# 材料结构分析试题 2.5元

- 一、基本概念题(共8题,每题7分)
- 1. X 射线的本质是什么? 是谁首先发现了 X 射线, 谁揭示了 X 射线的本质? 答: X 射线的本质是一种横电磁波? 伦琴首先发现了 X 射线, 劳厄揭示了 X 射线的本质?
  - 2. 下列哪些晶面属于[111]晶带?
  - $(\bar{1}\bar{1}1)$ 、 $(\bar{2}\bar{3}1)$ 、(231)、(211)、(101)、 $(\bar{1}01)$ 、 $(1\bar{3}3)$ ,  $(\bar{1}10)$ ,  $(1\bar{1}2)$ ,  $(\bar{1}32)$ ,  $(\bar{0}11)$ , (212), 为什么?
    - 答:  $(110)(\overline{23}1)$ 、(211)、(112)、(101)、(011) 晶面属于[ $\overline{1}11$ ]晶带,因为它们符合晶带定律: hu+kv+lw=0。
    - 3. 多重性因子的物理意义是什么?某立方晶系晶体,其{100}的多重性因子

照明孔径角。

②物镜光阑。安装在物镜后焦面。作用:提高像衬度;减小孔径角,从而减小像差;进行暗场成像。

③选区光阑:放在物镜的像平面位置。作用:对样品进行微区衍射分析。

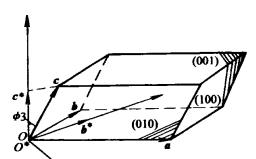
7. 什么是消光距离? 影响晶体消光距离的主要物性参数和外界条件是什么?

答:消光距离:由于透射波和衍射波强烈的动力学相互作用结果,使 I<sub>0</sub>和 Ig 在晶体深度方向上发生周期性的振荡,此振荡的深度周期叫消光距离。

影响因素:晶胞体积,结构因子,Bragg角,电子波长。

8. 倒易点阵与正点阵之间关系如何? 画出 fcc 和 bcc 晶体的倒易点阵,并标出基本矢量  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $c^*$ 。

答: 倒易点阵与正点阵互为倒易。



 $\phi(\theta)$  为角因子,反映样品中参与衍射的晶粒大小,晶粒数目和衍射线位置对衍射强度的影响;

 $A(\theta)$  为吸收因子,圆筒状试样的吸收因子与布拉格角、试样的线吸收系数

$$\mu_1$$
和试样圆柱体的半径有关,平板状试样吸收因子与 $\mu$  有关, $A(\theta) \propto \frac{1}{2\mu}$ 

而与θ 角无关。

 $e^{-2M}$ 表示温度因子。

$$e^{-2M} = \frac{\text{有热振动影响时的衍射 强度}}{\text{无热振动理想情况下的 衍射强度}}$$

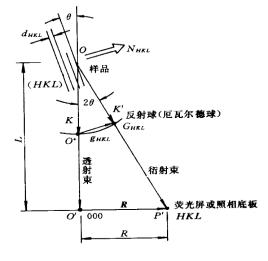
2. 比较物相定量分析的外标法、内标法、K值法、直接比较法和全谱拟合法的优缺点?

答:外标法就是待测物相的纯物质作为标样以不同的质量比例另外进行标定,并作曲线图。外标法适合于特定两相混合物的定量分析,尤其是同质多相(同素导和体)混合物的定量分析。

高准确的数字粉末衍射图谱,是目前 X 射线衍射定量分析精度最高的方法。不足之处是:必须配有相应软件的衍射仪。

3. 请导出电子衍射的基本公式,解释其物理意义,并阐述倒易点阵与电子衍射图之间有何对应关系?解释为何对称入射(B//[uvw])时,即只有倒易点阵原点在爱瓦尔德球面上,也能得到除中心斑点以外的一系列衍射斑点?

答: (1) 由以下的电子衍射图可见



 $R = L \cdot tg 2\theta$ 

4. 单晶电子衍射花样的标定有哪几种方法?图1是某低碳钢基体铁素体相的电子衍射花样,请以尝试—校核法为例,说明进行该电子衍射花样标定的过程与步骤。

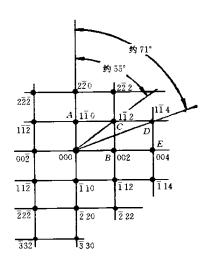
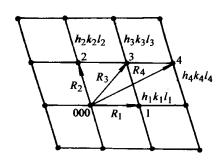


图 1 某低碳钢基体铁素体相的电子衍射花样

#### 答:一般,主要有以下几种方法:

1) 当已知晶体结构时,有根据面间距和面夹角的尝试校核法;根据衍射斑



- (4) 测定各衍射斑点之间的夹角。
- (5) 决定离开中心斑点最近衍射斑点的指数。若  $R_1$  最短,则相应斑点的指数应为 $\{h_1k_1l_1\}$ 面族中的一个。

对于 h、k、1 三个指数中有两个相等的晶面族(例如 $\{112\}$ ),就有 24 种标法:

两个指数相等、另一指数为0的晶面族(例如{110})有12种标法;

三个指数相等的晶面族(如{111})有8种标法;

两个指数为0的晶面族有6种标法,因此,第一个指数可以是等价晶面中的任意一个。

(6) 决定第二个斑点的指数。

第二个斑片的提粉不能任选 因为它和第1个斑片之间的本角必须符合本角

## 材料结构分析试题(参考答案)

## 一、基本概念题(共8题,每题7分)

1. 实验中选择 X 射线管以及滤波片的原则是什么? 已知一个以 Fe 为主要成 分的样品, 试选择合适的 X 射线管和合适的滤波片?

答:实验中选择 X 射线管的原则是为避免或减少产生荧光辐射,应当避免使用比样品中主元素的原子序数大 2~6(尤其是 2)的材料作靶材的 X 射线管。

选择滤波片的原则是 X 射线分析中,在 X 射线管与样品之间一个滤波片,以滤掉  $K_B$  线。滤波片的材料依靶的材料而定,一般采用比靶材的原子序数小 1 或 2 的材料。

分析以铁为主的样品,应该选用 Co 或 Fe 靶的 X 射线管,它们的分别相应选择 Fe 和 Mn 为滤波片。

2. 下面是某立方晶系物质的几个晶面, 试将它们的面间距从大到小按次序重

於財 (100) (100) (200) (211) (121) (111) (210) (200) (120)

激磁电流可减小球差.

像散是由于电磁透镜的周向磁场不非旋转对称引起的. 可以通过引入一强度和方位都可以调节的矫正磁场来进行补偿.

色差是电子波的波长或能量发生一定幅度的改变而造成的. 稳定加速电压和透镜电流可减小色差.

6. 别从原理、衍射特点及应用方面比较 X 射线衍射和透射电镜中的电子衍射在材料结构分析中的异同点。

答:原理: X 射线照射晶体,电子受迫振动产生相干散射;同一原子内各电子散射波相互干涉形成原子散射波;晶体内原子呈周期排列,因而各原子散射波间也存在固定的位相关系而产生干涉作用,在某些方向上发生相长干涉,即形成衍射。

特点: 1) 电子波的波长比 X 射线短得多

- 2) 电子衍射产生斑点大致分布在一个二维倒易截面内
- 3) 电子衍射中略偏离布拉格条件的电子束也能发生衍射
- 4) 电子衍射束的强度较大,拍摄衍射花样时间短。

应用:硬 X 射线适用于金属部件的无损探伤及金属物相分析,软 X 射线可用于非金属的分析。透射电镜主要用于形貌分析和电子衍射分析(确定微区的晶

仪的优缺点。

答:波谱仪:用来检测 X 射线的特征波长的仪器

能谱仪: 用来检测 X 射线的特征能量的仪器

优点:1) 能谱仪探测 X 射线的效率高。

- 2) 在同一时间对分析点内所有元素 X 射线光子的能量进行测定和计数,在 几分钟内可得到定性分析结果,而波谱仪只能逐个测量每种元素特征波长。
  - 3) 结构简单,稳定性和重现性都很好
  - 4) 不必聚焦,对样品表面无特殊要求,适于粗糙表面分析。

缺点: 1) 分辨率低.

- 2) 能谱仪只能分析原子序数大于 11 的元素; 而波谱仪可测定原子序数从 4 到 92 间的所有元素。
  - 3) 能谱仪的 Si (Li) 探头必须保持在低温态, 因此必须时时用液氮冷却。

## 二、综合分析题(共4题,每题11分)

1. 试比较衍射仪法与德拜法的优缺点?

答:与照相法相比,衍射仪法在一些方面具有明显不同的特点,也正好是它的优缺点。

(1) 简便快速: 衍射仪法都采用自动记录, 不需底片安装、冲洗、晾干等手续。

(5) 样品用量大: 衍射仪法所需的样品数量比常用的德拜照相法要多得多。后者一般有 5~10mg 样品就足够了,最少甚至可以少到不足 lmg。在衍射仪法中,如果要求能够产生最大的衍射强度,一般约需有 0.5g 以上的样品;即使采用薄层样品,样品需要量也在 100mg 左右。

## (6) 设备较复杂,成本高。

显然,与照相法相比,衍射仪有较多的优点,突出的是简便快速和精确度高,而且随着电子计算机配合衍射仪自动处理结果的技术日益普及,这方面的优点将更为突出。所以衍射仪技术目前已为国内外所广泛使用。但是它并不能完全取代照相法。特别是它所需样品的数量很少,这是一般的衍射仪法远不能及的。

2. 试述 X 射线衍射单物相定性基本原理及其分析步骤?

答: X 射线物相分析的基本原理是每一种结晶物质都有自己独特的晶体结构,即特定点阵类型、晶胞大小、原子的数目和原子在晶胞中的排列等。因此,从布拉格公式和强度公式知道,当 X 射线通过晶体时,每一种结晶物质都有自己

将电子束固定在要分析的微区上用波谱仪分析时,改变分光晶体和探测器的位置,即可得到分析点的 X 射线谱线;

用能谱仪分析时,几分钟内即可直接从荧光屏(或计算机)上得到微区内全部元素的谱线。

## (2). 线分析:

将谱仪(波、能)固定在所要测量的某一元素特征 X 射线信号(波长或能量)的位置把电子束沿着指定的方向作直线轨迹扫描,便可得到这一元素沿直线的浓度分布情况。

改变位置可得到另一元素的浓度分布情况。

#### (3). 面分析:

电子束在样品表面作光栅扫描,将谱仪(波、能)固定在所要测量的某一元素特征 X 射线信号(波长或能量)的位置,此时,在荧光屏上得到该元素的面分布图像。改变位置可得到另一元素的浓度分布情况。也是用 X 射线调制图像的方法。

## 材料结构分析试题 (参考答案)

## 一、基本概念题(共8题,每题7分)

1. 实验中选择 X 射线管以及滤波片的原则是什么? 已知一个以 Fe 为主要成分的样品, 试选择合适的 X 射线管和合适的滤波片

答:实验中选择 X 射线管的原则是为避免或减少产生荧光辐射,应当避免使用 比样品中主元素的原子序数大 2~6(尤其是 2)的材料作靶材的 X 射线管。

选择滤波片的原则是 X 射线分析中,在 X 射线管与样品之间一个滤波片,以滤掉  $K_{\beta}$  线。滤波片的材料依靶的材料而定,一般采用比靶材的原子序数小 1 或 2 的材料。

以分析以铁为主的样品,应该选用 Co 或 Fe 靶的 X 射线管,同时选用 Fe 和 Mn 为滤波片。

2. 试述获取衍射花样的三种基本方法及其用途?

5. 什么是缺陷不可见判据? 如何用不可见判据来确定位错的布氏失量? 答: 缺陷不可见判据是指:  $\bar{g} \cdot \bar{R} = 0$ 。确定位错的布氏矢量可按如下步骤: 找到两个操作发射 g1 和 g2,其成像时位错均不可见,则必有 g1 • b=0,g2 • b=0。这就是说,b 应该在 g<sub>1</sub> 和 g<sub>2</sub> 所对应的晶面(h<sub>1</sub>k<sub>1</sub>l<sub>1</sub>)he(h<sub>2</sub>k<sub>2</sub>l<sub>2</sub>)内,即 b 应该平行于这两个晶面的交线,b=g<sub>1</sub>×g<sub>2</sub>,再利用晶面定律可以求出 b 的指数。至于 b 的大小,通常可取这个方向上的最小点阵矢量。

6. 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? 说明二次电子像衬度形成原理。

答: 二次电子像:

- 1) 凸出的尖棱,小粒子以及比较陡的斜面处 SE 产额较多,在荧光屏上这部分的亮度较大。
- 2) 平面上的 SE 产额较小, 亮度较低。
- 3) 在深的凹槽底部尽管能产生较多二次电子,使其不易被控制到,因此相应衬度也较暗。

背散射电子像

- 1) 用 BE 进行形貌分析时, 其分辨率远比 SE 像低。
- 2) BE 能量高,以直线轨迹逸出样品表面,对于背向检测器的样品表面,因 检测器无法收集到 BE 而变成一片阴影,因此,其图象衬度很强,衬度太

电子衍射花样就是(uvw)\*0零层倒易截面的放大像。

多晶面的衍射花样为:各衍射圆锥与垂直入射束方向的荧光屏或照相底片的相交线,为一系列同心圆环。每一族衍射晶面对应的倒易点分布集合而成一半径为 1/d 的倒易球面,与 Ewald 球的相惯线为园环,因此,样品各晶粒{hkl}晶面族晶面的衍射线轨迹形成以入射电子束为轴、20 为半锥角的衍射圆锥,不同晶面族衍射圆锥 20 不同,但各衍射圆锥共顶、共轴。

非晶的衍射花样为一个圆斑。

8. 什么是双光束衍射? 电子衍衬分析时,为什么要求在近似双光束条件下进行?

案答:双光束衍射:倾转样品,使晶体中只有一个晶面满足 Bragg 条件,从而产生衍射,其它晶面均远离 Bragg 位置,衍射花样中几乎只存在大的透射斑点和一个强衍射斑点。

原因: 在近似双光束条件下,产生强衍射,有利于对样品的分析

## 二、综合及分析题(共4题,每题11分)

1. 多晶体衍射的积分强度表示什么? 今有一张用  $CuK_{\alpha}$ 摄得的钨(体心立方)的德拜图相,试计算出头 4 根线的相对积分强度(不计算  $A(\theta)$  和  $e^{-2M}$ ,以最强线的强度为 100)。头 4 根线的  $\theta$  值如下:

$$I_r = P|F|^2 \left( \frac{1 + \operatorname{co} \mathfrak{D}\theta}{\operatorname{si} \hat{\mathbf{n}} \theta \operatorname{co} \theta} \right) = 2.911$$

不考虑 A( $\theta$ )、 $e^{-2M}$ 、P 和 $|F|^2$ 

 $I_1 = 100$ 

 $I_2=6.135/14.12=43.45$ 

 $I_3 = 3.777/14.12 = 26.75$ 

 $I_4 = 2.911/14.12 = 20.62$ 

头 4 根线的相对积分强度分别为 100、43.45、26.75、20.62。

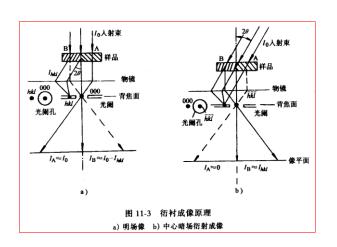
2. 试总结衍射花样的背底来源,并提出一些防止和减少背底的措施。

答:(1) 靶材的选用影响背底:

- (2) 滤波片的作用影响到背底;
- (3) 样品的制备对背底的影响。

措施: (1) 选靶, 靶材产生的特征 X 射线 (常用 Kα 射线) 尽可能小地激发样品的荧光辐射, 以降低衍射花样背底, 使图像清晰。

(2) 滤波,K 系特征辐射包括  $K\alpha$  和  $K\beta$  射线,因两者波长不同,将使样品



设薄膜有 A、B 两晶粒

B内的某(hkl)晶面严格满足 Bragg 条件,或 B 晶粒内满足"双光束条件",则通过 (hkl)衍射使入射强度 IO 分解为 I<sub>hkl</sub> 和 IO-I<sub>hkl</sub> 两部分

A 晶粒内所有晶面与 Bragg 角相差较大,不能产生衍射。

在物镜背焦面上的物镜光阑,将衍射束挡掉,只让透射束通过光阑孔进行成像(明场),此时,像平面上 A 和 B 晶粒的光强度或亮度不同,分别为

 $I_A \approx I_0$ 

 $I_B \approx I_0 - I_{hkl}$ 

B 晶粒相对 A 晶粒的像衬度为

## 材料结构分析复习题

## 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 6.25x10 (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 hv (i)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刨利不相容原理不连续的分布在 K、L、M、N等

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 $\mu$ ,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

 $2d' \sin \theta - n$ 

## 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, $\sin\theta$  =0 时,f=Z 论述题:

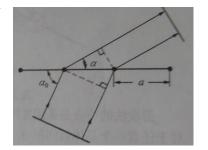
## 一、推导劳埃方程和布拉格方程

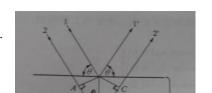
解: 1。推导劳埃方程: 假定①满足干涉条件②X-ray 单 色且平行

如图:以 $\alpha_0$ 为入射角, $\alpha$ 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,  $\lambda$  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(cosα-cosα<sub>0</sub>)=h $\lambda$ b(cos $\beta$ -cos $\beta$ <sub>0</sub>)=k $\lambda$ c(cos $\gamma$ -cos $\gamma$ <sub>0</sub>)=l $\lambda$  此三式即为劳埃方





即  $g/2=k\sin\theta$ 由于 g=1/d  $k=1/\lambda$ 故有  $2d\sin\theta=$ 

同时,由图可知, $\mathbf{k'}$  与  $\mathbf{k}$  的夹角(即衍射束与透射束的夹角)等于是  $2\mathbf{\theta}$  ,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<sub>hkl</sub>=0| <=> 消光 可推出如下消汇丰银行规律

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

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)

子便是一个只与衍射束方向(即布拉格角 $\theta$ )有关的式子:

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

## 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

- (2) 根据 d1 值,在数值索引中检索适当 d 组,找出与 d1、d2、d3 值复合较好的一些卡片。
- (3) 把待测相的三强线的d值和I/II 值与这些卡片上各物质的三强线d值和I//II 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 衍射线条的影响规律,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

: 样。最美国法统等例如晶晶系统的声角,。 课新 98 负图 6 .  $s_{\varphi} - s_{3} = (1+\nu)(\cos{\phi}\sigma_{1} + \sin^{2}{\phi}\sigma_{2})\sin^{3}{\phi}/E$ 

 $\sigma_{1} = \cos^{2} \phi \sigma_{1} + \sin^{2} \phi \sigma_{2}$ 

## 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

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°~3° 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=1~3mm),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

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-钯等金属或合金,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:

利用外延生长方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

解:在倒易空间中,画出衍射晶体的倒易点阵,以倒易原点 0\*为端点做入射波的波矢量 k(00\*),该矢量平行于入射束的方向,长度等于波长的倒数,即 K=1/入

以 0 为中心,1/入为半径做一个球(爱瓦尔德球),根据倒易矢量的定义 0\*G=g, 于是 k'-k=g.由 0 向 0\*G 作垂线,垂足为 D,因为 g 平行于(hkl)晶面的法向 Nhkl,所 以 OD 就是正空间中(hkl)晶面的方面,若它与入射束方向夹角为斯塔,则

O\*D=OO\*sin(斯塔)即 g/2=ksin(斯塔);g=1/d k=1/入 所以 2dsin(斯塔)=入 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.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:多晶体的电子眼奢华样式一系列不同班静的同心圆环

- 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 0.3~0.5mm 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: 机械阀和化学法。
- 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。

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?

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,使它们以弧线路线进入闪烁体,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拖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:

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特点?

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