

第 1 章

1、材料是如何分类的？材料的结构层次有哪些？

答：材料按化学组成和结构分为：金属材料、无机非金属材料、高分子材料、复合材料；
按性能特征分为：结构材料、功能材料；
按用途分为：建筑材料、航空材料、电子材料、半导体材料、生物材料、医用材料。
材料的结构层次有：微观结构、亚微观结构、显微结构、宏观结构。

2、材料研究的主要任务和对象是什么，有哪些相应的研究方法？

答：任务：材料研究应着重于探索制备过程前后和使用过程中的物质变化规律，也就是在此基础上探明材料的组成(结构)、合成(工艺过程)、性能和效能及其之间的相互关系，或者说找出经一定工艺流程获得的材料的组成(结构)对于材料性能与用途的影响规律，以达到对材料优化设计的目的，从而将经验性工艺逐步纳入材料科学与工程轨道。
研究对象和相应方法见书第三页表格。

3、材料研究方法是如何分类的？如何理解现代研究方法的重要性？

答：按研究仪器测试的信息形式分为图像分析法和非图像分析法；按工作原理，前者为显微术，后者为衍射法和成分谱分析。

第 2 章

1、简述现代材料研究的主 X 射线实验方法在材料研究中有那些主要应用？

答：现代材料研究的主 X 射线实验方法在材料研究中主要有以下几种应用：
(1) X 射线物相定性分析：用于确定物质中的物相组成
(2) X 射线物相定量分析：用于测定某物相在物质中的含量
(3) X 射线晶体结构分析：用于推断测定晶体的结构

2、试推导 Bragg 方程，并对方程中的主要参数的范围确定进行讨论。

答：见书第 97 页。

3、X 射线衍射试验主要有那些方法，他们各有哪些应用，方法及研究对象。
答：

实验方法	所用辐射	样 品	照 相 法		衍射仪法
粉末法	单色辐射	多 晶 或 晶	样品转动或固定	德拜照相	粉末衍射仪
劳厄法	连续辐射	体粉末	样品固定	劳厄相机	单晶或粉末衍
转晶法	单色辐射	单晶体	样品转动或固定	转 晶 - 回	射仪
					单晶衍射仪
				摆照相机	

最基本的衍射实验方法有：粉末法，劳厄法和转晶法三种。由于粉末法在晶体学研究中应用最广泛，而且实验方法及样品的制备简单，所以，在科学研究和实际生产中的应用不可缺少；而劳厄法和转晶法主要应用于单晶体的研究，特别是在晶体结构的分析中必不可少，在某种场合下是无法替代的。

第 3 章

1、如何提高显微镜分辨本领，电子透镜的分辨本领受哪些条件的限制？

答：分辨本领：指显微镜能分辨的样品上两点间的最小距离；以物镜的分辨本领来定义显微镜的分辨本领。
光学透镜： $d_0 = 0.061 / n \cdot \sin = 0.061 / N \cdot A$ ，式中：是照明束波长；是透镜孔径半角；n 是物方介质折射率； $n \cdot \sin$ 或 $N \cdot A$ 称为数值孔径。
在物方介质为空气的情况下， $N \cdot A$ 值小于 1。即使采用油浸透镜 ($n=1.5$ ；一般为 $70^\circ \sim 75^\circ$)， $N \cdot A$ 值也不会超过 1.35。所以 $d_0 \propto 1/2$ 。因此，要显著地提高显微镜的分辨本领，必须使用波长比可见光短得多的照明源。

实际上，透镜的分辨本领除了与衍射效应有关以外，还与透镜的像差有关（球差）。

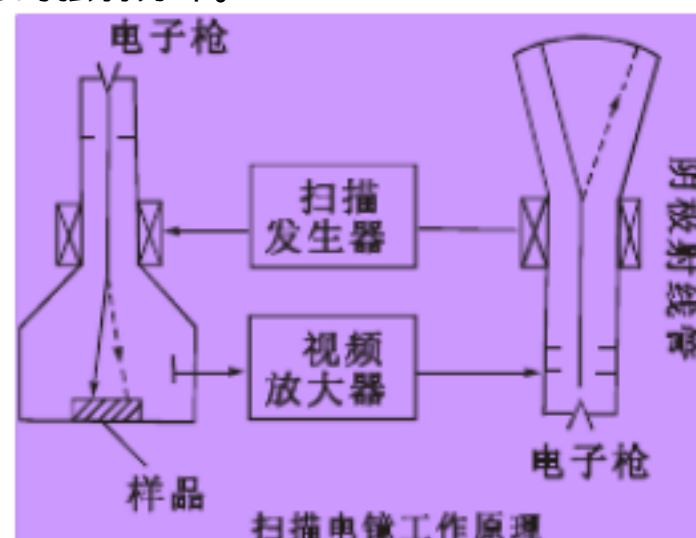
2、透射电子显微镜的成像原理是什么，为什么必须小孔径成像？

答：成像原理：质厚和衍射衬度。

为了确保透射电镜的分辨本领，物镜的孔径半角必须很小，即采用小孔径角成像。一般是在物镜的背焦平面上放一称为物镜光阑的小孔径的光阑来达到这个目的。透镜的分辨本领除了与衍射效应有关以外，还与透镜的像差有关（球差）。球差范围内距高斯像平面 $3/4 Z_s$ 处的散射圆斑的半径最小，只有 $R_s/4$ 。习惯上称它为最小截面圆。在试样上相应的两个物点间距为： $r_s = R_s/M = C_s \alpha^3$ （高斯平面）， $r'_s = 1/4 C_s \alpha^3$ （最小截面圆所在平面）式中， C_s 为电磁透镜的球差系数， α 为电磁透镜的孔径半角。 r'_s 或 r_s 与球差系数 C_s 成正比，与孔径半角的立方成正比，随着 α 的增大，分辨本领也急剧地下降。所以选择小孔径成像。

3、电子显微镜的工作原理是什么？扫描电镜各有哪些优点？

答：工作原理：由三极电子枪发射出来的电子束，在加速电压作用下，经过电子透镜聚焦后，在样品表面按顺序逐行进行扫描，激发样品产生各种物理信号，如二次电子、背散射电子、吸收电子、X射线、俄歇电子等。这些物理信号的强度随样品表面特征而变。它们分别被相应的收集器接受，经放大器按顺序、成比例地放大后，送到显像管的栅极上，用来同步地调制显像管的电子束强度，即显像管荧光屏上的亮度。由于供给电子光学系统使电子束偏向的扫描线圈的电源也就是供给阴极射线显像管的扫描线圈的电源，此电源发出的锯齿波信号同时控制两束电子束作同步扫描。因此，样品上电子束的位置与显像管荧光屏上电子束的位置是一一对应的。这样，在长余辉荧光屏上就形成一幅与样品表面特征相对应的画面——某种信息图，如二次电子像、背散射电子像等。画面上亮度的疏密程度表示该信息的强弱分布。



优点：样品制备非常方便，直接观察大块试样；
景深大；
放大倍数连续调节范围大；
分辨本领比较高；

4、电子探针 X射线显微分析仪有哪些工作模式，能谱仪和谱仪的特点是什么？

答：电子探针 X射线显微分析仪的工作模式有：点线面三种

能谱仪的特点：

- 1) 所用的 Si(Li) 探测器尺寸小，可装在靠近样品的区域：接收 X射线的立体角大，X射线利用率高，可达 10000 脉冲/s · 10⁻⁹A；而波谱仪仅几十到几百脉冲/s · 10⁻⁹A。能谱仪在低束流下 (10⁻¹⁰ ~ 10⁻¹²A) 工作，仍能达到适当的计数率，束斑尺寸小，最少可达 0.1 μm³，而波谱仪大于 1 μm³。
- 2) 分析速度快，可在 2 ~ 3 分钟内完成元素定性全分析。
- 3) 能谱仪不受聚焦圆的限制，样品的位置可起伏 2 ~ 3mm。
- 4) 工作束流小，对样品的污染作用小。
- 5) 能进行低倍 X射线扫描成像，得到大视域的元素分布图。
- 6) 分辨本领比较低，只有 150eV(波谱仪可达 10eV)。
- 7) 峰背比小，一般为 100，而波谱仪为 1000。
- 8) Si(Li) 探测器必须在液氮温度 (77K) 下使用，维护费用高。

5、为什么透射电镜的样品要求非常薄，而扫描电镜无此要求？

答：透射电镜中，电子束穿透样品成像，而电子束的透射本领不大，这就要求将试样制成很薄的薄膜样品。扫

描电镜是通过电子束轰击样品表面激发产生的物理信号成像的，电子束不用穿过样品。

6、电镜有哪些性质，环境扫描电镜中“环境”指什么？

- 1) 用电子束作照明源，显微镜的分辨本领要高得多，分辨本领： $2 - 3 \text{ nm}$ ，可以直接分辨原子，并且还能进行纳米尺度的晶体结构及化学组成的分析
- 2) 但：电磁透镜的孔径半角的典型值仅为 $10^{-2} \sim 10^{-3} \text{ rad}$
- 3) 几何像差：由透镜磁场几何形状上的缺陷而造成的
- 4) 色差：由电子波的波长发生一定幅度的改变而造成的

环境扫描电子显微镜 (ESEM)中所指环境并非真正意义上的大气环境，与传统 SEM样品室高达 $10^{-3} \sim 10^{-6} \text{ Torr}$ 的真空度相比，ESEM样品室的真空度很低，从 $1 \text{ Torr} \sim 20 \text{ Torr}$ ，非常接近大气环境，但不等同于平均 760 Torr 的大气环境；

7、高分辨电镜是否指分辨率高的电镜？

答：高分辨电镜可用来观察晶体的点阵像或单原子像等所谓的高分辨像。这种高分辨像直接给出晶体结构在电子束方向上的投影，因此又称为结构像。

加速电压为 100 kV 或高于 100 kV 的透射电镜（或扫描透射电镜），只要其分辨本领足够的高，在适当的条件下，就可以得到结构像或单原子像。

并不是所有分辨率高的电镜都能进行结构像的分析。

8、电子探针仪与 X射线谱仪从工作原理和应用上有哪些区别？

答：电子探针仪的工作原理：

莫塞莱 (Moseley) 定律
$$\frac{1}{\lambda} = K(Z - \sigma)^2$$

K 为常数
 σ 为屏蔽系数
Z 为原子序数

X射线特征谱线的波长和产生此射线的样品材料的原子序数有一确定的关系。只要测出特征 X射线的波长，就可确定相应元素的原子序数。又因为某种元素的特征 X射线强度与该元素在样品中的浓度成比例，所以只要测出这种特征 X射线的强度，就可计算出该元素的相对含量。

X射线衍射仪的工作原理：

布

9.电子探针的主要分析方法

电子探针的点分析：利用电子探针可以对试样某一点（微区）进行定性或半定量成分分析，以确定该点存在的元素及其大致含量。点分析的方法是用光学显微镜或荧光屏显示的图象上选定需要分析的点，使聚焦电子束照射在该点上，激发试样元素的特征 X射线，用谱仪探测并显示 X射线谱，根据谱线峰值位置的波长或能量确定分析点的试样中存在的元素，根据谱线强度粗略估计元素的含量。

电子探针线分析：使聚焦电子束在试样观察区内沿一选定直线（穿越粒子或界面）进行慢扫描。X射线谱仪处于探测某一元素特征 X射线状态，显象管射线束的横向扫描与电子束在试样上的扫描同步，用谱仪探测到的 X射线信号强度（计数率）调制显象管射线束的纵向位置，就可以得到反映该元素含量变化的特征 X射线强度沿试样扫描线的分布。线扫描分析对于测定元素在材料相界和晶界上的富集与贫化是十分有效的。

电子探针面分析：聚焦电子束在试样上作二维光栅扫描，X射线谱仪处于能探测某一元素特征 X射线状态，用谱仪输出的脉冲信号（用波谱仪时为经放大的脉冲信号；用能谱仪时，为多道分析器的响应该元素 X射线能量通道输出的信号）调制同步扫描的显象管亮度，在荧光屏上得到由许多亮点组成的图象，若试样上某区域该元素含量多，荧光屏图象上相应区域的亮点就密集。根据图象上亮点的疏密和分布，可确定元素在试样中的分布情况。

拉格方程： $2d \sin \theta = n\lambda$

11、与 X射线衍射相比，（尤其透射电镜中的）电子衍射的特点是什么？

答：(1) .透射电镜常用双聚光镜照明系统，束斑直径为 $1 \sim 2 \mu \text{ m}$ ，经过双聚光镜的照明束相干性较好。

(2) .透射电镜有三级以上透镜组成的成像系统，借助它可以提高电子衍射相机长度。普通电子衍射装置相机

长度一般为 500mm左右,而透射电镜长度可达 1000~5000mm

(3). 可以通过物镜和中间镜的密切配合, 进行选区电子衍射, 使成像区域和电子衍射区域统一起来, 达到样品微区形貌分析和原位晶体学性质测定的目的。

12、选区电子衍射和选区成像的工作原理是什么,这两种工作方式有什么应用意义?

答:“选区电子衍射”指在物镜像平面上放置一个光阑(选区光阑)限定产生衍射花样的样品区域,从而分析该微区范围内样品的晶体结构特性。

当电镜以成像方式操作时,中间镜物平面与物镜像平面重合,荧光屏上显示样品的放大图像。此时,在物镜像平面内插入一个孔径可变的选区光阑,光阑孔套住想要分析的那个微区。因为在物镜适焦的条件下,物平面上同一物点所散射的电子将会聚于像平面上一点,所以对应于像平面上光阑孔的选择范围 A B,只有样品上 AB微区以内物点的散射波可以穿过光阑孔进入中间镜和投影镜参与成像,选区以外的物点如 C产生的散射波则全被挡掉。

当调节中间镜的激磁电流,使电镜转变为衍射方式操作时,中间镜物平面与物镜背焦面相重合。尽管物镜背焦平面上第一幅花样是由受到入射束幅照的全部样品区域内晶体的衍射所产生,但只有 AB微区以内物点散射的电子波可以通过选区光阑进入下面的透镜系统,所以荧屏上显示的只限于选区范围以内晶体所产生的衍射花样,实现了选区形貌观察与晶体结构分析的微区对应性。

这两种方法可以研究我们感兴趣的微区的晶体产生的衍射花样,从而实现了选区观察和衍射的对应。

第 4 章

1、述差热分析的原理,并画出 DTA装置示意图。

答:差热分析是在程序控制温度下测定物质和参比物之间的温度差和温度关系的一种技术。

由于物质在加热或冷却过程中的某一特定温度下,往往会发生伴随有吸热或放热效应的物理、化学变化。将差热电偶的一个热端插在被测试样中,另一个热端插在待测温度区间内不发生热效应的参比物中,试样和参比物同时升温,测定升温过程中两者的温度差,就构成了热分析的基本原理。 P217

2、何用外延始点作为 DTA曲线的反应起始温度?

答:外延始点指峰的起始边陡峭部分的切线与外延基线的交点。国际热分析协会 ICTA 对大量的式样测定结果表明,外延起始温度与其他实验测得的反应起始温度最为接近,因此用外延始点作为 DTA曲线的反应起始温度。

3、热分析的参比物有何性能要求?

答:参比物是一定温度下不发生分解、相变、破坏的物质,要求在热分析过程中热性质、质量、密度等与试样尽量接近。

4、影响差热分析的仪器、试样、操作因素是什么?

答:仪器: 1) 炉子的结构和尺寸

2) 坩埚材料和形状

3) 差热电偶性能

4) 测温热电偶与试样之间的相对位置

5) 记录仪或其他显示系统精度

试样: 1) 热容量和热导率变化

2) 试样的颗粒度、用量及装填密度

3) 试样的结晶度、纯度

4) 参比物

操作: 1) 升温速度

2) 炉内压力和气氛

3) 记录仪量程及走纸速度

5、为何 DTA仅能进行定性和半定量分析? DSC是如何实现定量分析的?