



材料学院研究生会学术部

材料近代测试研究方法（2002年）

假设出几种元素组合的合金通过急冷的方式形成非晶态合金1;这样的非晶态材料在被加热到某一温度时,将发生非晶态——晶态的转变2;在转变初期可能在非晶态基体中析出细小的合金颗粒3;随后将发生晶粒长大4;全部晶化后(或晶化过程中)将可能发生第二相合金的析出5;也可能发生反应生成某种化合物6。

问题:请根据你所了解得分析测试方法,例举1-6步骤中每一个实验环节可以选用的测试方法,叙述简单的原理。如有多种方法,请比较特点,并排出选用的优先级。

设采用的蒸发沉淀的方法制备总厚度为1mm的Al/Ti 纳米多层薄膜(60分)

1. 蒸发时设计的名义层间距 (Al层厚+Ti层厚)为3nm,Al 层厚: Ti 层厚=1: 1;蒸发沉积时,根据蒸发沉积的条件,可能形成纳米多层膜,也可能是混合膜;①如果形成的是纳米多层膜,在纳米多层膜地界面处,可能是清晰的界面,也可能是有一定的Al、Ti的混合;②如果形成的是纳米多层膜,混合物可能是非晶态、可能是晶态、也可能是非静态的晶体中分布一定的小晶粒;③如果混合膜是晶态,晶态可能是纳米尺度,也可能是较大晶粒;④可能是Al、Ti的机械混合物,也可能是行成了 Ti_3Al 、 $TiAl$ 、 $TiAl_3$ 等。⑤

2. 蒸发沉积后如果在真空中进行扩散处理。

因为设备条件(例如真空度较低)的原因,可能会造成过多的吸附 O_2 也可能发生氧化现象;⑥

这种氧化现象,可能只发生在样品的表面,也可能纳米多成膜全部发生氧化。⑦

问题:请根据所了解的分析测试方法,列举①—⑦步骤中每一个实验环节可以选用的测试方法,叙述简单的原理,如有多种方法,请比较特点,并排出选用的优先级。



材料学院研究生会学术部

材料近代测试研究方法(2003年)

一：设采用的蒸发沉淀的方法制备总厚度为1mm的Al/Ti 纳米多层薄膜（60分）

1. 蒸发时设计的名义层间距（Al层厚+Ti层厚）为3nm, Al 层厚: Ti 层厚=1: 1; 蒸发沉积时，根据蒸发沉积的条件，可能形成纳米多层膜，也可能是混合膜；① 如果形成的是纳米多层膜，在纳米多层膜地界面处，可能是清晰的界面，也可能是有一定的Al、Ti的混合；② 如果形成的是纳米多层膜，混合物可能是非晶态、可能是晶态、也可能是非静态的晶体中分布一定的小晶粒；③ 如果混合膜是晶态，晶态可能是纳米尺度，也可能是较大晶粒；④ 可能是Al、Ti的机械混合物，也可能是行成了 Ti_3Al 、TiAl、 $TiAl_3$ 等。⑤

2. 蒸发沉积后如果在真空中进行扩散处理。

因为设备条件（例如真空度较低）的原因，可能会造成过多的吸附 O_2 也可能发生氧化现象;⑥

这种氧化现象，可能只发生在样品的表面，也可能纳米多成膜全部发生氧化。⑦

问题：请根据所了解的分析测试方法，列举①—⑦步骤中每一个实验环节可以选用的测试方法，叙述简单的原理，如有多种方法，请比较特点，并排出选用的优先级。

二：回答下列问题（40分）

1、试简述Raman光谱法、红外光谱法和紫外—可见吸收光谱法在结构分析中的特点。

2、请预测化合物N- Φ （苯环）- OCH_2CH_3 的高分辨率核磁共振氢谱图，包括化学位移、裂分数及每个峰的相对强度。说明理由。

3、请简述所了解的热分析基本原理。若要测定某中高聚物的玻璃化转变温度（ T_g ），可以选用那几种热分析方法，请勾画出测量曲线，并根据国际热分析协会的规定，说明玻璃化转变温度点的取法。



材料学院研究生会学术部

材料近代测试研究方法(2004年)

一、设采用蒸发沉积的方法制备总厚度为1mm的A/B纳米多层薄膜。设A的原子序数 <20 , B的原子序数 >40 。

1、设法使设计的名义层间距(A层厚-B层厚)为3nm, A层厚: B层厚=1:1,

蒸发沉积时, 根据蒸发沉积条件, 可能形成纳米多层膜, 也可能是混合膜①

如果形成的是纳米多层膜, 在纳米多层膜的界面处, 可能是清晰的界面, 也可能是在非晶态的晶体中分布一定的小晶粒; ②

如果形成的是混合膜, 混合膜可能是非晶态、可能是晶态、也可能是在非晶态的基体中分布一定的小晶粒; ③

如果混合膜是晶态, 晶粒可能是纳米尺度, 也可能是较大晶粒; ④

可能是A、B的机械混合物, 也可能是形成 A_3B 、 AB 、 AB_3 等; ⑤

如果混合膜是非晶态, 在加热过程中将产生非晶态—晶态的转变, 请确定转变温度; ⑥

2、蒸发沉积后, 如果在真空中进行扩散处理。

因为设备条件(例如真空度较低)的原因, 可能会造成过多的吸附 O_2 , 也可能发生氧化现象; ⑦

这种氧化现象, 可能只发生在样品的表面, 也可能会纳米多层膜全部发生氧化。⑧

问题: 请根据你所了解的分析测试方法, 例举①—⑧步骤中每一个试验环节可以选用的测试方法, 叙述简单的原理, 给出预想的测试结果。如有多种方法, 请比较特点, 并排出选用的优先级。

二、回答下列问题。(40分)

1. 采用什么方法可以区分 $n \rightarrow \pi^*$ 和 $\pi \rightarrow \pi^*$ 跃迁类型?

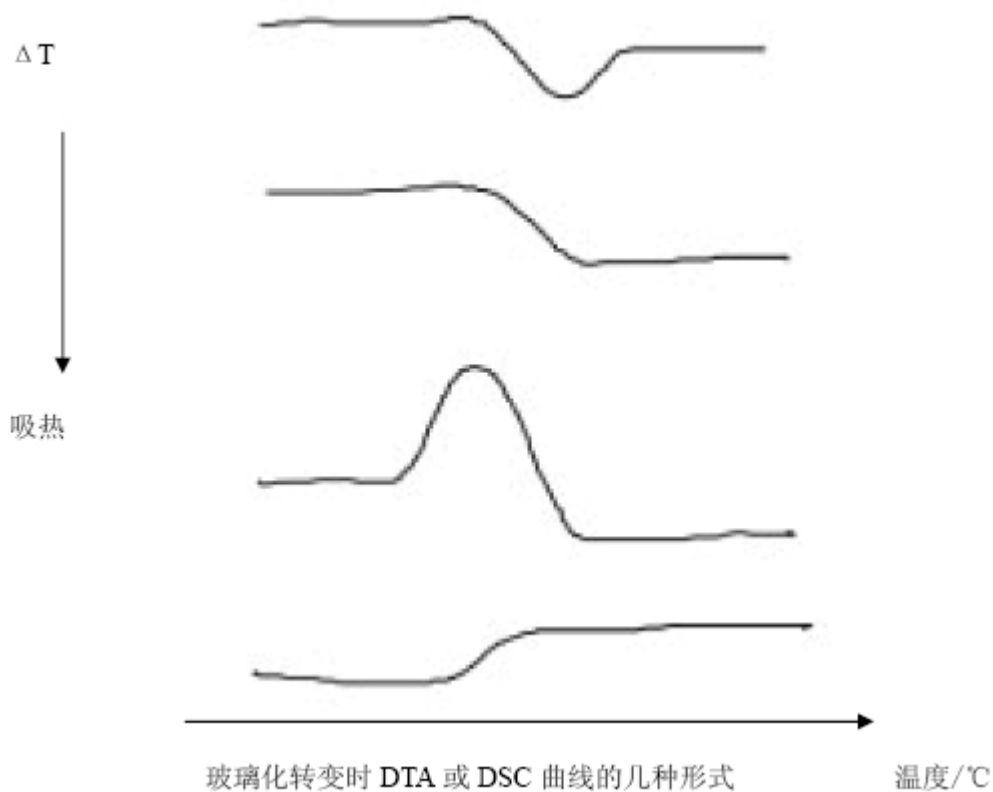
2. 不考虑其他因素条件的影响, 在羧、醛、酯、酰胺和酰氯类化合物中, 出现羰基($C=O$)伸缩振动频率的大小顺序应如何? 请说明理由。

3. 请预测氨(NH_3)中质子峰的裂分数与强度比。



材料学院研究生会学术部

4. 可以用哪几种热分析方法测量高聚物的玻璃化转变温度？如何取法？阐述影响玻璃化转变温度测定值的主要因素。高聚物在 T_g 时，DSC或DTA曲线可能出现如下图所示的四种情况，请说明原因。

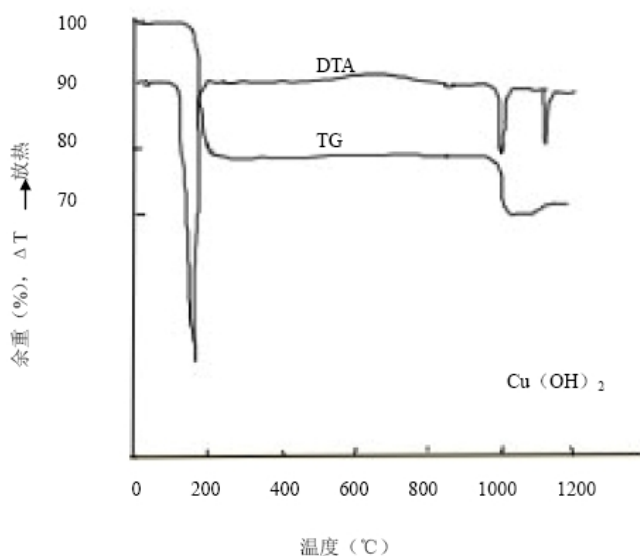




材料学院研究生会学术部

材料近代测试研究方法（2005年）

- 1、例举你所了解的表面成分分析方法，并阐述基本原理，比较各种方法的主要特点。（25分）
- 2、当基体中有数十至数百纳米的第二相粒子析出时，可采用哪几种方法进行测试分析？阐述各种方法的特点。（10分）
- 3、有哪几种方法可以测试非晶态的晶化温度？哪种最为简便？（5分）
- 4、原子力显微镜与透射电镜都可以观察磁畴，有何不同？（5分）
- 5、描述透射电镜明场像与暗场像的成像原理。（5分）
- 6、阐述扫描隧道显微镜的原理以及两种主要的工作模式。（10分）
- 7、简述激光拉曼光谱法、红外光谱法和紫外—可见吸收光谱法在结构分析中的特点。 CS_2 是线性分子，试画出它的基本振动类型，并指出哪些振动是红外活性的？哪些振动是拉曼活性的？（10分）
- 8、预测氨（ NH_3 ）中质子峰的裂分数和强度比。（5分）
- 9、简述你所了解的热分析方法的基本原理。若要测定某种高聚物的玻璃化转变温度（ T_g ），可以选用哪几种热分析方法？请勾画出其测量曲线，并根据国际热分析协会的规定，说明玻璃化转变温度点的取法，简单阐述影响玻璃化转变温度测定值的主要因素。（15分）
- 10、 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 在多孔坩埚中测得的DTA和TG曲线如下图所示，在DTA曲线上每个谱峰处所涉及的是什么样的转变？在TG曲线上每一个平台对应什么产物？写出相应的反应式。（10分）





材料学院研究生会学术部

2008年《材料近代测试技术》试题

一、 回答以下问题（20 分）

- 1、绘出电子束入射方向平行于 AB 二元体心立方固溶体[110]方向的衍射斑点，并标出相应的晶面指数：
- 2、如果上述衍射斑点中的（002）衍射面严格满足了布拉格条件，其它衍射斑点的强度将如何变化？
- 3、采用 X 射线衍射的方法是否可以观察位错？为什么？

二、 有一块多元合金材料，需要进行表面或结构分析（30 分）：

- 1、如果要分析表面成分，并且可以使用扫描电镜和电子探针，你认为如何使用合理？
- 2、如果要分析是否有新相析出，你认为可以采用什么方法（可以多种）？简述其基本原理。
- 3、如果析出的新相与母相有取向关系，你拟采取什么方法表征？
- 4、如果表面可能有小于 10nm 的氧化层，如何确定是哪种合金元素氧化？如何确定氧化层厚度？
- 5、如果已知该样品是由Nb-Si二种元素组成，其相结构为Nb基固溶体（Si含量低）与NbSi₂，如何定量测试相对相组成？说明拟采用测试方法的原理。

三、 一光滑金属样品表面发生多处局部氧化，你认为采用什么方法进行分析量为简便、直观？（10 分）

四、 简答题（25 分）：

- 1、请预测苯和甲苯的紫外吸收峰的相对位置，并说明理由。
- 2、在乙醇（含痕量酸）核磁共振氢谱中，CH₂因受到临近CH₃中三个氢核的自旋偶合作用而使谱峰分裂成四重峰，但CH₂谱峰不会受同碳原子和OH质子的影响而进一步分裂，其原因是什么？
- 3、下面各基团 S-S、C=C、C=O、N=N、C≡C、C≡N、C=S、O-H、S-H、X=Y=Z、C=N=C 或 O=C=O 等，你认为分别可以采用什么分析方法对其进行表征？说明理由。



材料学院研究生会学术部

4、有一个高聚物片材，需要测定其玻璃化转变温度，你拟采用何种热分析方法？简述其基本原理和玻璃化转变温度的取法。

五、采用综合热分析方法测得氢氧化铜的 DTA/TG 曲线,如图 1 所示,请分析在试验温度范围内氢氧化铜发生的反应,以 TG 曲线上各平台对应的物质,并写出反应方程式。请说明综合热分析比单一的热分析有何优点。(15 分)

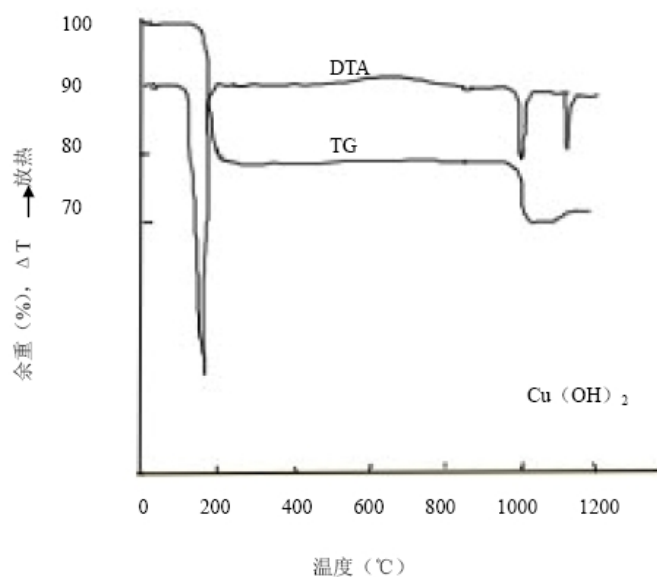


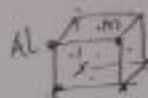
图 1 氢氧化铜的 DTA/TG 曲线

考试日期: 2014 年 12 月 10 日

考试科目: 《材料近代测试技术》(A 卷)

注意事项: 1. 不必抄题, 标明题号, 请将答案写在答题纸上。

题目:



Si 2p

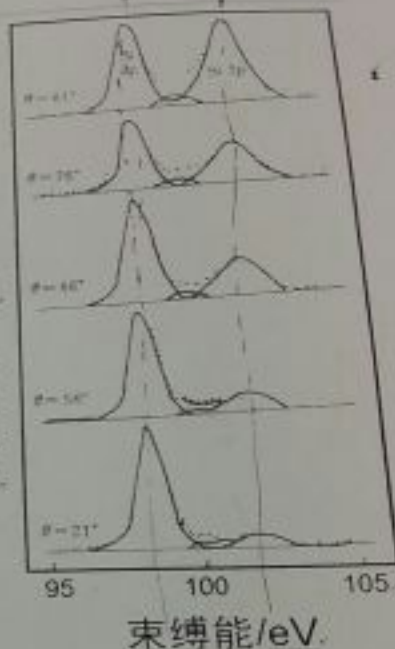
$$h^2 = h^2 + k^2 + l^2$$

$$h = 0$$

$$h^2 = k^2 + l^2$$

1. 右图为 Si 2P (约为 99eV) 光电子谱, 图中 θ 角为接收信号方向与样品表面法线的夹角。请回答: 可从该光电子谱中获得哪些有关样品的信息?
2. 请给出入射电子束平行于 Ni_3Al (有序面心立方结构, Ni 原子位于面心位置, Al 原子位于顶角位置) 的 [100] 和 [111] 方向的电子衍射图谱, 并标出衍射斑点的晶面指数。简要说明你是如何绘制电子衍射图谱的。
3. 有一块状非晶合金材料, 经真空中加热处理发生晶化。晶化是由析出纳米晶、纳米晶长大、形成多晶合金等过程构成。
 - (1) 针对你认为应该进行测试的各个环节 (至少给出 3 个), 根据所掌握的知识, 指出每个环节需要测试的内容与相应的测试方法, 并简述所用方法的基本原理。
 - (2) 如果选用 X 射线进行测量, 请给出原始状态、晶化初期、形成多晶三个阶段的测试结果示意图。
 - (3) 根据原始状态的 X 射线散射图谱, 可以获得哪些信息?

Si 2P 光电子强度 / 任意单位



二、(本题满分 40 分) 采用某种改性环氧树脂体系, 制备了树脂浇注体和玻璃纤维增强复合材料层压板。请根据你所掌握的测试分析方法回答下列问题:

1. 阐述如何考察改性环氧树脂基体的固化行为。
2. 可选用哪几种热分析方法测定浇注体和层压板的玻璃化转变温度?
3. 如何考察树脂基体 (浇注体) 的尺寸稳定性?
4. 一般来说, 复合材料的力学性能除了取决于基体树脂和玻璃纤维本身的性能, 还取决于基体树脂和玻纤之间的界面粘结力。采用何种分析测试技术研究改性环氧树脂/玻璃纤维层压板的断口形貌, 并简述如何判断玻纤与改性环氧树脂基体间的粘接好坏。
5. 简述你所采用的测试方法的基本原理。