

名词解释：

分子振动：分子中原子（或原子团）以平衡位置为中心的相对（往复）运动。

伸缩振动：原子沿键轴方向的周期性（往复）运动；振动时键长变化而键角不变。
（双原子振动即为伸缩振动）

变形振动又称变角振动或弯曲振动：基团键角发生周期性变化而键长不变的振动。

晶带：晶体中，与某一晶向 $[uvw]$ 平行的所有 (hkl) 晶面属于同一晶带，称为 $[uvw]$ 晶带。

辐射的吸收：辐射通过物质时，其中某些频率的辐射被组成物质的粒子（原子、离子或分子等）选择性地吸收，从而使辐射强度减弱的现象。

辐射被吸收程度对 ν 或 λ 的分布称为吸收光谱。

辐射的发射：物质吸收能量后产生电磁辐射的现象。

作为激发源的辐射光子称一次光子，而物质微粒受激后辐射跃迁发射的光子（二次光子）称为荧光或磷光。吸收一次光子与发射二次光子之间延误时间很短（ $10^{-8} \sim 10^{-4} \text{s}$ ）则称为荧光；延误时间较长（ $10^{-4} \sim 10 \text{s}$ ）则称为磷光。

发射光谱：物质粒子发射辐射的强度对 ν 或 λ 的分布称为发射光谱。光致发光者，则称为荧光或磷光光谱

辐射的散射：电磁辐射与物质发生相互作用，部分偏离原入射方向而分散传播的现象

散射基元：物质中与入射的辐射相互作用而致其散射的基本单元

瑞利散射（弹性散射）：入射线光子与分子发生弹性碰撞作用，仅光子运动方向改变而没有能量变化的散射。

拉曼散射（非弹性散射）：入射线（单色光）光子与分子发生非弹性碰撞作用，在光子运动方向改变的同时有能量增加或损失的散射。

拉曼散射线与入射线波长稍有不同，波长短于入射线者称为反斯托克斯线，反之则称为斯托克斯线

光电离：入射光子能量 $(h\nu)$ 足够大时，使原子或分子产生电离的现象。

光电效应：物质在光照射下释放电子（称光电子）的现象又称（外）光电效应。

光电子能谱：光电子产额随入射光子能量的变化关系称为物质的光电子能谱

分子光谱：由分子能级跃迁而产生的光谱。

紫外可见光谱（电子光谱）：物质在紫外、可见辐射作用下分子外层电子在电子能级间跃迁而产生的吸收光谱。

红外吸收谱：物质在红外辐射作用下，分子振动能级（和 / 或转动能级）跃迁而产生的吸收光谱。

红外活性与红外非活性：只有发生偶极矩变化的分子振动，才能引起可观测到的红外吸收光谱带，称这种分子振动为红外活性的，反之则称为非红外活性的

散射角（ 2θ ）：散射电子运动方向与入射方向之间的夹角。

电子吸收：由于电子能量衰减而引起的强度（电子数）衰减。

点阵消光：因晶胞中原子（阵点）位置而导致的 $F^2=0$ 的现象

系统消光：晶体衍射实验数据中出现某类衍射系统消失的现象。

结构消光：在点阵消光的基础上，因结构基元内原子位置不同而进一步产生的附加消光现象，称为结构消光。

衍射花样指数化：确定衍射花样中各线条（弧对）相应晶面（即产生该衍射线条的晶面）的干涉指数，并以之标识衍射线条，又称衍射花样指数化（或指标化）。

电子透镜：能使电子束聚焦的装置称为电子透镜

质量厚度衬度（简称质厚衬度）：由于样品不同微区间存在原子序数或厚度的差异而形成的衬度

衍射衬度：由于晶体对电子的衍射效应而形成的衬度。

d - d 跃迁：在配位体的影响下，处于低能态 d 轨道上的电子吸收光能后可以跃迁至高能态的 d 轨道，这种跃迁，称之为 d - d 跃迁。

f - f 跃迁：处于 f 轨道上的 f 电子，在配位体的影响下，f 电子吸收光能后可以由低能态的 f 轨道跃迁至高能态的 f 轨道，从而产生相应的吸收光谱。这种跃迁称为 f - f 跃迁。

生色团：在紫外及可见光范围内产生吸收的原子团（或原子、电子、空穴等）。

蓝移：当物质的结构或存在的环境发生变化时，其吸收带的最大吸收波长（ $\lambda_{\text{最大}}$ ）向短波方向移动，这种现象称为紫移或蓝移（或向蓝）。

红移：当物质的结构或存在的环境发生变化时，其吸收带的最大吸收峰波长（ $\lambda_{\text{最大}}$ ）向长波长方向移动，这种现象称为红移（或称为“向红”）。

助色团：有些含 n 电子的官能团，本身并不在紫外可见区产生吸收，但它们具有能使生色团的光谱峰移向长波区并使其强度增加的作用，这种官能团叫做助色团。

电荷转移光谱，就是在光能激发下，某一化合物中的电荷发生重新分布，导致电荷可从化合物的一部分转移至另一部分而产生的吸收光谱。

倍频峰（或称泛音峰）：出现在强峰基频约二倍处的吸收峰，一般都是弱峰。

组频峰：也是弱峰，它出现在两个或多个基频之和或差附近

特征振动频率：某一键或基团的振动频率有其特定值，它虽然受周围环境的影响，但不随分子构型作过大的改变，这一频率称为某一键或基团的特征振动频率。而其吸收带称为特征振动吸收带。

热分析：在程序控制温度条件下，测量物质的物理性质随温度或时间变化的函数关系的技术。

差热分析 (DTA)：在程序控制温度条件下，测量样品与参比物之间的温度差与温度（或时间）关系的一种热分析方法。

差示扫描量热法 (DSC)：在程序控制温度条件下，测量输入给样品与参比物的功率差与温度（或时间）关系的一种热分析方法。

振动自由度：分子简单正振动数目。

简并：在多原子分子的简正振动中，有时两个或三个振动模式不同的简正振动具有相同的频率，此时在红外光谱上成为一个吸收峰出现，这种现象就是简并。

分裂：某些基团处于某些机构中，因其对称性降低，简并的吸收带分裂开来。

中心暗场像：将入射电子束反向倾斜一个相应的散射角度，而使散射电子沿光轴传播。

二次离子：固体表面原子以离子态发射叫做二次离子。

透射离子：当样品的厚度小于入射电子的平均穿入深度时，有一部分入射电子穿过样品，在样品背面被接收检测到的电子。

吸收电流（电子）：入射电子在固体中传播时，能量逐渐减小，最后失去全部动能的电子流。

背散射电子：入射电子与固体作用后又离开固体的总电子流。

特征 X 射线：射线管电压增至某一临界值，使撞击靶材的电子具有足够能量时，可使靶原子内层产生空位，此时较外层电子将向内层跃迁产生辐射即是特征 X 射线。

俄歇电子：由于原子中的电子被激发而产生的次级电子，在原子壳层中产生电子空穴后，处于高能级的电子可以跃迁到这一层，同时释放能量。当释放的能量传递到另一层的一个电子，这个电子就可以脱离原子发射，被称为俄歇电子。

二次电子：入射电子从固体中直接击出的原子的核外电子和激发态原子退回基态时产生的电子发射，前者叫二次电子，后者叫特征二次电子。

波数： $\frac{1}{\lambda}$ 长度上出现的全波数目；在波传播的方向上单位长度内的波长的数目。

分子散射：入射线与线度即尺寸大小远远小于其波长的分子或分子聚集体相互作用产生的散射。

X射线相干散射：入射光子与原子内受核束缚较紧的电子发生弹性碰撞作用，仅其运动方向改变没有能量改变的散射。

X射线非相干散射：入射光子与原子内受到较弱的电子或者晶体中自由电子发生非弹性碰撞作用，在光子运动方向改变的同时有能量损失的散射。

K系特征辐射：原子K层出现空位，较外的L层电子向内的K层辐射跃迁，发射的辐射。

L系特征辐射：原子的L层出现空位，其外M,N层电子跃迁产生的谱线统称为L系特征辐射。

吸收限：X射线照射固体物质产生光子效应时能量阈值对应的波长称为物质的吸收限。

X射线散射：X射线与物质作用（主要是电子）时，传播方向发生改变的现象。

X射线衍射：散射X射线干涉一致加强的结果，即衍射。

X射线反射：与可见光的反射不同，是“选择反射”，实质是晶体中各原子面产生的反射方向上的相干散射线。

简答题

1. 量子数 n 、 l 与 m 如何表征原子能级？在什么情况下此种表征失去意义？

答：原子中核外电子的运动状态由主量子数 n 、角量子数 l 、磁量子数 m 自旋量子数 s 和自旋磁量子数 m_s 表征。 n 、 l 、 m 共同表征了电子的轨道运动，而 s 与 m_s 则是电子自旋运动的表征。 n 决定电子运动状态的主要能量（主能级能量， E ）， n 值越大，则电子离核越远，能量越高。 l 取值为 $0 \sim n-1$ 的正整数，对应于 $l=0, 1, 2, 3, \dots$ 的电子亚层或原子轨道形状分别称为 s 、 p 、 d 、 f 等层或（原子）轨道。磁量子数 m 取值为 $0, \pm 1, \pm 2, \dots, \pm l$ 。当无外磁场存在时，同一亚层伸展方向不同的轨道具有相同的能量。当有外磁场时，只用量子数 n 、 l 与 m 表征的原子能级失去意义。

2. 下列各光子能量（eV）各在何种电磁波谱域内？各与何种跃迁所需能量相适应？

$1.2 \times 10^6 \sim 1.2 \times 10^2$ 、 $6.2 \sim 1.7$ 、 $0.5 \sim 0.02$ 、 $2 \times 10^{-2} \sim 4 \times 10^{-7}$ 。

答： $1.2 \times 10^6 \sim 1.2 \times 10^2$ X 射线谱域，与原子内层电子跃迁所需能量相对应。

6.2~1.7 紫外-可见谱域，与原子（或分子）外层电子跃迁所需能量相对应。

0.5~0.02 红外谱域，与分子振动能级跃迁所需能量相对应。

$2 \times 10^{-2} \sim 4 \times 10^{-7}$ 微波谱域，与分子转动能级和电子自旋能级跃迁所需能量相对应。

10. 分子能级跃迁有哪些类型？紫外、可见光谱与红外光谱相比，各有何特点？

答：分子能级跃迁主要有电子能级跃迁、振动能级跃迁和转动能级跃迁。紫外、可见光谱是由于分子的电子能级跃迁引起的吸收光谱。由于电子的能级比较大，在产生电子能级跃的同时也会引起分子的振动和转动能级跃，因此其光谱上叠加了振动和转动能级跃的吸收光谱，所以是带状光谱。红外光谱是由于分子振动能级和转动能级跃迁引起的吸收光谱。对于一般的中红外光谱，其振动光谱上叠加了转动光谱，因此是带状光谱。纯转动能级跃引起的远红外光谱，则是线状光谱。

14. 俄歇电子能谱图与光电子能谱图的表示方法有何不同？为什么？

答：俄歇电子能谱图用微分谱表示，因为俄歇电子产率很低，一次谱不好确定俄歇电子的能量位置，用微分谱可以表现得很清楚。光电子能谱图用一次谱表示，因为光电子的产率较高，用一次谱就能很清楚表示出来。

15. 简述 X 射线与固体物质相互作用产生的主要信息及据此建立的主要分析方法。

答：X 射线与固体物质相互作用产生的主要信息有：弹性散射 X 射线，非弹性散射 X 射线，光电子，俄歇电子，荧光 X 射线，反冲电子，透射 X 射线，电离，热能等，据此建立的主要分析方法有：X 射线衍射分析（XRD），X 射线光电子能谱（XPS），X 射线激发俄歇电子能谱（XAES），X 射线荧光光谱（XRF）。

16. 电子与固体作用产生多种粒子信号（如下图），哪些对应入射电子？哪些是由电子激发产生的？

答：图中背散射电子流 I_R 、吸收电流 I_A 和透射电子流 I_T 对应入射电子；二次电子流 I_S 、X 射线辐射强度 I_X 、表面元素发射总强度 I_E 是由电子激发产生的。

17. 电子“吸收”与光子吸收有何不同？

答：电子吸收是指由于电子能量衰减而引起的强度（电子数）衰减的现象。电子吸收只是能量衰减到不能逸出样品，而不是真的被吸收了。光子的吸收是因光子的能量与物质中某两个能级差相等而被吸收，光子被真吸收了，转化成了另外的能量。

18. 入射 X 射线比同样能量的入射电子在固体中穿入深度大得多，而俄歇电子

与 X 光电子的逸出深度相当，这是为什么？

答：因为俄歇电子与 X 光电子的能量差不多，都比较小，在内部经多次散射后能量衰减，难以逸出固体表面，只有表面几个原子层产生的俄歇电子和 X 光电子才能逸出表面，从而被电子能谱仪检测到。

19. 配合表面分析方法用离子溅射实行纵深剖析是确定样品表面层成分和化学状态的重要方法。试分析纵深剖析应注意哪些问题。

答（1）溅射时入射离子的选择。一般应选择原子序数比较大的稀有气体离子，一是溅射率高，剥层速度快，二是不会造成样品表面污染；（2）入射离子能量的选择。一般是根据样品的特征和仪器的功率来选择。入射离子能量太低，剥蚀速率太慢，影响分析速度、灵敏度和检出限等；太高，仪器的使用寿命会缩短，也可能影响分析的准确度和精度。（3）高真空条件下进行溅射，要及时排出溅射出的二次离子，防止分析室被污染。

20. 简述电子与固体作用产生的信号及据此建立的主要分析方法。

答：电子与固体作用产生的信号主要有：背散射电子，二次电子，透射电子，吸收电子，俄歇电子，X 射线、表面元素发射等；建立的分析方法主要有透射电子显微镜（TEM），扫描电子显微镜（SEM），电子探针 X 射线显微分析（EPMA），俄歇电子能谱（AES）等。

26. 简述布拉格方程的意义。

答：布拉格公式 $2d_{hkl}\sin\theta = \lambda$ 中， d_{hkl} ——干涉指数为（hkl）的晶面的晶面间距， θ ——X 射线的入射方向或反射（衍射）方向与（hkl）面之间的夹角（叫掠射角或布拉格角）， λ ——入射 X 射线的波长，该公式表达了晶面间距 d 、衍射方向 θ 和 X 射线波长 λ 之间的定量关系。该公式的基本应用有：（1）已知 X 射线的波长 λ 和掠射角 θ ，可计算晶面间距 d （分析晶体结构）；（2）已知晶体结构（晶面间距 d ）和掠射角 θ ，可测定（分析）X 射线的波长 λ ，进行元素成分分析（加上莫塞莱定律）。

27. 某斜方晶体晶胞含有两个同类原子，坐标位置分别为： $(\frac{3}{4}, \frac{3}{4}, 1)$ 和 $(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{2})$ ，该晶体属何种布拉菲点阵？写出该晶体（100）、（110）、（211）、（221）等晶面反射线的 F^2 值。

如果将原子 $(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{2})$ 移动到原点 $(0, 0, 0)$ ，则另一原子的坐标变为 $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ ，因此该晶体属布拉菲点阵中的斜方体心点阵。

对于体心点阵：

$$F = fe^{2\pi i(0)} + fe^{2\pi i(H/2+K/2+L/2)} = f[1 + (-1)^{(H+K+L)}]$$

$$\therefore F = \begin{cases} 2f, & \text{当 } H + K + L = \text{偶数时;} \\ 0, & \text{当 } H + K + L = \text{奇数时} \end{cases}$$

$$|F|^2 = \begin{cases} 4f^2, & \text{当 } H + K + L = \text{偶数时;} \\ 0, & \text{当 } H + K + L = \text{奇数时} \end{cases}$$

29. 简述影响 X 射线衍射强度的因素

答：影响 X 射线衍射方向和强度的因素主要有：入射 X 射线的波长 λ 和强度 I 、产生衍射的晶面的晶面间距 d 、样品的成分和结构、产生衍射的晶面的多重性、衍射时的温度、样品对入射 X 射线的吸收性质、实验条件等。

30. 试总结德拜法衍射花样的背底来源，并提出一些防止和减少背底的措施。

答：德拜法衍射花样的背底来源主要有：（1）荧光 X 射线；（2）入射 X 射线的单色性（连续 X 射线和 $K\beta$ 辐射的干扰）等。防止和减少背底的主要措施：（1）选择合适的靶材，尽量少地激发样品产生荧光 X 射线，以降低衍射花样背底，使图像清晰；（2）选择合适的狭缝宽度（在保证入射 X 射线强度的前提下，尽量减小狭缝宽度），提高 X 射线的单色性；（3）选择适当的滤光片，尽量减少连续 X 射线和 $K\beta$ 辐射的干扰，等等。

31. 下图为某样品德拜相（示意图），摄照时未经滤波。已知 1、2 为同一晶面衍射线，3、4 为另一晶面衍射线，试对此现象作出解释。



答：1、4 为 $K\beta$ 引起的衍射线，2、3 为 $K\alpha$ 引起的衍射线。因 $\lambda_{K\beta} < \lambda_{K\alpha}$ ，根据布拉格方程 $2d \sin \theta = \lambda$ ， d 是固定的， λ 越小， θ 就越小，对应的弧对长度（ $2L$ 或 $2L'$ ）也就越短。 $K\beta$ 衍射线的出现是由于滤波片选择不恰当，未能有效的滤除 $K\beta$ 辐射，因而同一晶面出现两对衍射线。

32. 粉末样品颗粒过大或过小对衍射花样影响如何？为什么？板状多晶体样品晶粒过大或过小对衍射峰形影响又如何？

答：德拜照相法中，颗粒过大会使德拜花样中的衍射线（弧）不连续，因为颗粒过大时参与反射的晶面数量有限，发生反射的概率变小，衍射圆锥不连续，致使形成断续的衍射线；颗粒过小会使德拜花样中的衍射线变宽，因为小晶体衍射干涉函数 $|G|^2$ 的主峰有一个存在范围，且颗粒越小，存在的范围越大。

衍射仪法中，样品为平板状。若为粉末压制的样品，如果晶粒为板状，在样品压制过程中，晶粒很容易择优取向，颗粒越大，择优取向越严重，从而引起衍射强度偏离真实值，有些晶面的衍射线强度很大，而有些晶面的衍射线强度很小甚至消失，所以要尽量磨细样品并采用特殊制样方法以减小择优取向，但颗粒过小会使衍射峰形变宽。如果过分追求颗粒细小，在研磨样品时有可能会破坏样品的晶体结构，甚至使样品非晶质化，这样可能造成有些衍射峰的位置发生变化、强度变小甚至消失。若是多晶体的块状试样，如果晶粒足够细将得到与粉末试样相似的结果，如果晶粒过大，参与反射的晶面数量有限，会使有些衍射线强度变小甚至不出现，如果晶粒过小，衍射峰变宽、峰高降低。

33．试从入射光束、样品形状、成像原理（厄瓦尔德图解）、衍射线记录、衍射花样、样品吸收与衍射强度（公式）、衍射装备及应用等方面比较衍射仪法与德拜法的异同点。

解：衍射仪法与德拜法的异同点列于下表：

项目	德拜法	多晶衍射仪法
入射 X 射线谱	特征 X 射线，平行光	特征 X 射线，具有一定的发散度
样品形状	多晶样品，一般为圆柱形。样品用量少。	多晶样品，平板状。样品用量多，但现在已发展了微量样品衍射技术。
成像原理	厄瓦尔德图解	厄瓦尔德图解 + 聚焦原理
衍射线记录	感光底片	测角仪和探测器等
衍射花样	衍射弧对	I-2 θ 曲线
样品吸收	透射法吸收强烈。反射法受吸收影响较小，其吸收与样品半径（r）线吸收系数（ μ ）和掠射角（ θ ）有关。	吸收因子 $A(\theta) = \frac{1}{2\mu}$ ，与 θ 无关
衍射强度	衍射弧线的黑度（公式略），定量性差，只能得到估算值。	衍射线的积分强度（记数）（公式略），定量性好。
衍射装备	德拜相机	多晶衍射仪
应用	区别样品为晶质体或非晶质体、物相定性分析、物相定量分析（误差较	具有德拜法的所有功能，此外还有，物相定量分析、点

	大)、晶体的点阵常数测定，固溶体研究等。	阵常数测定更准确，结晶度和晶粒度测定，晶体定向，宏观应力分析等。
--	----------------------	----------------------------------

36．透射电子显微镜中物镜和中间镜各处是什么位置，起什么作用。

答：透射电子显微镜中，物镜位于样品和中间镜之间，提供第一幅衍射花样和第一幅显微像；中间镜位于物镜和投影镜之间，通过调节中间镜的电流，为投影镜提供衍射花样或显微像，实现衍射操作或成像操作；投影镜位于中间镜和荧光屏或照相底片之间，将中间镜提供的衍射花样或显微像投影到荧光屏或照相底片上。通过物镜、中间镜和投影镜对衍射花样或显微像进行接力放大。

37．试比较光学显微镜成像和透射电子显微镜成像的异同点。

答：光学显微镜成像和透射电子显微镜成像的原理近似，主要不同点如下表：

	光学显微镜	透射电子显微镜
照明束	可见光	电子束
聚焦装置	玻璃透镜	电磁透镜
放大倍数	小，不可调	大，可调
分辨本领	低	高
结构分析	不能	能

38．简述选区衍射原理及操作步骤。

答：选区电子衍射（selected-area diffraction，SAD）原理：通过在物镜像平面上插入选区光栏实现的，其作用如同在样品所在平面（物镜的物平面）内插入一虚光栏，使虚光栏孔以外的照明电子束被挡掉，如下图所示。当电镜在成像模式时，中间镜的物平面与物镜的像平面重合，插入选区光栏便可选择感兴趣的区域。调节中间镜电流使其物平面与物镜背焦面重合，将电镜置于衍射模式，即可获得与所选区域相对应的电子衍射谱。选区衍射操作步骤如下：（1）使选区光栏以下的透镜系统聚焦在选区成像模式下，插入选区光栏，通过中间镜聚焦，在荧光屏上获得清晰、明锐的光栏孔边缘的像，此时中间镜物平面与光栏所在平面重合。（2）使物镜精确聚焦通过物镜聚焦，使样品的形貌图像清晰显示，此时3个平面——物镜像平面、选区光栏平面、中间镜物平面重合。（3）获得衍射谱移动样品让选区光栏孔套住所选区域，移去物镜光栏。将透射电镜置于衍射模式，通过中间镜聚焦，使中心斑最细小、圆整。使第二聚光镜适当欠焦以

提供尽可能平行的入射电子束，从而使衍射斑点更为细小、明锐。

39. 简述透射电镜对分析样品的要求。

答：透射电镜（TEM）的样品可分为间接样品和直接样品，其基本要求是：（1）对电子束是透明的，通常样品观察区域的厚度约 100~200nm；（2）必须具有代表性，能真实反映所分析材料的特征。

40. 简述用于透射电镜分析的超细粉末样品的制备方法。

答：胶粉混合法：在干净玻璃片上滴火棉胶溶液，然后在玻璃片胶液上放少许粉末并搅匀，再将另一玻璃片压上，两玻璃片对研并突然抽开，稍候，膜干。用刀片划成小方格，将玻璃片斜插入水杯中，在水面上下空插，膜片逐渐脱落，用铜网将方形膜捞出，待观察。支持膜分散粉末法：需 TEM 分析的粉末颗粒一般都远小于铜网小孔，因此要先制备对电子束透明的支持膜。常用的支持膜有火棉胶膜和碳膜，将支持膜放在铜网上，再把粉末放在膜上送入电镜分析。

41. 简述用于透射电镜分析的晶体薄膜样品的制备步骤。

答：用于透射电镜分析的晶体薄膜样品的制备步骤，一般为：（1）初减薄——制备厚度约 100~200 μ m 的薄片；（2）从薄片上切取 ϕ 3mm 的圆片；（3）预减薄——从圆片的一侧或两则将圆片中心区域减薄至数 μ m；（4）终减薄。

44. 什么是衍射衬度？它与质厚衬度有什么区别？

答：衍射衬度是指由于晶体对电子的衍射效应而形成的衬度，而质厚衬度是指由于样品不同微区间存在原子序数或厚度的差异而形成的衬度。

45. 电子衍射分析的基本公式是在什么条件下导出的？公式中各项的含义是？

答：电子衍射分析的基本公式是 $Rd = \lambda L$ ，式中，R 为衍射斑点至透射斑点（中心斑）的距离（mm），d 为衍射晶面间距（nm）， λ 为入射电子波长（nm），L 为样品至感光平面的距离（mm）。该公式导出的条件是：由于电子波波长很短，一般只有千分之几 nm，由衍射必要条件——布拉格方程 $2d \sin \theta = \lambda$ 可知，电子衍射的 2θ 角很小（一般为几度， $\cos \theta \approx 1$ 、 $\cos 2\theta \approx 1$ ），即入射电子束和衍射电子束都近乎平行于衍射晶面，也就是说，可以认为衍射矢量近似平行于衍射斑点矢量。

47. 为什么扫描电镜的分辨率和信号的种类有关？试将各种信号的分辨率高低作一比较。

答：扫描电镜的分辨率和信号的种类有关，这是因为不同信号的性质和来源不同，作用的深度和范围不同。主要信号图像分辨率的高低顺序为：扫描透射电子像 \geq 二次电子像 > 背散射电子像 > 吸收电流像 \approx X 射线图像。

48. 二次电子像的衬度和背散射电子像的衬度各有何特点？

答：二次电子像和背散射电子像的衬度特点对比如下：

二次电子像的衬度特点	背散射电子像的衬度特点
景深大、立体感强、分辨率高。衬度来源于形貌、成分、电压（样品局部电位）、样品中的磁畴（第一类磁衬度），主要反映形貌衬度。	景深小，立体感不强、分辨率低。衬度来源于成分、形貌、电压、第二类磁衬度，主要反映原子序数衬度。

49．试比较波谱仪和能谱仪在进行微区化学成分分析时的优缺点。

答：波谱仪和能谱仪在进行微区化学成分分析时的优缺点对比如下：

波谱仪	能谱仪
分析速度较慢，一般不适宜作定性分析。	分析速度快，可在几分钟内分析和确定样品中含有的几乎所有的元素。
可分析 ${}^4\text{Be}-{}^{92}\text{U}$ 。	一般分析 ${}^{11}\text{Na}-{}^{92}\text{U}$ ，高档仪器可分析 ${}^4\text{Be}-{}^{92}\text{U}$ 。
适合定量分析，准确度高。	适合定性分析和半定量分析，准确度较高。现代能谱仪的定量分析准确度也很高。
灵敏度较低，难以在低束流和低激发强度下使用。	灵敏度高，可以在低入射束流和低激发强度下使用。
重复性较好。	重复性好。
波长分辨率高，峰背比高。	能量分辨率低，峰背比低。
工作条件要求不太严格。	工作条件要求严格，探头需在液氮温度下保存。

50．为什么说电子探针是一种微区分析仪？

答：电子探针分析时所激发的体积大小约为 10^{-14}m^3 左右，如果分析物的密度为 $10\text{g}/\text{cm}^3$ ，则分析区的质量仅为 10^{-10}g 。若探针的灵敏度为万分之一的話，则分析区的绝对质量可达 10^{-14}g ，因此电子探针是一种微区分析仪。

51．要分析钢中碳化物成分和基体中碳含量，应选用什么仪器？为什么？

答：要分析钢中碳化物成分和基体中碳含量，应选用电子探针仪，或配置了波谱仪或能谱仪的透射电镜（或扫描电镜）。但在分析前，应了解仪器分析元素的范围，因为电子探针仪有两种类型：波谱型或能谱型。一般情况下，波谱仪分析的元素范围是 ${}^4\text{Be}-{}^{92}\text{U}$ ，能谱仪分析的元素范围是 ${}^{11}\text{Na}-{}^{92}\text{U}$ ，而带特殊窗口材料的现代能谱仪分析的元素范围可达 ${}^4\text{Be}-{}^{92}\text{U}$ ，因此要选用能分析碳（ ${}^6\text{C}$ ）的仪器。

52．要在观察断口形貌的同时，分析断口上粒状夹杂物的化学成分，选用什么仪器？怎样操作？

答：应选用配置有波谱仪或能谱仪的扫描电镜。操作方法是：先扫描不同放大倍数的二次电子像，观察断口的微观形貌特征，然后在断口图像上圈定所要分析的粒状夹杂物，用波谱仪或能谱仪定点分析其化学成分。

53．举例说明电子探针的三种工作方式在显微成分分析中的应用。

答：电子探针的三种工作方式：点、线、面分析。定点分析：对样品表面选定微区作定点的全谱扫描，进行定性或半定量分析，并对其所含元素的质量分数进行定量分析。例如，定点分析合金沉淀相和夹杂物的成分，以对其进行鉴定。

线扫描分析：电子束沿样品表面选定的直线轨迹扫描，进行所含元素质量分数的定性或半定量分析。例如，线扫描分析用于测定元素在材料内部相区或界面上的富集和贫化；分析扩散过程中质量分数与扩散距离的关系；对材料表面化学热处理的表面渗层组织进行分析和测定等。

面扫描分析：电子束在样品表面作光栅式面扫描，以特定元素的 X 射线的信号强度调制阴极射线管荧光屏的亮度，获得该元素质量分数分布的扫描图像。例如，将元素质量分数分布的不均匀性与材料的微观组织联系起来，就可以对材料进行更全面的分析。

55 . f -f 跃迁与 d- d 跃迁光谱的显著差别是什么？

答：f-f 跃迁与 d-d 跃迁光谱的显著差别是具有特征的很窄的吸收峰。这是因为 f 轨道属于较内层的轨道，由于外层轨道的屏蔽作用，使 f 轨道上的 f 电子所产生的 f -f 跃迁吸收光谱受外界影响相对较小，故呈现特别尖的特征吸收峰。

58 . 试述差热分析中放热峰和吸热峰产生的原因有哪些？

答：差热分析中放热峰和吸热峰产生的常见原因列于下表：

现象		吸热	放热	现象		吸热	放热
物理的原因	结晶转变	○	○	化学的原因	化学吸附		○
	熔融	○			析出	○	
	气化	○			脱水	○	
	升华	○			分解	○	○
	吸附		○		氧化度降低		○
	脱附	○			氧化（气体中）		○
	吸收	○			还原（气体中）	○	
					氧化还原反应	○	○

59 . 差示扫描量热法与差热分析方法比较有何优越性？

答：差示扫描量热法（ DSC）与差热分析法（ DTA）在应用上基本相同，但由于 DSC克服了 DTA以 ΔT 间接表达物质热效应的缺陷，具有分辨率高、灵敏度高等优点，因而能定量测定多种热力学和动力学参数，且可进行晶体微细结构分析等

61 . 下图为尼龙 -6 在氦气和空气中的 DTA曲线，二者之差异说明了什么？

答：尼龙 -6 在氦气和空气中的 DTA曲线的差异表现在：（ 1）尼龙 -6 在空气中的 DTA曲线上出现一放热峰，该峰是由于尼龙 -6 被空气中的氧氧化所引起的，而尼龙 -6 在氦气中的 DTA曲线则没有出现此峰；（ 2）二个曲线均出现了一个较强的

吸热谷，但尼龙 -6 在氦气中的 DTA曲线峰形较对称，且吸热温度范围较窄，是由尼龙 -6 熔化引起的；而尼龙 -6 在空气中的 DTA曲线峰形不对称，在 250 左右还出现了一个吸热肩，以致峰形不对称，且最大吸热温度比较高，这是由尼龙 -6 被氧化后形成了新的物质。从二者 DTA曲线的差异可以说明，热分析测试时的气氛对某些物质的 DTA曲线有严重的影响。

60．热重法与微商热重法相比各具有何特点？

答：热重曲线表达失重过程具有形象、直观的特点。微商热重曲线能更清楚地区分相继发生的热重变化反应，精确提供起始反应温度、最大反应速率温度和反应终止温度，能方便地为反应动力学计算提供反应速率数据，能更精确地进行定量分析。