



材料分析测试方法 习题课

2011年6月2日

主要内容

- 关于考试
- 作业讲评
- 补充知识点
- 补充练习



关于考试

- 时间：2011年6月17日14: 00-16: 00
- 地点：南二402 南二403
- 考试形式：闭卷
- 考试题型：填空题、概念题、简答及证明题、应用及计算题

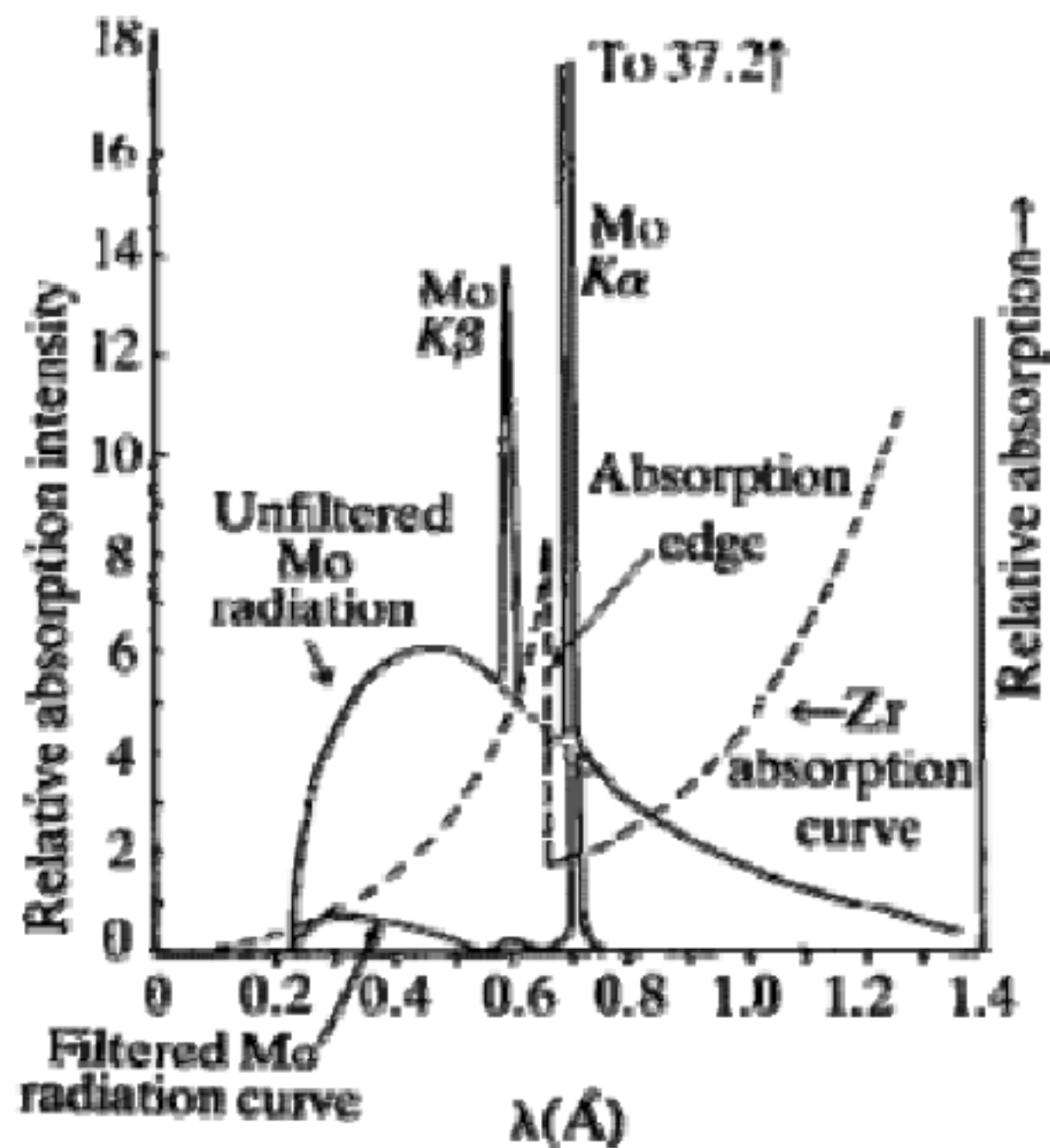
| 考试内容 | 比例/% |
|--------------|-----------|
| X射线分析 | 45 |
| 电子显微分析 | 33 |
| 热分析 | 11 |
| 光谱分析 | 11 |



最终成绩：平时（作业、提问、出勤）**15%**，期末考：**85%**

一、4、滤波片的作用是什么？应该怎样选择？

钼(Mo)靶,
锆(Zr)滤波片



一、4、滤波片的作用是什么？应该怎样选择？

■ 滤波片的作用：

吸收掉大部分的 K_{β} ，使 K_{β} 谱线及连续光谱的强度尽量减弱，获得白色X射线，提高分析精度。

■ 滤波片的选择：

- (1)厚度控制原则：太厚吸收太多，太薄作用不明显。一般使 K_{α} 与 K_{β} 的比为**600: 1**，此时 K_{α} 的强度将降低**30~50%**
- (2)它的吸收限位于辐射源的 K_{α} 和 K_{β} 之间，且尽量靠近 K_{α} 。强烈吸收 K_{β} ， K_{α} 吸收很小；
- (3)滤波片以将 K_{α} 强度降低一半最佳。 $Z_{\text{靶}} < 40$ 时 $Z_{\text{滤片}} = Z_{\text{靶}} - 1$ ； $Z_{\text{靶}} > 40$ 时 $Z_{\text{滤片}} = Z_{\text{靶}} - 2$ ；(Z表示原子序数)

例如，**Cu**靶一般选用**Ni**做滤波片，而**Mo**靶则选用**Zr**做滤波片。



二、9、对于晶粒直径分别为100，75，50，25nm的粉末衍射图形，请计算由于晶粒细化引起的衍射线宽化幅度（设 $\theta = 45^\circ$ ， $\lambda = 0.15\text{nm}$ ）。又对于晶粒直径为25nm的粉末，试计算 $\theta = 10^\circ$ 、 45° 、 80° 时的B值。

1 衍射线宽化的原因

用衍射仪测定衍射峰的宽化包括仪器宽化和试样本身引起的宽化。试样引起的宽化又包括晶块尺寸大小的影响、不均匀应变（微观应变）和堆积层错（在衍射峰的高角一侧引起长的尾巴）。后二个因素是由于试样晶体结构的不完整所造成的。

2 谢乐方程

若假设试样中没有晶体结构的不完整引起的宽化，则衍射线的宽化仅是由晶块尺寸造成的，而且晶块尺寸是均匀的，则可得到谢乐方程 (**Scherrer Equation**)：

$$D = K \lambda / B \cos \theta$$

式中，**K**为**Scherrer**常数，其值为**0.89**；**D**为晶粒尺寸（**nm**）；**B**为衍射峰半高宽度，在计算的过程中，需转化为弧度（**rad**）； θ 为衍射角； λ 为X射线波长。

$$\longrightarrow B = K \lambda / D \cos \theta$$

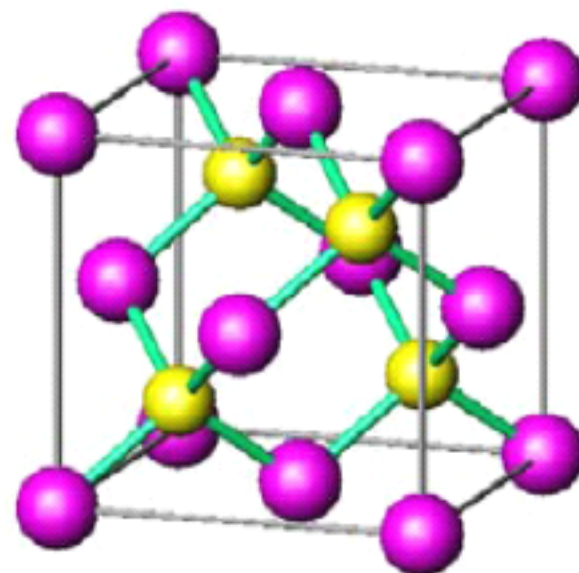


二、10、试计算出金刚石晶体的系统消光规律 (\mathbf{F}^2 表达式)。该晶体为立方晶，单胞中有8个C原子分别位于以下位置： 000 ， $1/2 \ 1/2 \ 0$ ， $1/2 \ 0 \ 1/2$ ， $0 \ 1/2 \ 1/2$ ， $1/4 \ 1/4 \ 1/4$ ， $3/4 \ 3/4 \ 1/4$ ， $3/4 \ 1/4 \ 3/4$ ， $1/4 \ 3/4 \ 3/4$ 。

$$F_{hkl} = \sum_j^N f_j e^{2\pi i(hu_j + kv_j + lw_j)} = f \left[1 + e^{i\pi \left(\frac{h+k+l}{2} \right)} \right] \left[1 + e^{i\pi(h+k)} + e^{i\pi(h+l)} + e^{i\pi(k+l)} \right]$$

$$e^{i\alpha} = \cos \alpha + i \sin \alpha = a + ib$$

$$e^{n\pi i} = e^{-n\pi i} = (-1)^n$$



当 $\mathbf{h,k,l}$ 部分为奇数，部分为偶数时， $\mathbf{F}_{hkl}=0$ ，系统消光；

当 $\mathbf{h,k,l}$ 全部为奇数时， $\mathbf{F}_{hkl}=4f(1\pm i)$ ， $|\mathbf{F}|=4f$ ，强度较弱；

当 $\mathbf{h,k,l}$ 为偶数且 $(\mathbf{h+k+l})/2$ 为偶数时， $\mathbf{F}_{hkl}=8f$ ， $|\mathbf{F}|=8f$ ，

强度较强；

当 $\mathbf{h,k,l}$ 为偶数且 $(\mathbf{h+k+l})/2$ 为奇数时， $\mathbf{F}_{hkl}=0$ ，系统消光。



三、1 用CuK α 射线以粉晶法测定下列物质,求最内层的三个德拜环的2 θ 角及所代表晶面的 hkl 值: (1)简单立方晶体($a = 3.00\text{\AA}$) (2)简单四方晶体($a = 2.00\text{\AA}$, $c = 3.00\text{\AA}$)

布拉格方程, $2d \sin \theta = n\lambda$ ($n = 1$); 对于CuK α 射线, $\lambda = 1.542\text{\AA}$

最内层的德拜环意味着最小的2 θ , 对应最大的 d

(1)简单立方晶体 $d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$ 可得 $\sin \theta = \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2a}$

最内层的三个德拜环所代表晶面为 (100)、(110)、(111)

(2)简单四方晶体 $d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + (\frac{a}{c})^2 l^2}}$ 可得 $\sin \theta = \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + (\frac{a}{c})^2 l^2}}{2a}$

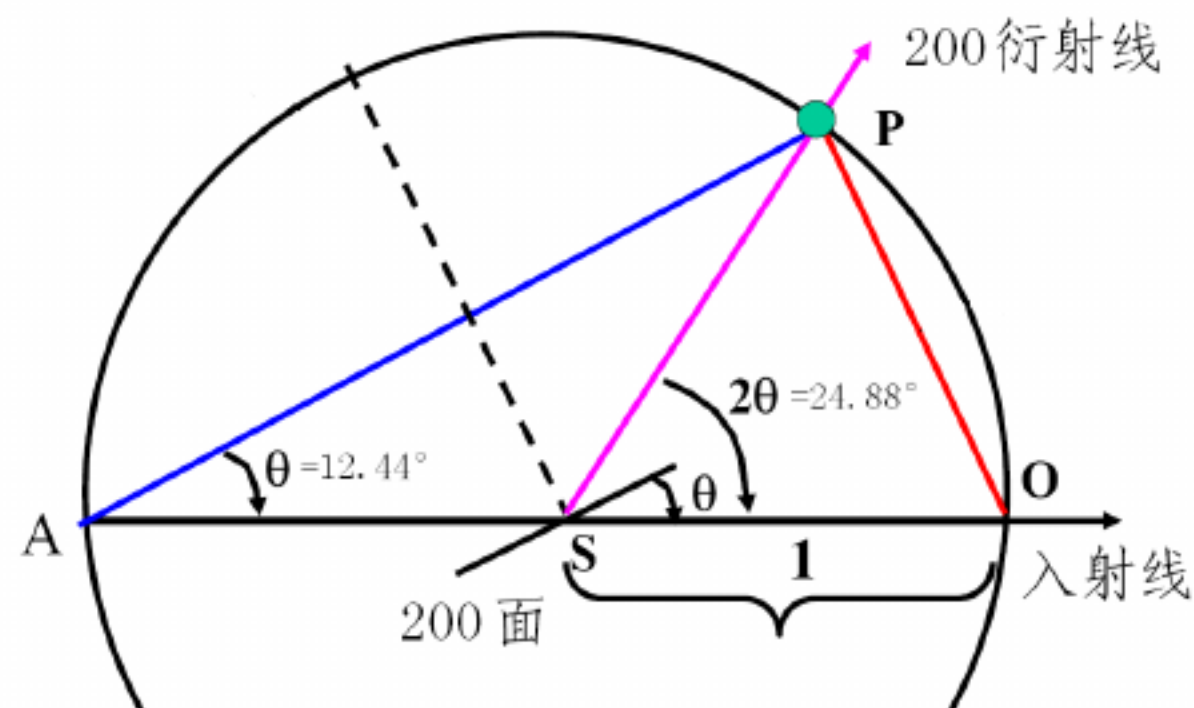
最内层的三个德拜环所代表晶面为 (001)、(100)、(011)



三、2、用 MoK_α 照射一简单立方粉末样品($a=3.30\text{\AA}$),用Ewald作图表示所发生的200衍射. $\text{MoK}_\alpha \quad \lambda=0.7107\text{\AA}$

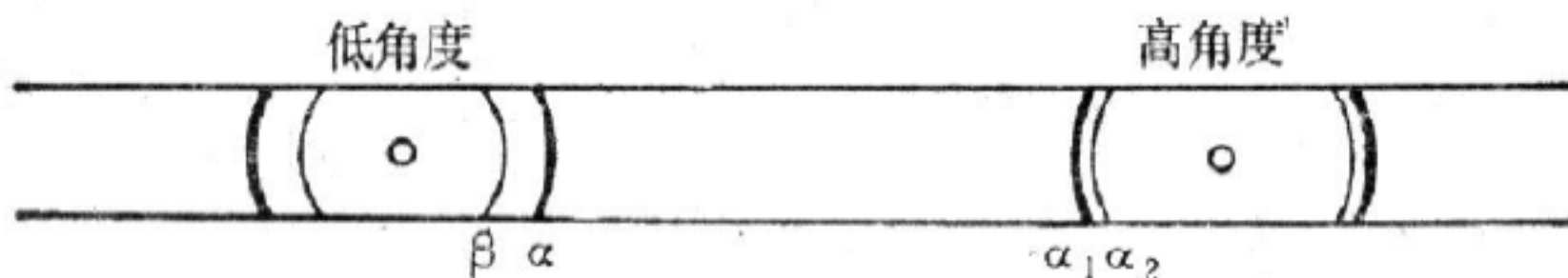
$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad 2d \sin \theta = n\lambda \quad (n=1)$$

$$\sin \theta = \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2a} = \frac{0.7107 \times \sqrt{2^2 + 0^2 + 0^2}}{2 \times 3.30} = 0.215$$



三、4、Debye图中在高、低角区出现双线的原因分别是什么？

布拉格方程 $2d\sin\theta = n\lambda$ $K_{\alpha 1}$ 、 $K_{\alpha 2}$ 和 K_{β} 的波长不同



三、5、试求直径为**57.3mm Debye**相机在 $\theta = 80^\circ$ 与 20° 时由 $K_{\alpha 1}$ 、 $K_{\alpha 2}$ 所引起的双线间距是多少。所用光源为**Cu**靶 ($\lambda_1 = 0.154050\text{nm}$; $\lambda_2 = 0.154434\text{nm}$; $\lambda = 0.154178\text{nm}$)。如所用光源为**Cr**靶,结果将如何?

直径为**57.3mm Debye**相机, **1mm**对应的 θ 角为 1°

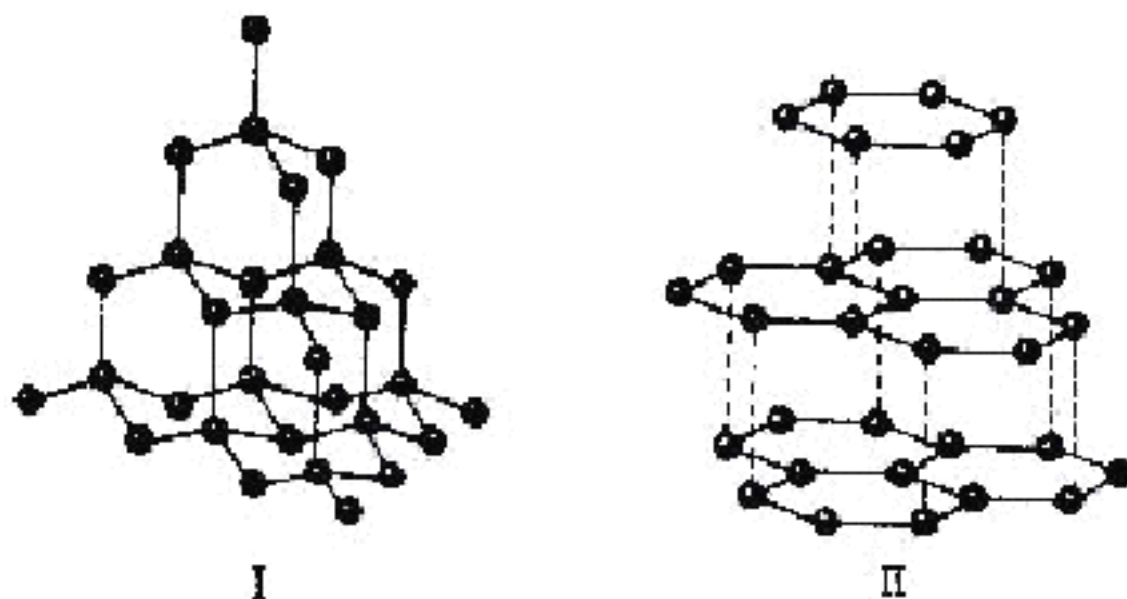
$$\frac{\lambda}{\sin\theta} = \frac{\lambda_1}{\sin\theta_1} = \frac{\lambda_2}{\sin\theta_2} \quad \Delta 2\theta = 2\theta_1 - 2\theta_2$$

三、6、试求直径为**57.3mm Debye**相机在 $\theta = 60^\circ$ 时由 $K_{\alpha 1}$ 、 $K_{\alpha 2}$ 所引起的双线间距是多少。所用光源为**Fe**靶 ($\lambda_1 = 0.193593\text{nm}$; $\lambda_2 = 0.193991\text{nm}$)

$$\lambda = \frac{2}{3}\lambda_1 + \frac{1}{3}\lambda_2$$

四、5、金钢石、石墨、碳制成的三个粉末样品，估计它们的衍射图谱各有什么特点？

- 由于金刚石属于立方晶系的四面体结构，石墨属于六方晶系的多层结构，在X射线衍射图谱中，两者都有尖锐的峰。而碳由于是无定形结构，属于非晶体，其X射线衍射图谱没有峰。



在金刚石（I）和石墨（II）的晶体里碳原子排列的情况



四、7、某立方晶体衍射图中，从低角到高角有8条衍射峰，其 2θ 依次为
38.56/55.71/69.82/82.73/95.26/107.94/121.90/138.31°，能否判断该样品的点阵类型？

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

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

$$\text{令 } m = h^2 + k^2 + l^2$$

8条衍射峰的 $\sin^2 \theta$ 比值为**1:2:3:4:5:6: 7:8**

即**m**比值为**1:2:3:4:5:6: 7:8**

→ $\sin \theta = \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2a}$

体心立方
(bcc)



| 衍射线 顺序号 | 简单立方 | | | 体心立方 | | | 面心立方 | | | 金刚石立方 | | |
|------------|----------|----|-----------|----------|----|-----------|----------|----|-----------|----------|----|-----------|
| | HKL | m | m_i/m_1 | HKL | m | m_i/m_1 | HKL | m | m_i/m_1 | HKL | m | m_i/m_1 |
| 1 | 100 | 1 | 1 | 110 | 2 | 1 | 111 | 3 | 1 | 111 | 3 | 1 |
| 2 | 110 | 2 | 2 | 200 | 4 | 2 | 200 | 4 | 1.33 | 220 | 8 | 2.66 |
| 3 | 111 | 3 | 3 | 211 | 6 | 3 | 220 | 8 | 2.66 | 311 | 11 | 3.67 |
| 4 | 200 | 4 | 4 | 220 | 8 | 4 | 311 | 11 | 3.67 | 400 | 16 | 5.33 |
| 5 | 210 | 5 | 5 | 310 | 10 | 5 | 222 | 12 | 4 | 331 | 19 | 6.33 |
| 6 | 211 | 6 | 6 | 222 | 12 | 6 | 400 | 16 | 5.33 | 422 | 24 | 8 |
| 7 | 220 | 8 | 8 | 321 | 14 | 7 | 331 | 19 | 6.33 | 333, 511 | 27 | 9 |
| 8 | 300, 221 | 9 | 9 | 400 | 16 | 8 | 420 | 20 | 6.67 | 440 | 32 | 10.67 |
| 9 | 310 | 10 | 10 | 411, 330 | 18 | 9 | 422 | 24 | 8 | 531 | 35 | 11.67 |
| 10 | 311 | 11 | 11 | 420 | 20 | 10 | 333, 511 | 27 | 9 | 620 | 40 | 13.33 |

五、2、用 Fe_2O_3 作为内标物质测定其本身与其它化合物组成矿石中 Fe 的含量。矿石中 Fe 的 K_α 谱线的强度测量为1min计数9000脉冲（背底1200脉冲）；当97g矿石中加入3g Fe_2O_3 后 Fe 的 K_α 为1min28800脉冲（背底为1800脉冲）。求矿石中 Fe 的含量。

假定矿石中的 Fe 是以 Fe_2O_3 的形式存在。 $K_s^j = 1$

根据公式：
$$\frac{I_j}{I_s} = K_s^j \cdot \frac{(1 - \omega_s)}{\omega_s} \omega_j$$

得：
$$\omega_j = \frac{\omega_s}{(1 - \omega_s)} \cdot \frac{I_j}{I_s}$$

$$\omega_s = \frac{3}{97 + 3} \times 100\% = 3\%$$

$$I_s = (28800 - 1800) - (9000 - 1200) = 19200(\text{CPS})$$

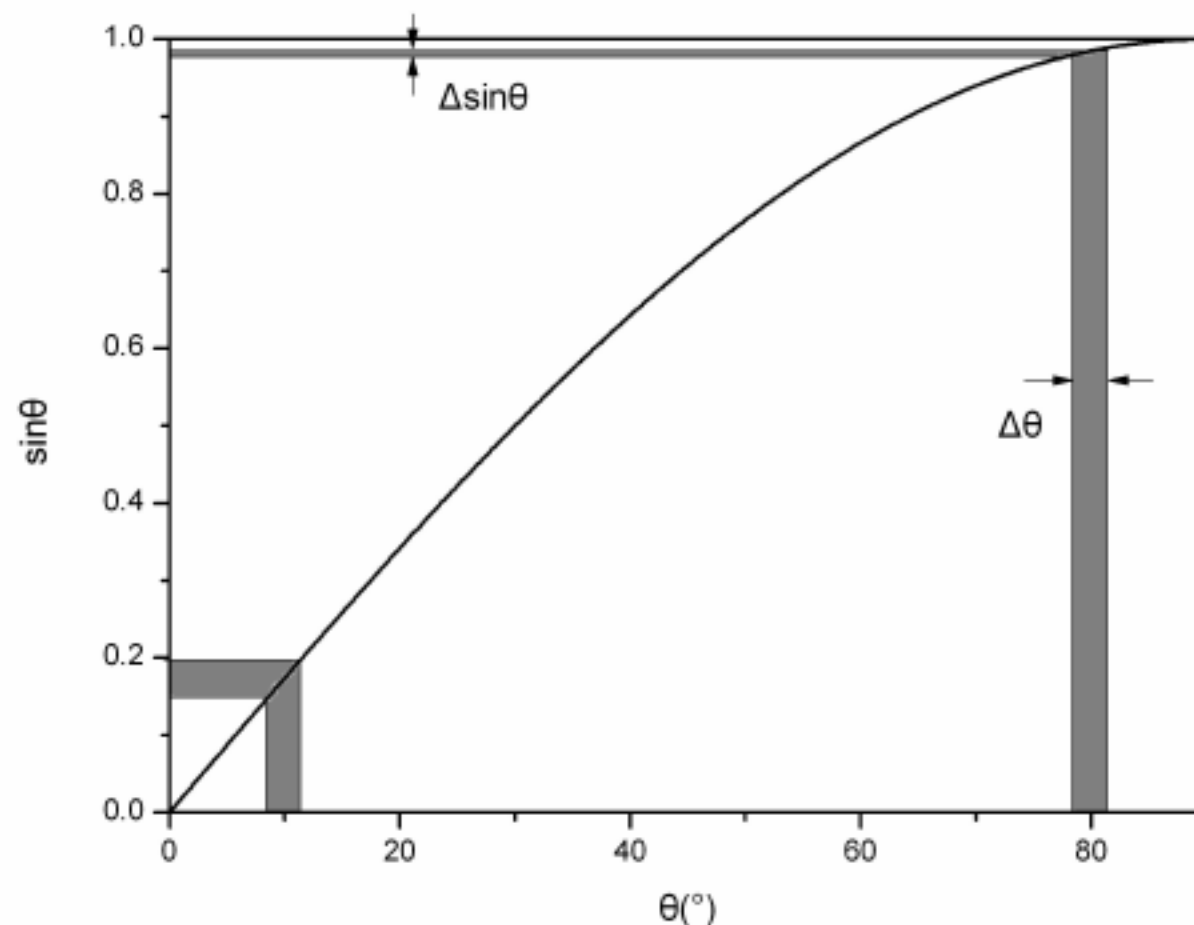
$$I_j = 9000 - 1200 = 7800(\text{CPS})$$

$$\omega_j = \frac{\omega_s}{(1 - \omega_s)} \cdot \frac{I_j}{I_s} = \frac{0.03}{(1 - 0.03)} \cdot \frac{7800}{19200} = 1.26\%$$



六、1、精确测定点阵常数为什么要选择高角度衍射线条？

6、用数学（微分）的方法推导当衍射角接近90度时，测得晶格常数的误差最小。



布拉格方程 $2d \sin \theta = n \lambda$

微分得 $\Delta \lambda = 2 \sin \theta \Delta d + 2 d \cos \theta \Delta \theta$

即 $\Delta d/d = \Delta \lambda / \lambda - \cot \theta \Delta \theta$

如果不考虑波长 λ 的误差， 则 $\Delta d/d = -\cot \theta \Delta \theta$



六、3、测得铝在298℃不同衍射半角 (θ) 对应的晶面分别为: **55.486-(331); 57.714-(420); 67.763-(422); 78.963-(333)**。试用外推法求其点阵常数 (作图)

解: 用外推法 a 对 $\cos^2 \theta$ 作图时, 要求全部衍射线条的 $\theta > 60^\circ$, 而且至少有一根线其 θ 在 80° 以上。由于题中所给的数据不满足上述条件, 因而不作 $a-\cos^2 \theta$ 图。

当 $\theta > 60^\circ$ 区的衍射线很少时, 可采用纳尔逊 (Nelson.J.B.) 函数:

$$f(\theta) = \frac{1}{2} \left(\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right) \quad \theta \text{ 采用弧度制}$$

它的线性区较大, $\theta > 30^\circ$ 即可以用。因此作 $a-f(\theta)$ 图。

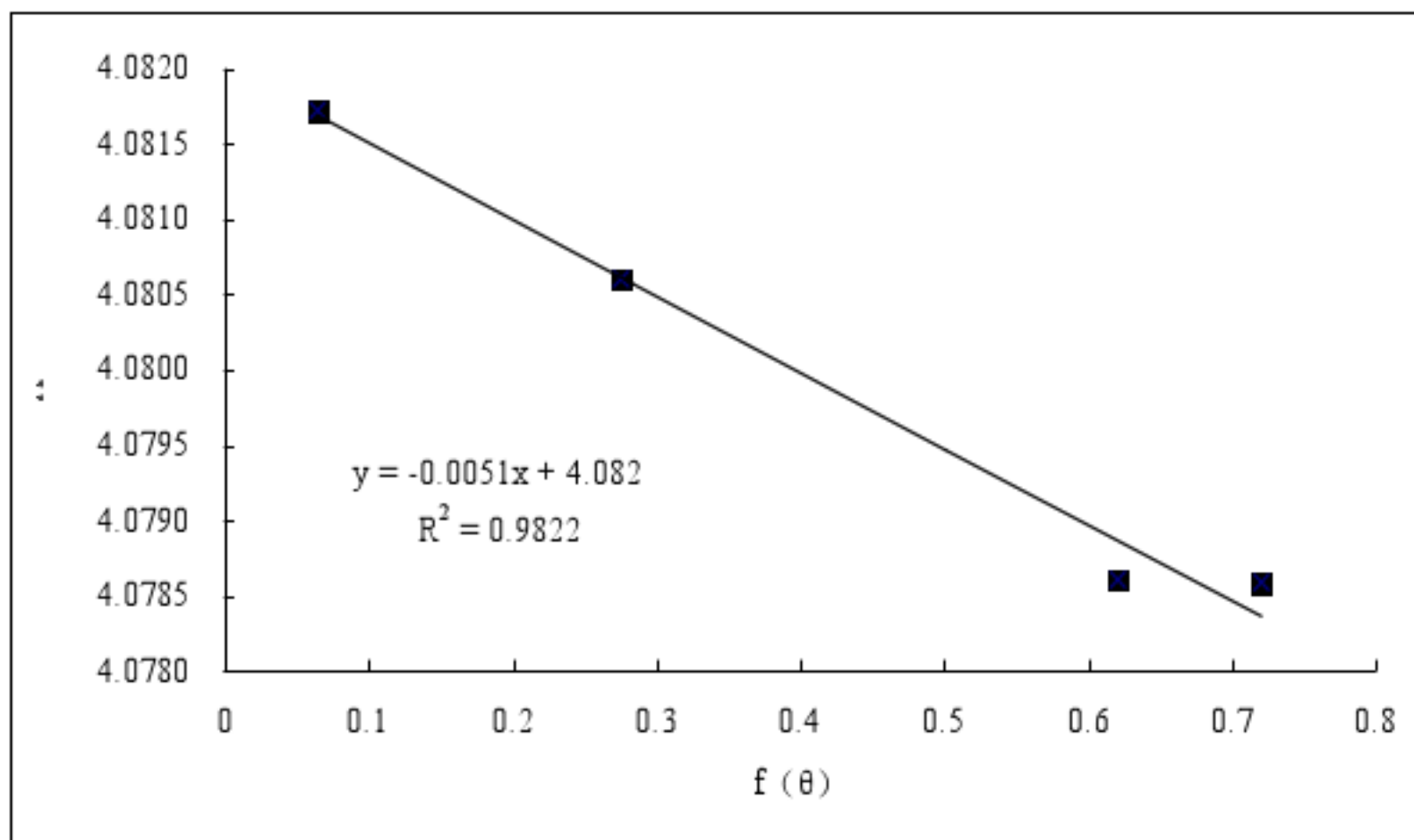
$$\text{由 } 2d \sin \theta = n\lambda \quad (n=1) \quad d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad \text{可得:} \quad a = \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2 \sin \theta}$$

通常采用铜靶, $\lambda = 1.542\text{\AA}$



六、3、测得铝在298℃不同衍射半角 (θ) 对应的晶面分别为: **55.486-(331)**; **57.714-(420)**; **67.763-(422)**; **78.963-(333)**。试用外推法求其点阵常数 (作图)

作 $a-f(\theta)$ 图如下:



由图可以得出, 铝的点阵常数为**4.082 Å**

八、4、某立方晶体的电子衍射花样是一系列同心圆，测得其直径分别为**13.24, 15.28, 21.64, 25.39, 26.42, 30.55, 33.35mm**。已知电镜的有效相机常数 **$K=1.48\text{mm}\cdot\text{nm}$** ，问该样品的晶体点阵常数为多少？

电子衍射的相机常数 **$K=L\lambda=Rd$** **$D=2R$** $d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$

→ $h^2 + k^2 + l^2 = \frac{a^2 R^2}{K^2} = \frac{a^2 D^2}{4K^2}$

→ $h^2 + k^2 + l^2$ 与 **D^2** 成正比

3:4:8:11:12:16:19

面心立方

$h_1^2 + k_1^2 + l_1^2 = 3$, 对应晶面为 **(111)**。

$$a = d\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} = \frac{2K}{D}\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} = \frac{2 \times 1.48}{13.24}\sqrt{1^2 + 1^2 + 1^2} \text{ nm} = 0.3872 \text{ nm}$$

八、5、用作标样金 (**Au**) 的电子衍射花样是一系列同心圆，靠近圆心的圆的直径分别为**13.24, 15.29, 21.62, 25.35mm**。已知金的点阵常数 **$a=0.4078\text{nm}$** 。问该电镜的有效相机常数为多少？

$$K = Rd = \frac{D}{2} \times \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$



十一、1、影响TG曲线的因素？

1、仪器因素

- (1)浮力和对流
- (2)挥发物的再凝聚
- (3)坩埚与试样的反应及坩埚的几何特性

2、实验条件

- (1)升温速率
- (2)气氛的种类和流量

3、试样影响

- (1)试样自身的结构缺陷情况、表面性质
- (2)试样用量
- (3)试样粒度



十一、2、试推导热重仪器中试样表观增重与气体密度的关系。 根据所推导的表观增重公式说明影响表观增重的因素。

答：试样的表观增重是指由于温度升高导致浮力下降，而造成的试样增重。

受热过程由于空气密度的改变，使试样的浮力改变，从而使天平的读数有所改变（一般低温时气体密度大，高温时气体密度小）

表观增重（ ΔW ）：

$$\Delta W = W_T - W_0$$

W_T ——对应于 T 温度下的重量；

W_0 ——对应于 T_0 温度下的重量；

$$\Delta W = Vg (\rho_0 - \rho) = Vg \rho_0 (1 - T_0/T)$$

V ——受浮力作用的（在加热区）试样盘和支撑杆的体积；

ρ_0 ——试样周围气体在 T_0 时的密度；

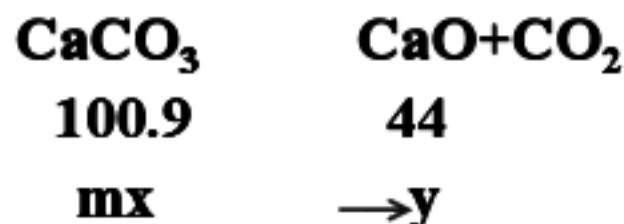
T ——测试时某时刻的温度（K）。

影响表观增重的因素： V 、 ρ_0 、 T 。



十一、3、有一石灰石矿，其粉料的**TG-DSC**联合分析图上可见一吸热谷，其**T_{onset}**为**880℃**，所对应的面积为**360×4.184J/g**，对应的**TG**曲线上失重为**39.6%**，计算：①该矿物的碳酸钙含量？（碳酸钙分子量为**100.9**）②碳酸钙的分解温度？③单位质量碳酸钙分解时需吸收的热量？

解：①设：石灰石粉料的质量为**m**克，碳酸钙的百分比含量为**x**，**CO₂**气体的质量为**y**克，则**CaCO₃**的质量为**mx**。



$$\frac{100}{mx} = \frac{44}{y} \quad \text{而} \quad \frac{y}{m} = 39.6\%$$

∴该矿物的碳酸钙含量为**90%** ∴ $x = 90\%$

②碳酸钙的分解温度的起始温度**T_{onset}**为**880℃**。

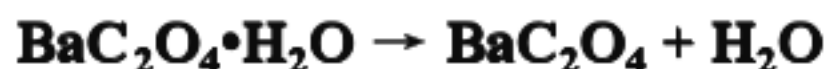
③单位质量碳酸钙分解时需吸收的热量为

$$\frac{360 \times 4.184}{0.9} \text{ J/g} = 1.6736 \text{ KJ/g}$$



十一、4、将**0.6025g**试样溶解，并将其中的**Ca²⁺**和**Ba²⁺**沉淀为草酸盐。随后将草酸盐置于热天平中加热、分析。在**320~400℃**称得质量为**0.5713g**，在**580~620℃**称得质量为**0.4673g**。计算试样中**Ca**和**Ba**的质量分数。

解：草酸钙、草酸钡加热反应过程：



∴ **320~400℃**时，物质为**CaC₂O₄**和**BaC₂O₄**

580~620℃时，物质为**CaCO₃**和**BaCO₃**

设**Ca**有**xmol**，**Ba**有**ymol**

$$\text{则 } \begin{cases} 128x + 225y = 0.5713 \\ 100x + 197y = 0.4673 \end{cases}$$

$$\Rightarrow \begin{cases} x = 2.73 \times 10^{-3} \text{mol} \\ y = 9.88 \times 10^{-4} \text{mol} \end{cases}$$

$$\therefore m_{\text{Ca}} = 40x = 0.109\text{g}$$

$$m_{\text{Ba}} = 137y = 0.135\text{g}$$

$$w_{\text{Ca}} = \frac{0.109\text{g}}{0.6025\text{g}} \times 100\% = 18.1\%$$

$$w_{\text{Ba}} = \frac{0.135\text{g}}{0.6025\text{g}} \times 100\% = 22.4\%$$

十二、1、在有机化合物的鉴定和结构判断上，紫外-可见吸收光谱有什么特点？

答：紫外吸收光谱提供的信息基本上是关于分子中**生色团**和**助色团**的信息，而不能提供整个分子的信息，即紫外光谱可以提供一些**官能团**的重要信息，所以只凭紫外光谱数据尚**不能完全确定物质的分子结构**，还必须与其它方法配合起来。



十二、2、取钢样**1.00g**，溶解于酸中，将其中锰氧化成高锰酸盐，准确配制成**250mL**，测得其吸光度为 **$1.00 \times 10^{-3} \text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{KMnO}_4$** 溶液吸光度的**1.5倍**。计算钢中锰的百分含量。

解：锰的摩尔质量为 **54.94g/mol**

根据朗伯-比尔定律 $A = \lg \frac{I_0}{I} = \varepsilon l c$ 可知，**浓度与吸光度成正比**。

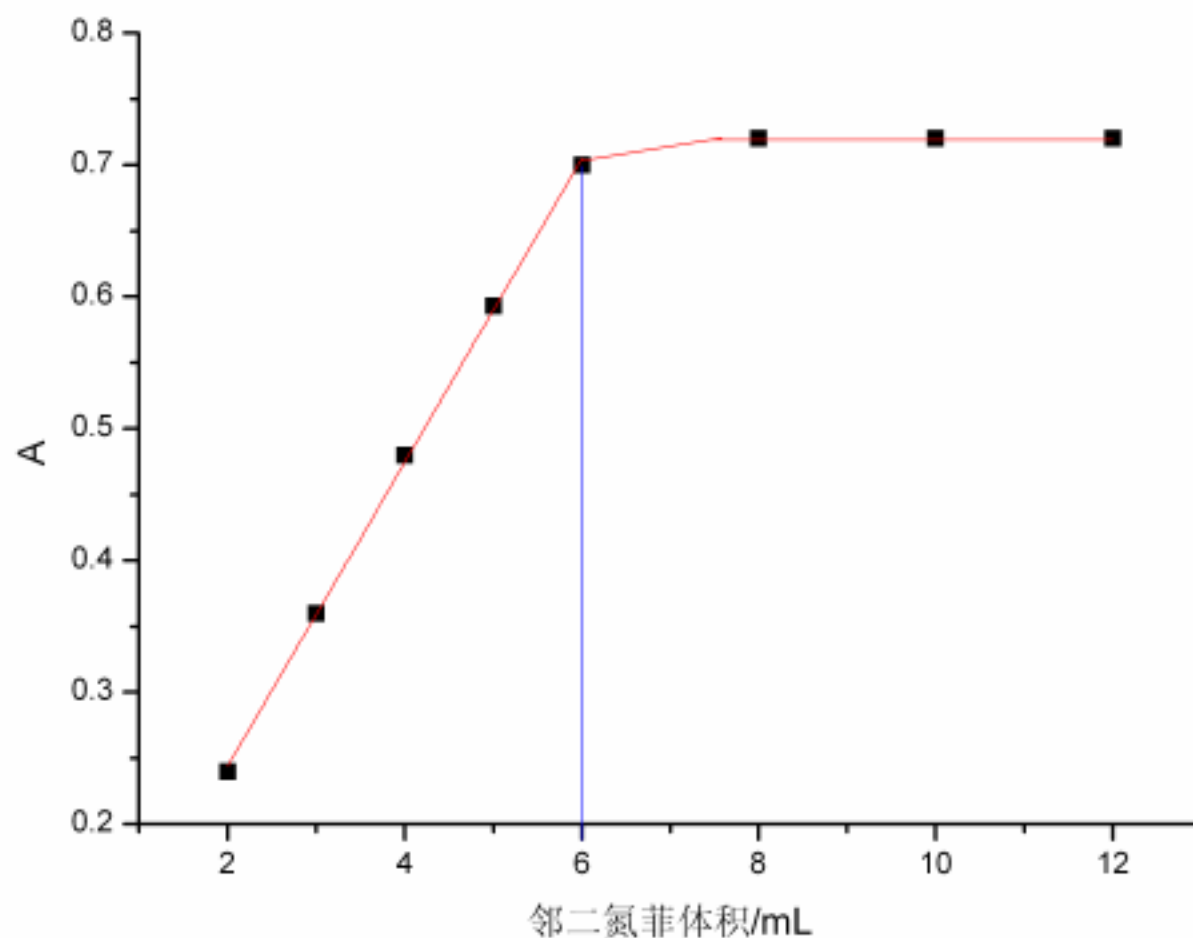
所以试样中 **KMnO_4** 溶液的浓度为 **$1.00 \times 10^{-3} \times 1.5 \text{mol/L} = 1.5 \times 10^{-3} \text{mol/L}$**

$$\begin{aligned} w_{\text{Mn}} &= \frac{m_{\text{Mn}}}{m_{\text{钢样}}} \times 100\% = \frac{c_{\text{Mn}} V_{\text{Mn}} M_{\text{Mn}}}{m_{\text{钢样}}} \times 100\% \\ &= \frac{1.5 \times 10^{-3} \text{mol/L} \times 250 \text{mL} \times 10^{-3} \text{L/mL} \times 54.94 \text{g/mol}}{1.00 \text{g}} \times 100\% = 2.06\% \end{aligned}$$



十三、3、配制一系列溶液，其中 Fe^{2+} 相同（各加入 $7.12 \times 10^{-4} \text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Fe}^{2+}$ 溶液 2.00mL ），分别加入不同体积的 $7.12 \times 10^{-4} \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的邻二氮菲溶液，稀释至 25mL 后用 1cm 比色皿在 510nm 处测得吸光度如下：求配合物的组成。

| 邻二氮菲体积/mL | 2.00 | 3.00 | 4.00 | 5.00 | 6.00 | 8.00 | 10.00 | 12.00 |
|-----------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| A | 0.240 | 0.360 | 0.480 | 0.593 | 0.700 | 0.720 | 0.720 | 0.720 |



十二、4、异亚丙基丙酮有两种异构体的存在（**A**和**B**如下图）：其中之一最大吸收在**236nm**处，其 $\epsilon=12000$ ，而另一个在大于**200nm**处没有强吸收，请鉴定两种异构体。

答：**A**为 α 、 β -不饱和酮，该分子中存在两个双键的 π π 共轭体系，吸收峰波长较长。因此最大吸收在**236nm**处，其 $\epsilon=12000$ 的为**A**异构体。

在大于**200nm**处没有强吸收，说明分子中无**K**吸收带，故为**B**异构体。



补充知识点

■ 紫外可见吸收光谱的应用——定量分析

■ 紫外可见分光光度法

原理：朗伯——比尔定律

$$A = \lg \frac{I_0}{I} = \varepsilon lc$$

其中 I_0 — 入射光强度

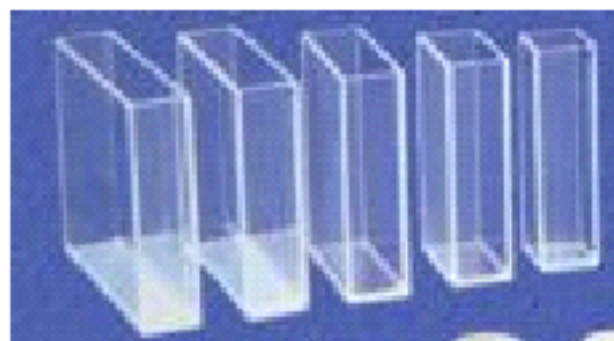
I — 透射光强度

ε — 摩尔吸收系数

l — 试样的光程长，即比色皿的厚度

c — 溶质浓度

■ 用分光光度法测定被测组分常用工作曲线法，又称标准曲线法。

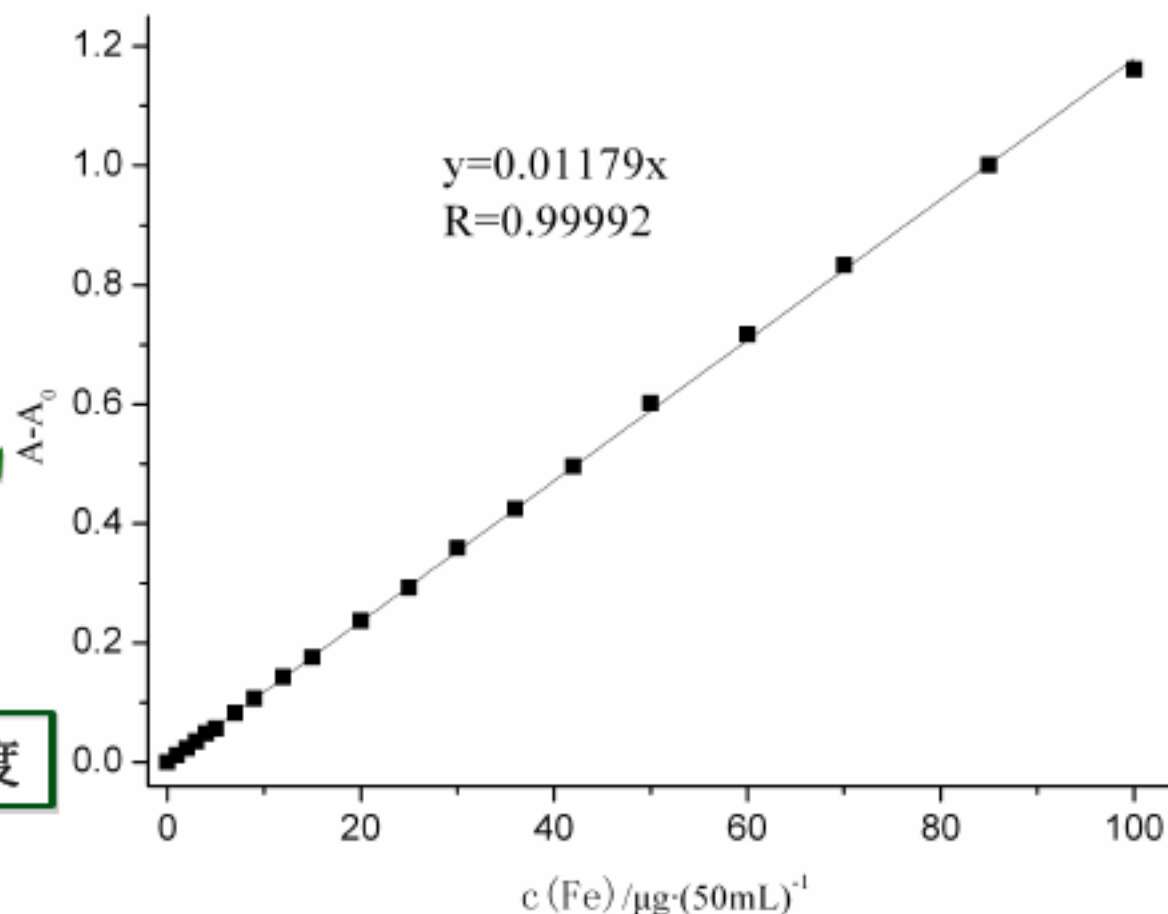


紫外可见分光光度法

■ 标准曲线法

- 首先配制一系列不同质量浓度被测元素的标准溶液，显色后于一定波长（通常是最大吸收处波长）处测量吸光度，然后以标准溶液质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标作图，得到一条过原点的直线，即工作曲线。
- 待分析样品经化学处理，与标准溶液同条件下显色并测其吸光度。由工作曲线上查得该溶液中被测元素的质量浓度，从而计算样品中被测组分的质量分数。

吸光度为扣空白的吸光度



铁标准曲线

例：多晶硅中铁含量的测定

■ 硅试液的配制：

用氢氟酸和硝酸使硅溶解，高氯酸冒烟驱除硅，氟等物质，残渣用盐酸溶解。

■ 分光光度法测定铁含量：

用盐酸羟胺将 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} 。在 $\text{pH}=3\sim 5$ 的微酸性溶液中， Fe^{2+} 与1,10-二氮杂菲生成橙红色络合物。于分光光度计波长510nm处测量其吸光度。

■ 铁含量的计算：

$$w(\text{Fe}) = \frac{(A - A_0) \times V \times 10^{-6}}{k \times m \times V_1} \times 100\%$$

式中 **A**——样液吸光度；

V——样液总体积，**mL**；

k——铁标准工作曲线斜率， μg^{-1} ；

A₀——空白吸光度；

V₁——移取样液体积，**mL**；

m——多晶硅的质量，**g**；



补充练习

- (1) 材料的三要素是_____, _____和_____。
- (2) X射线本质上是一种____。产生的主要原因是_____。
- (3) X射线滤波片的作用是使 K_β 谱线及连续光谱的强度____以提高分析精度, 一般使 K_α 与 K_β 的比为600: 1时, K_α 的强度将降低_____。
- (4) 常见的晶体结构有____。对立方晶系, 求面间距公式为_____。
- (5) X射线衍射分析晶体结构时, 晶胞的大小与形状由_____决定; 而原子的种类和在晶胞中的位置由_____决定。
- (6) 影响衍射峰形状的主要实验参数有____、____、_____。
- (7) 扫描电镜利用样品产生的_____进行形貌和组织观察; 而透射电镜可利用_____进行组织观察和_____进行结构分析。
- (8) 当透射电镜的中间镜物平面与物镜的_____重合时, 得到放大的像(成像操作), 而中间镜物平面与物镜的_____重合时, 得到的是电子衍射花样(衍射操作)。
- (9) 本课程中表面成分分析的仪器有____, 微区成分分析的仪器有_____。
- (10) 倒点阵基矢_____正点阵中与本身异名的两基矢所形成的平面, 倒易矢量的长度等于正点阵晶面间距的_____。



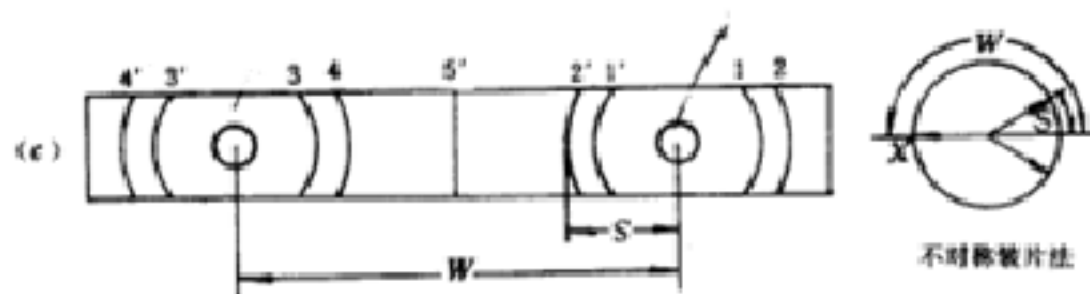
补充练习

- (11) 多晶体的电子衍射花样是_____, 单晶体的衍射花样是_____, 而非晶态物质只有一个漫射的_____。
- (12) 可见光的波长为**400nm**, 作为光学显微镜的光源, 则其极限分辨率为____; 而用加速电压为**100KV** (孔径半角为 **10^{-2}rad**) 的电磁透镜的分辨率为_____。
- (13) 已知 **$(h_1k_1l_1)$** 和 **$(h_2k_2l_2)$** 同属于 **$[uvw]$** 晶带轴, 则 **$u=$** ____, **$v=$** ____, **$w=$** ____; 已知某晶面同属于 **$[111]$** 和 **$[101]$** 两个晶带轴, 则此晶面指数为_____。
- (14) 多晶体的衍射方法主要有_____; 单晶体的衍射方法主要有_____。
- (15) 入射电子与原子核外电子碰撞, 将核外电子激发到空能级或使其逸出试样表面形成的电子 (低于**50eV**) 称为_____。它主要包含材料的_____衬度信息, 是_____电子显微镜的工作依据。
- (16) 衍射仪的测量参数包括_____。
- (17) 解决衍射仪几何聚焦的两种措施是_____。
- (18) 立方晶系多晶体进行德拜衍射时, 发现前四道衍射弧对为**(111)** **(200)** **(220)** **(311)**, 则此晶体结构为_____。
- (19) 人眼的分辨率约为____, 光学显微镜的分辨率可达到____, **SEM**的分辨率可达到____, **TEM**的分辨率可达到_____。
- (20) 通过本课程的学习可知, 观察样品的显微组织及形貌可用的仪器有_____, 分析晶体学结构可用的仪器有_____, 分析其化学成分可用的仪器有_____。



补充练习

- 1、测定某混合物中Al的含量，以 Al_2O_3 作为内标物质。X射线分析表明，混合物中Al的 K_α 谱线强度为9200 CPS/min，背底高度为1400 CPS/min；在120克混合物中加入5克 Al_2O_3 后，相应的 K_α 谱线强度为24800 CPS/min，背底强度为2000CPS/min。试求混合物中Al的含量。
- 2、用TEM分析金薄膜得到一系列同心圆，其直径分别为12.56、14.54、20.58、24.10、25.14mm。已知金的点阵常数 $a=0.4087\text{nm}$ 。问该电镜的有效相机常数等于多少？
- 3、在制备透射电镜的块体薄膜样品时，对不同材料如何减薄？
- 4、试讨论NaCl的(220)、(111)、(331)、(110)、(112)晶面对衍射束强度的影响。
- 5、请区别电磁透镜的景深与焦长。
- 6、比较X射线衍射和电子衍射在物相结构分析上的异同点。
- 7、能量为100KeV的电子束通过多晶薄铝片形成电子衍射，已知铝的点阵常数 $a=0.405\text{nm}$ ，问最低角衍射束的衍射角 2θ 等于多少度？（提示：最低衍射束为(111)的反射，其中常数 $m_e=9.11\times 10^{-31}\text{kg}$ ， $e=1.6\times 10^{-19}\text{C}$ ， $h=6.626\times 10^{-34}\text{J.s}$ ）
- 8、如图为德拜（Debye）相机进行晶体分析时底片的不对称装片法，以两孔为分界线用箭头标明 2θ 增大方向。



不对称装片法

作业未交的同学——统一于6月16日下午交到科学楼418

| 学号 | 平时作业 | | | | | | | | | | | | |
|----------------|------|---|---|---|---|---|---|---|---|----|----|----|----|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 |
| 10420078102398 | | | | • | | | | | | | | | |
| 30320078100099 | | | | | | • | | • | | • | • | • | |
| 30320078100102 | • | | • | • | • | • | • | • | • | • | • | • | |
| 30320082200010 | | | | • | | | | | | | | | |
| 30320082200022 | | | | | • | | • | • | • | • | • | • | |
| 30320082200025 | | | | | | | | • | | | | | |
| 30320082200028 | | | • | | | | | | | | | | |
| 30320082200030 | | • | • | • | | | • | | | | • | | |
| 30320082200046 | | | | | | | | • | | | | | |
| 30320082200049 | | | | | | | | | | • | | | |
| 30320082200061 | | | | | | | | | • | | | | |
| 30320082200069 | | | | | | | | | • | | | | |
| 30320082200079 | | | | | | | | • | | | | | |
| 30320082200080 | | • | | | | | | | | | | | |
| 30320082200084 | | | • | | | | | • | | | • | | |
| 30320082200096 | | | | • | | | | | | | | | |
| 30320082200098 | | | | | | | | | • | | | • | |
| 30320082204728 | | | | | | | • | | | | • | | |



祝大家考试顺利

