测试标准。

**赛事应用：**自选/模拟课题工具，需解读应力-应变等变形曲线，参照标准分析材料的强度、韧性、硬度、刚性、延展性等力学性能，为材料应用评估提供依据。

## 十、赛事仪器使用核心规范与考核说明

### 1. 核心使用规范

**(1) 安全优先：**严格遵守仪器安全规程，SEM/TEM 需注意高压安全，XRD 需做好辐射防护，热分析仪器需防范高温烫伤，万能材料性能试验机需规范操作避免试样断裂飞溅。

**(2) 样品质控：**样品制备质量直接决定分析准确性，需根据仪器要求精准处理样品，如

TEM 样品的超薄化、表面样品表面无损伤，确保样品满足测试要求。

**(3) 数据综合分析：**避免单一仪器数据的局限性，需多仪器结果综合分析，如“XRD 多组分物相或非晶物相 + SEM 形貌观察 + EDS 成分确认”、“OM 微观组织 + TEM 纳米析出相补充分析”、“拉曼光谱化合物鉴定 + SEM 单质元素确认”、“SEM 组织观察 + 性能测试确定相互联系”，形成完整分析链条。

**(4) 创新应用：**创新应用赛道中需灵活组合仪器解决复杂问题，如利用 XPS 与 FT-IR 联用分析材料表面化学态与分子结构的关联；利用 SEM 与热分析仪联用分析材料组织转变过程，体现仪器应用深度。

## 2. 赛事考核说明

基础知识考核：仅涵盖光学显微镜、扫描电子显微镜、透射电子显微镜、X 射线衍射仪、热分析仪五种仪器，重点考察原理、操作及基础数据解读能力。

自选课题答辩与模拟课题分析：以本文所述 9 种仪器为主，若分析必需，可拓展使用其他检测仪器，需体现仪器选择的合理性与数据分析的专业性。

参赛选手需结合赛事考核层级与课题需求，精准掌握仪器核心原理与操作技巧，强化数据解读与综合分析能力，高效完成材料分析任务，展现扎实的专业基础与创新应用潜力。