

材料分析测试方法复习题

第一部分

简答题：

1. X射线产生的基本条件

答：①产生自由电子；

②使电子做定向高速运动；

③在电子运动的路径上设置使其突然减速的障碍物。

2. 连续X射线产生实质

答：假设管电流为10mA，则每秒到达阳极靶上的电子数可达 6.25×10^{16} 个，如此之多的电子到达靶上的时间和条件不会相同，并且绝大多数达到靶上的电子要经过多次碰撞，逐步把能量释放到零，同时产生一系列能量为 $h\nu$ 的光子序列，这样就形成了连续X射线。

3. 特征X射线产生的物理机制

答：原子系统中的电子遵从泡利不相容原理不连续的分布在K、L、M、N等

不同能级的壳层上，而且按能量最低原理从里到外逐层填充。当外来的高速度的粒子动能足够大时，可以将壳层中某个电子击出去，于是在原来的位置出现空位，原子系统的能量升高，处于激发态，这时原子系统就要向低能态转化，即向低能级上的空位跃迁，在跃迁时会有一能量产生，这一能量以光子的形式辐射出来，即特征X射线。

4. 短波限、吸收限

答：短波限：X射线管不同管电压下的连续谱存在的一个最短波长值。

吸收限：把一特定壳层的电子击出所需要的入射光最长波长。

5. X射线相干散射与非相干散射现象

答：相干散射：当X射线与原子中束缚较紧的内层电子相撞时，电子振动时向四周发射电磁波的散射过程。

非相干散射：当X射线光子与束缚不大的外层电子或价电子或金属晶体中的自由电子相撞时的散射过程。

6. 光电子、荧光X射线以及俄歇电子的含义

答：光电子：光电效应中由光子激发所产生的电子（或入射光量子与物质原子中电子相互碰撞时被激发的电子）。

荧光X射线：由X射线激发所产生的特征X射线。

俄歇电子：原子外层电子跃迁填补内层空位后释放能量并产生新的空位，这些能量被包括空位层在内的临近原子或较外层电子吸收，受激发逸出原子的电子叫做俄歇电子。

7. X射线吸收规律、线吸收系数

答：X射线吸收规律：强度为 I 的特征X射线在均匀物质内部通过时，强度的衰减与在物质内通过的距离 x 成比例，即 $-dI/I = \mu dx$ 。

线吸收系数：即为上式中的 μ ，指在X射线传播方向上，单位长度上的X射线强弱衰减程度。

8. 晶面及晶面间距

答：晶面：在空间点阵中可以作出相互平行且间距相等的一组平面，使所有的节点均位于这组平面上，各平面的节点分布情况完全相同，这样的节点平面成为晶面。

晶面间距：两个相邻的平行晶面的垂直距离。

9. 反射级数与干涉指数

答：布拉格方程 $2d \sin \theta = n\lambda$

表示面间距为 d' 的 (hkl) 晶面上产生了 n 级衍射， n 就是反射级数

干涉指数：当把布拉格方程写成：
$$2 \frac{d'}{n} \sin \theta = \lambda$$

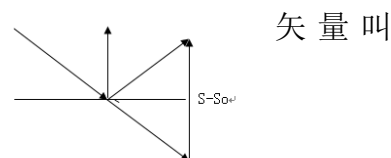
时，这是面间距为 $1/n$ 的实际上存在或不存在的假想晶面的一级反射，若把这个晶面叫作干涉面，其间的指数就叫作干涉指数

10. 衍射矢量与倒易矢量

答：衍射矢量：当束 X 射线被晶面 P 反射时，假定 N 为晶面 P 的法线方向，入射线方向用单位矢量 S_0 表示，衍射线方向用单位矢量 S 表示，则 $S-S_0$ 为衍射矢量。

倒易矢量：从倒易点阵原点向任一倒易阵点所连接的倒易矢量，表示为：

$$r^* = Ha^* + Kb^* + Lc^*$$



矢量叫

的参数，

11. 结构因子的定义

答：定量表征原子排布以及原子种类对衍射强度影响规律即晶体结构对衍射强度的影响因子

12. 原子散射因子随衍射角的变化规律

答：随 $\sin \theta / \lambda$ 值减小， f 增大， $\sin \theta = \frac{n\lambda}{2d}$

论述题：

一、推导劳埃方程和布拉格方程

解：1. 推导劳埃方程：假定①满足干涉条件②X-ray 单色且平行 $2d \sin \theta = n\lambda$

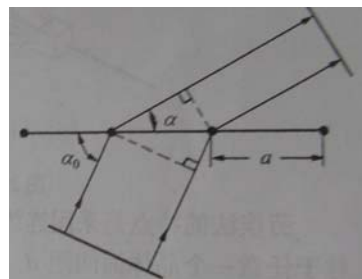
如图：以 α_0 为入射角， α 为衍射角，相邻原子波程差为 $a(\cos \alpha - \cos \alpha_0)$ ，产生相长干涉的条件是波程差为波长的整数倍，即： $a(\cos \alpha - \cos \alpha_0) = h\lambda$

式中： h 为整数， λ 为波长。一般地说，晶体中原子是在三维空间上排列的，所以为了产生衍射，必须同时满足：

$$a(\cos \alpha - \cos \alpha_0) = h\lambda$$

$$b(\cos \beta - \cos \beta_0) = k\lambda$$

$$c(\cos \gamma - \cos \gamma_0) = l\lambda \quad \text{此三式即为劳埃方程。}$$



2. 推导布拉格方程式：假定①X-ray 单色且平行②晶体无限大且平整（无缺陷）

如右图：光程差为 $2d \sin \theta$ ，要出现衍射条纹，则有：

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (n=1,2,\dots)$$

此式即为布拉格方程。

二、以体心立方(001)衍射为例，利用心阵点存在规律推导体心和面心晶体的衍射消光规律

三、证明厄瓦尔德球图解法等价于布拉格方程

证明：根据倒易矢量的定义 $O^*G=g$ ，于是我们得到 $k' - k = g$ 上式与布拉格定律完全等价。

由 O 向 O^*G 作垂线，垂足为 D ，因为 g 平行于 (hkl) 晶面的法向 N_{hkl} ，

所以 OD 就是正空间中 (hkl) 晶面的方位，若它与入射束方向的夹角为 θ ，则有

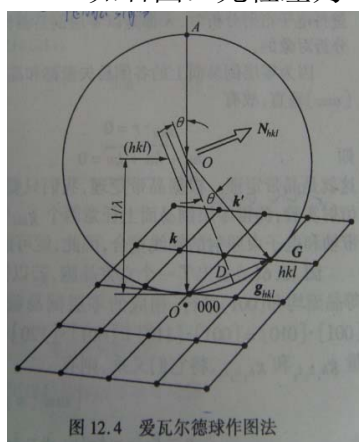
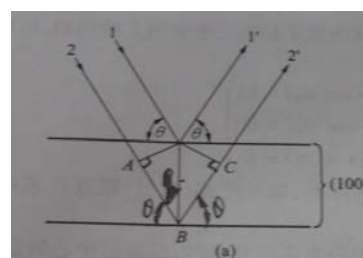


图 12.4 爱瓦尔德球作图法

$$2d \sin \theta = \lambda$$

$$\begin{aligned} \text{即} \quad & g/2 = k \sin \theta \\ \text{由于} \quad & g = 1/d \quad k = 1/\lambda \\ \text{故有} \quad & 2d \sin \theta = \lambda \end{aligned}$$

同时，由图可知， k' 与 k 的夹角（即衍射束与透射束的夹角）等于是 2θ ，这与布拉格定律的结果也是一致的。

四、阐明消光现象的物理本质，并利用结构因子推导出体心和面心晶体的衍射消光规律

解：参考 P36-P42 由系统消光的定义（把因原子在晶体中位置不同或原子种类不同而引起的某些方向上的衍射消失的现象）知，消光的物理本质是原子的种类及其在晶胞中的位置。

由 $|F_{hkl}| = 0$ 可推出如下消光规律

①体心晶体 存在 2 个原子，坐标分别为 $(0, 0, 0)$, $(1/2, 1/2, 1/2)$

则 $F_{hkl} = f + fe^{i\pi(h+k+l)}$ 要消光，则有 $h+k+l=2n+1$ ($n=0,1,2,\dots$)。

②面心晶体 存在 4 个原子，坐标分别为 $(0, 0, 0)$, $(1/2, 1/2, 0)$, $(1/2, 0, 1/2)$, $(0, 1/2, 1/2)$

则 $F_{hkl} = f + fe^{i\pi(h+k)} + fe^{i\pi(h+l)} + fe^{i\pi(k+l)}$ 要消光则必使 $F_{hkl}=0$ ，故消光规律为： h, k, l 不能同时为奇或 h, k, l 不能同时为偶

五、如何利用 X 射线衍射方法研究晶体的有序—无序转变（举例说明）

解：本题答案谨供参考！

本题是利用 X 射线衍射时，衍射线的出现与消失来研究晶体的有序—无序转变

对于 TiAl，高温时为无序的体心立方晶体，低温时为有序的体心立方晶体。

无序时：Ti 或 Al 占据 A 或 B 点的几率各为 50%， $f_{\text{平均}} = 0.5f_{\text{Ti}} + 0.5f_{\text{Al}}$ ；注：A 为顶点，B 为体心点

有序时：Ti 100% 占据 A 位，Al 100% 占据 B 位，则 $F_{hkl} = f_{\text{Ti}} \pm f_{\text{Al}}$

则： $F_{hkl} = f_{\text{Ti}} - f_{\text{Al}} \neq 0$ ，由本该消光的地方，重新出现衍射条纹，可判断无序向有序的转变，反之亦然。

六、如何使用角因子中洛仑兹因子研究晶体的尺寸

解：利用布拉格公式 $2d \sin \theta = \lambda$ 和晶面间距 d 与晶格常数之间的关系（如：立方晶系 $d = a/(h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}$ ）可以建立衍射束方向与晶胞尺寸的关系式。对于立方晶系为 $\sin^2 \theta = \lambda^2(h^2 + k^2 + l^2)/4a^2$ ，测写了衍射束的方向，便可推知晶胞尺寸。洛仑兹因子便是一个只与衍射束方向（即布拉格角 θ ）有关的式子：

$1/(4 \sin^2 \theta \cos \theta)$ 以布拉格角 θ 为中介，通过洛仑兹因子便可研究晶体尺寸。

七、阐述多晶体 X 射线衍射强度影响因素及其应用

解：参考 P42-P50 影响 X 射线衍射强度的因素有如下 5 项：①结构因子②角因子包括极化因子和洛仑兹因子③多重性因子④吸收因子⑤温度因子。

应用：利用各影响因子对衍射强度的影响，可判断出晶胞内原子的种类，原子个数，原子位置。

结构因子：①消光规律的判断；②金属间化合物的有序度的判断。

角因子：利用谢乐公式研究晶粒尺寸大小；

多重性因子：等同晶面对衍射强度的影响

吸收规律：试样形状和衍射方向的不同，衍射线在试样中穿行的路径便不同，引起吸收效果的不一样。

温度因子：研究晶体的热运动，测定热膨胀系数等。

八、以立方晶系为例，分析利用 XRD 测量点阵常数时为何采用高角度线条而不采用各个线条测量结果的平均值：

答：对于立方晶系 $2d\sin\theta = \lambda$, $d = a/\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \Rightarrow a = \lambda \div 2\sin\theta \times \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$

θ 的误差主要来源于 $\Delta\theta$ $\Delta(\sin\theta)$

$$2d\sin\theta = \lambda \quad d\sin\theta = \lambda/2 \quad \Delta d\sin\theta + d\cos\theta \times \Delta\theta = 0$$

$$\Delta a/a = \Delta d/d = -\cos\theta \times \Delta\theta \quad \text{当 } \theta = 90^\circ \text{ 时 } \Delta a/a = 0$$

故 θ 尽可能高 而对于外推法取 $\theta = 90^\circ$

九、给出物相定性分析与定量分析的原理及一般步骤。

答：定性分析：

原理：目前所知结晶物质，之所以表现出种类的差别，是由于不同的物质个具有自己特定的原子种原子排列方式和点阵常数，进而呈现出特定的衍射花样；多相物质的衍射花样互不干扰、相互独立，只是机械的叠加；衍射花样可以表明物相中元素的化学结合态。这样只要把晶体全部进行衍射或照相再将衍射花样存档，试验时，只要把试样的衍射花样和标准衍射花样相对比，从中选出相同者就可以确定了。

步骤：先求出晶面间距 d 和相对强度 I/I_1 后有以下三个程序：

- (1) 根据待测相得衍射数据，得出三强面的晶面间距值 d_1 、 d_2 、 d_3 。
- (2) 根据 d_1 值，在数值索引中检索适当 d 组，找出与 d_1 、 d_2 、 d_3 值复合较好的一些卡片。
- (3) 把待测相的三强线的 d 值和 I/I_1 值与这些卡片上各物质的三强线 d 值和 I/I_1 值相比较，淘汰不相符的卡片，最后获得与试验数据一一吻合的卡片，卡片上所示物质即为待测相。
- (4) 若待测试样为复相混合物时，需反复测试

定量分析：原理 87 页

十、讨论内应力对 X-Ray 衍射线的影响规律，并说明如何测定平面宏观残余应力

宏观应力：使衍射峰左右移动

微观应力：使衍射峰变宽

超微观应力：使衍射峰的强度变弱

平面宏观残余应力的测定：

φ ：样品表面法线与所测晶面法线的夹角 课本 98 页图 6.3

$$s_\varphi = a_1^2 s_1 + a_2^2 s_2 + a_3^2 s_3$$

$$a_1 = \sin\varphi \cos\phi$$

$$a_2 = \sin\varphi \sin\phi$$

$$a_3 = \cos\varphi = \sqrt{1 - \sin^2\varphi}$$

$$s_\varphi = (\sin\varphi \cos\phi)^2 s_1 + (\sin\varphi \sin\phi)^2 s_2 + s_3 - \sin^2\varphi s_3$$

$$\begin{aligned}
s_1 &= (\sigma_1 - \nu\sigma_2) / E \\
s_2 &= (\sigma_2 - \nu\sigma_1) / E \\
s_3 &= -\nu(\sigma_1 + \sigma_2) / E \\
s_\phi - s_3 &= (1 + \nu)(\cos^2 \phi \sigma_1 + \sin^2 \phi \sigma_2) \sin^2 \phi / E \\
\text{因为 } \sigma_3 &= 0 \quad \text{所以 } \sigma_\phi &= \cos^2 \phi \sigma_1 + \sin^2 \phi \sigma_2 \\
s_\phi &= (d_\phi - d_0) / d_0 \\
s_3 &= (d_n - d_0) / d_0 \\
\text{所以 } \sigma_\phi &= [E / (1 + \nu)] (1 / \sin^2 \phi) (d_\phi - d_n) / d_0
\end{aligned}$$

第二部分

1、分析电磁透镜对波的聚焦原理，说明电磁透镜的结构对聚焦能力的影响。

解：聚焦原理：通电线圈产生一种轴对称不均匀分布的磁场，磁力线围绕导线呈环状。磁力线上任一点的磁感应强度 B 可以分解成平行于透镜主轴的分量 B_z 和垂直于透镜主轴的分量 B_r 。速度为 V 的平行电子束进入透镜磁场时在 A 点处受到 B_r 分量的作用，由右手法则，电子所受的切向力 F_t 的方向如下图 (b)； F_t 使电子获得一个切向速度 V_t ， V_t 与 B_z 分量叉乘，形成了另一个向透镜主轴靠近的径向力 F_r ，使电子向主轴偏转。当电子穿过线圈到达 B 点位置时， B_r 的方向改变了 180° ， F_t 随之反向，但是只是减小而不改变方向，因此，穿过线圈的电子任然趋向于主轴方向靠近。结果电子作圆锥螺旋曲线近轴运动。当一束平行与主轴的入射电子束通过投射电镜时将会聚焦在轴线上一点，这就是电磁透镜电子波的聚焦对原理。（教材 135 页的图 9.1 a,b 图）

电磁透镜包括螺旋线圈，磁轭和极靴，使有效磁场能集中到沿轴几毫米的范围内，显著提高了其聚焦能力。

2、电磁透镜的像差是怎样产生的，如何来消除或减小像差？

解：电磁透镜的像差可以分为两类：几何像差和色差。几何像差是因为投射磁场几何形状上的缺陷造成的，色差是由于电子波的波长或能量发生一定幅度的改变而造成的。几何像差主要指球差和像散。球差是由于电磁透镜的中心区域和边缘区域对电子的折射能力不符合预定的规律造成的，像散是由透镜磁场的非旋转对称引起的。

消除或减小的方法：

球差：减小孔径半角或缩小焦距均可减小球差，尤其小孔径半角可使球差明显减小。

像散：引入一个强度和方向都可以调节的矫正磁场即消像散器予以补偿。

色差：采用稳定加速电压的方法有效地较小色差。

3、说明影响光学显微镜和电磁透镜分辨率的关键因素是什么？如何提高电磁透镜的分辨率？

解：光学显微镜的分辨本领取决于照明光源的波长。

电磁透镜的分辨率由衍射效应和球面像差来决定，球差是限制电磁透镜分辨本领的主要因素。

若只考虑衍射效应，在照明光源和介质一定的条件下，孔径角 α 越大，透镜的分辨本领越高。若同时考虑衍射和球差对分辨率的影响，关键在确定电磁透镜的最佳孔径半角，使衍射效应斑和球差散焦斑的尺寸大小相等。

4、电子波有何特征？与可见光有何异同？

解：电子波的波长较短，轴对称非均匀磁场能使电子波聚焦。其波长取决于电子运动的速度和质量，电子波的波长要比可见光小 5 个数量级。

5、电磁透镜景深和焦长主要受哪些因素影响？说明电磁透镜的景深长、焦长长，是什么因素影响的结果？

答：电磁透镜景深与分辨本领 Δr_0 、孔径半角 α 之间关系：
$$Df = \frac{2\Delta r_0}{\tan \alpha} \approx \frac{2\Delta r_0}{\alpha}$$
 表明孔径半角越小、景深越大。透镜集长 D_L 与分辨本领 Δr_0 ，像点所张孔径半角 β 的关系：
$$D_L = \frac{2\Delta r_0 M}{\tan \beta} \approx \frac{2\Delta r_0 M}{\beta}, \quad \beta = \alpha/M, \quad \therefore D_L = \frac{2\Delta r_0}{\alpha} M^2$$
，M 为透镜放大倍数。当电磁透镜放大倍数和分辨本领一定时，透镜焦长随孔径半角减小而增大。

6、透射电镜主要由几大系统构成？各系统之间关系如何？

解：透射电镜由电子光学系统、电源与控制系统及真空系统三部分组成。电子光学系统通常称镜筒，是透射电子显微镜的核心，它的光路原理与透射光学显微镜十分相似。它分为三部分，即照明系统、成像系统和观察记录系统。

7、照明系统的作用是什么？它应满足什么要求？

解：照明系统由电子枪、聚光镜和相应的平移对中、倾斜调节装置组成。其作用是提供一束高亮度、照明孔径角小、平行度好、束流稳定的照明源。为满足明场像和暗场像需要，照明束可在 $2^\circ \sim 3^\circ$ 范围内倾斜。

8、成像系统的主要构成及其特点是什么？

解：成像系统组要是由物镜、中间镜和投影镜组成。物镜是用来形成第一幅高分辨率电子显微镜图像或电子衍射花样。

1). 物镜是采用强激磁、短焦距的透镜 ($f=1\sim 3\text{mm}$)，它的放大倍数较高，一般为 100~300 倍。

2). 中间镜是一个弱激磁的长焦距变倍透镜，可在 0~20 倍范围调节。当放大倍数大于 1 时，用来进一步放大物像；当放大倍数小于 1 时，用来缩小物镜像。

3). 投影镜的作用是把中间镜放大（或缩小）的像（或电子衍射花样）进一步放大，并投影到荧光屏上，它和物镜一样，是一个短焦距的强激磁透镜。投影镜的激磁电流是固定的，因为成像电子束进入投影镜时孔径角很小，因此它的景深和焦长都非常大。

9、分别说明成像操作和衍射操作时各级透镜（像平面和物平面）之间的相对位置关系，并画出光路图。

解：如果把中间镜的物平面和物镜的像平面重合，则在荧光屏上得到一幅放大像，这是成像操作。

如果把中间镜的物平面和物镜的背焦面重合，则在荧光屏上得到一幅电子衍射花样，这是电子衍射操作。

图在课本 P₁₄₄

10、透射电镜中有哪些主要光阑，在什么位置？其作用如何？

解：在透射电镜中主要有三种光阑：聚光镜光阑、物镜光阑、选区光阑。

聚光镜光阑装在第二聚光镜的下方，其作用是限制照明孔径角。

物镜光阑安放在物镜的后焦面上，其作用是使物镜孔径角减小，能减小像差，得到质量较

高的显微图像；在后焦面上套取衍射束的斑点成暗场像。

选区光阑放在物镜的像平面位置，其作用时对样品进行微小区域分析，即选区衍射。

11、如何测定透射电镜的分辨率与放大倍数。电镜的哪些主要参数控制着分辨率与放大倍数？

解：点分辨率的测定：

将铂、铂-铱或铂-钨等金属或合金，用真空蒸发的方法可以得到粒度为 0.5-1nm、间距为 0.2-1nm 的粒子，将其均匀地分布在火棉胶（或碳）支持膜上，在高放大倍数下拍摄这些粒子的像。为了保证测定的可靠性，至少在同样条件下拍摄两张底片，然后经光学放大 5 倍左右，从照片上找出粒子间最小间距，除以总放大倍数，即为相应电子显微镜的点分辨率。

晶格分辨率的测定：

利用外延生长法制得的定向单晶薄膜作为标样，拍摄其晶格像。根据仪器分辨率的高低，选择晶面间距不同的样品作标样。

放大倍数的测定：

用衍射光栅复型作为标样，在一定条件下，拍摄标样的放大像。然后从底片上测量光栅条纹像的平均间距，与实际光栅条纹间距之比即为仪器相应条件下的放大倍数。

影响参数：样品的平面高度、加速电压、透镜电流

12、分析电子衍射与 x 射线衍射有何异同？

解：相同点：

- 1). 都是以满足布拉格方程作为产生衍射的必要条件。
- 2). 两种衍射技术所得到的衍射花样在几何特征上大致相似。

不同点：

- 1). 电子波的波长比 x 射线短的多。
- 2). 在进行电子衍射操作时采用薄晶样品，增加了倒易阵点和爱瓦尔德球相交截的机会，使衍射条件变宽。
- 3). 因为电子波的波长短，采用爱瓦尔德球图解时，反射球的半径很大，在衍射角 θ 较小的范围内反射球的球面可以近似地看成是一个平面，从而也可以认为电子衍射产生的衍射斑点大致分布在一个二维倒易截面内。
- 4). 原子对电子的散射能力远高于它对 x 射线的散射能力，故电子衍射束的强度较大，摄取衍射花样时曝光时间仅需数秒钟。

13、用爱瓦尔德图解法证明布拉格定律

解：在倒易空间中，画出衍射晶体的倒易点阵，以倒易原点 O^* 为端点做入射波的波矢量 $k(OO^*)$ ，该矢量平行于入射束的方向，长度等于波长的倒数，即 $k=1/\lambda$

以 O 为中心， $1/\lambda$ 为半径做一个球（爱瓦尔德球），根据倒易矢量的定义 $O^*G=g$ ，于是 $k'-k=g$ 。由 O 向 O^*G 作垂线，垂足为 D ，因为 g 平行于 (hkl) 晶面的法向 N_{hkl} ，所以 OD 就是正空间中 (hkl) 晶面的法线，若它与入射束方向夹角为斯塔，则

$O^*D=OO^*\sin(\text{斯塔})$ 即 $g/2=k\sin(\text{斯塔})$; $g=1/d$ $k=1/\lambda$ 所以 $2d\sin(\text{斯塔})=\lambda$ 图为 163 上的

14、何为零层倒易面和晶带定理？说明同一晶带中各晶面及其倒易矢量与晶带轴之间的关系。

解：由于晶体的倒易点阵是三维点阵，如果电子束沿晶带轴 $[uvw]$ 的反向入射时，通过原点 O 的倒易平面只有一个，我们把这个二维平面叫做零层倒易面。

因为零层倒易面上的倒易面上的各倒易矢量都和晶带轴 $r=[uvw]$ 垂直，故有 $g \cdot r=0$ 即 $hu+kv+lw=0$ 这就是晶带定理。 如图 12.5

15、说明多晶、单晶及非晶衍射花样的特征及形成原理。

解：多晶体的电子衍射花样是一系列不同半径的同心圆环

单晶衍射花样是由排列得十分整齐的许多斑点所组成的

非晶态物质的衍射花样只有一个漫散中心斑点

单晶花样是一个零层二维倒易截面，其倒易点规则排列，具有明显对称性，且处于二维网络的格点上。因此表达花样对称性的基本单元为平行四边形。单晶电子衍射花样就是 $(uvw)^*$ 。零层倒易截面的放大像。

多晶试样可以看成是由许多取向任意的小单晶组成的。故可设想让一个小单晶的倒易点阵绕原点旋转，同一反射面 hkl 的各等价倒易点（即 (hkl) 平面族中各平面）将分布在以 $1/d_{hkl}$ 为半径的球面上，而不同的反射面，其等价倒易点将分布在半径不同的同心球面上，这些球面与反射球面相截，得到一系列同心圆环，自反射球心向各圆环连线，投影到屏上，就是多晶电子衍射图。

非晶的衍射花样为一个圆斑

16、制备薄膜样品的基本要求是什么，具体工艺过程如何？双喷减薄与离子减薄各用于制备什么样品？

解：要求：

1).薄膜样品的组织结构必须和大块样品相同，在制备的过程中，这些组织结构不发生变化。

2).样品相对电子束而言必须有足够的“透明度”，因为只有样品能被电子束透过，才有可能进行观察分析。

3).薄膜样品应有一定的强度和刚度，在制备的、夹持和操作过程中，在一定的机械力作用下不会引起变形或损坏。4.在样品的制备过程中不允许表面产生氧化和腐蚀。氧化和腐蚀会是样品的透明度下降，并造成多种假象。

工艺过程：

1).从实物或大块试样上切割厚度为 $0.3\sim 0.5\text{mm}$ 厚的薄片。导电样品用电火花线切割法；对于陶瓷等不导电样品可用金刚石刃内圆切割机。

2).样品薄片的预先减薄。有两种方法：机械法和化学法。

3).最终减薄。金属试样用双喷电解抛光。对于不导电的陶瓷薄膜样品，可采用如下工艺。首先用金刚石刃内圆切割机切片，再进行机械研磨，最后采用离子减薄。

金属试样用双喷电解抛光。不导电的陶瓷薄膜样品离子减薄。

17. 什么是衍射衬度？它与质厚衬度有什么区别？

答：由于样品中不同位相的衍射条件不同而造成的衬度差别叫衍射衬度。

它与质厚衬度的区别：

(1)、质厚衬度是建立在原子对电子散射的理论基础上的，而衍射衬度则是利用电子通过不同位相晶粒是的衍射成像原理而获得的衬度，利用了布拉格衍射角。

(2) 质厚衬度利用样品薄膜厚度的差别和平均原子序数的差别来获得衬度，而衍射衬度则是利用不同晶粒的衍射相位不同来获得衬度。

(3) 质厚衬度应用于非晶体复型样品成像中，而衍射衬度则应用于晶体薄膜样品成像中。

18、画图说明衍射成像的原理并说明什么是明场像，暗场像与中心暗场像

答：190 页图 13.3

明场像：让透射束透过物镜光阑而把衍射束挡掉的图像。

暗场像：移动物镜光阑的位置，使其光阑孔套住 hkl 斑点把透射束挡掉得到的图像。

中心暗场像：当晶粒的 hkl 衍射束正好通过光阑孔而透射束被挡掉所得到的图像。

19. 电子束入射固体样品表面会激发哪些信号？它们有哪些特点和用途？

答：电子束入射固体样品表面会激发出背散射电子，二次电子，吸收电子，透射电子，特征X射线，俄歇电子六种。(1) 背散射电子是固体样品中的原子核反弹回来的部分入射电子，

它来自样品表层几百纳米的深度范围。由于它的产额能随样品原子序数增大而增大，所以不仅能用做形貌分析，而且可以用来显示原子序数的衬度，定性地用做成分分析。(2) 二次电子是在入射电子束作用下被轰击出来离开样品表面的核外电子。它来自表层 5~10nm 的深度范围内，它对样品表面形貌十分敏感，能用来非常有效的显示样品的表面形貌。(3) 吸收电子是非散射电子经多次弹性散射之后被样品吸收的部分，它能产生原子序数衬度，同样也可以用来进行定性的微区成分分析。(4) 透射电子是入射电子穿过薄样品的部分，它的信号由微区的厚度，成分和晶体结构来决定。可以利用特征能量损失电子配合电子能量分析器进行微区成分分析。(5) 特征 X 射线由样品原子内层电子被入射电子激发或电离而成，可以用来判定微区存在的元素。(6) 俄歇电子是由内层电子能级跃迁所释放的能量将空位层的外层电子发射出去而产生的，平均自由程很小，只有 1nm 左右，可以用做表面层成分分析。

20. 扫描电镜的分辨率受哪些因素影响，用不同的信号成像时，其分辨率有何不同？

答：电子束束斑大小，检测信号的类型，检测部位的原子序数是影响扫描电镜分辨率的三大因素。用不同信号成像，其分辨率相差较大，列表说明：

信号	二次电子	背散射电子	吸收电子	特征 X 射线	俄歇电子
分辨率 (nm)	5~10	50~200	100~1000	100~1000	5~10

21. 所谓扫描电镜的分辨率是指用何种信号成像时的分辨率？

答：二次电子。

22. 扫描电镜的成像原理与透射电镜有何不同？

答：两者完全不同。投射电镜用电磁透镜放大成像，而扫描电镜则是以类似电视机摄影显像的方式，利用细聚焦电子束在样品表面扫描时激发出的各种物理信号来调制而成。

23. 二次电子像和背散射电子像在显示表面形貌衬度时有何相同与不同之处？

答：相同处：均利用电子信号的强弱来行成形貌衬度

不同处：1、背散射电子是在一个较大的作用体积内被入射电子激发出来的，成像单元较大，因而分辨率较二次电子像低。

2、背散射电子能量较高，以直线逸出，因而样品背部的电子无法被检测到，成一片阴影，衬度较大，无法分析细节；利用二次电子作形貌分析时，可以利用在检测器收集光栅上加上正电压来吸收较低能量的二次电子，使样品背部及凹坑等处逸出的电子以弧线状运动轨迹被吸收，因而使图像层次增加，细节清晰。

24. 二次电子像景深很大，样品凹坑底部都能清楚地显示出来，从而使图像的立体感很强，其原因何在？

用二次电子信号作形貌分析时，在检测器收集栅上加以一定大小的正电压（一般为 250-500V），来吸引

能量较低的二次电子，使它们以弧线路径进入闪烁体，这样在样品表面某些背向检测器或凹坑等部位上逸出的二次电子也对成像有所贡献，图像景深增加，细节清楚。

25. 电子探针仪与扫描电镜有何异同？电子探针仪如何与扫描电镜和透射电镜配合进行组织结构与微区化学成分的同位分析？

相同点：

1 两者镜筒和样品室无本质区别。

2 都是利用电子束轰击固体样本产生的信号进行分析。

不同点：

1 电子探针检测的是特征 X 射线，扫描电镜可以检测多种信号，一般利用二次电子信号进行形貌分析。

2 电子探针得到的是元素分布的图像，用于成分分析；扫描电镜得到的是表面形貌的图像。电子探针用来成分分析，

透射电镜成像操作用来组织形貌分析，衍射操作用来晶体结构分析，

扫描电镜用来表面形貌分析。

26. 波谱仪和能谱仪各有什么缺点？

能谱仪：

1：能谱仪分辨率比波谱仪低，能谱仪给出的波峰比较宽，容易重叠。在一般情况下，Si (Li) 检测器的能量分辨率约为 160eV，而波谱仪的能量分辨率可达 5-10eV。

2：能谱仪中因 Si (Li) 检测器的铍窗口限制了超轻元素 X 射线的测量，因此它只能分析原子系数大于 11 的元素，而波谱仪可测定原子序数 4-92 之间所有的元素。

3：能谱仪的 Si (Li) 探头必须保持在低温状态，因此必须时时用液氮冷却。

波谱仪：

1：波谱仪由于通过分光体衍射，探测 X 射线效率低，因而灵敏度低。

2：波谱仪只能逐个测量每种元素的特征波长。

3：波谱仪结构复杂。

4：波谱仪对样品表面要求较高

27. 直进式波谱仪和回转式波谱仪各有什么优缺点？

答：直进式波谱仪优点是 X 射线照射分光晶体的方向是固定的，即出射角 ψ 保持不变，这样可以使 X 射线穿出样品表面过程中所走的路线相同，也就是吸收条件相同；回转式波谱仪结构比直进式波谱仪简单，但出射方向改变很大，在表面不平度较大的情况下，由于 X 射线在样品内行进路线不同，往往会因吸收条件变化而造成分析上的误差。

28. 要分析钢中碳化物成分和基体中碳含量，应该选用哪种电子探针仪？为什么？

分析钢中碳化物成分可用能谱仪；分析基体中碳含量可用波谱仪。

分析钢中碳化物的成分属于定性分析，用能谱仪灵敏度高且几分钟就可得到结果；分析基体中碳含量属于定量分析，波谱仪的能量分辨率达 5~10eV，而能谱仪能量分辨率约为 160eV 故用波谱仪分析较好。

29. 举例说明电子探针的三种工作方式(点、线、面)在显微成分分析中的应用

定点分析，如需分析 ZrO_2 (Y_2O_3) 陶瓷析出相与基体含量成分高低，用定点分析几分钟便可得到结果。

线分析，如需分析 BaF_2 晶界上元素的分布情况，只需进行线扫描分析即可方便知道其分布。

面分析，如需分析 Bi 元素在 $ZnO-Bi_2O_3$ 陶瓷烧结表面的面分布，只需将谱仪固定在接受其元素特征 X 射线信号的位置上，即可得到其面分布图像。