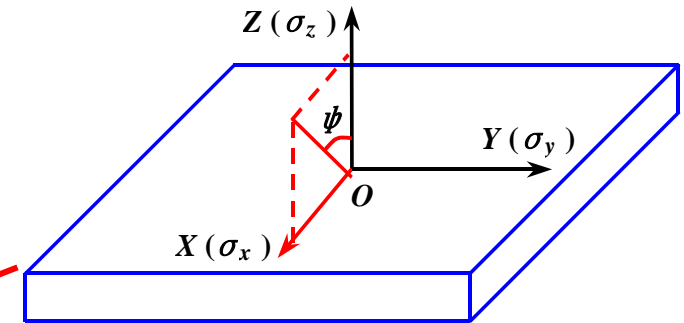


1.为了测定某材料的应力常数 K ，在单轴拉伸状态下进行原位X光测定，使用 Cr-K_α 为辐射源，实验过程中材料始终处于弹性段，在不同应力下，用固定 Ψ 方法，分别在垂直于拉伸方向以及与拉伸方向呈 45° 方位上，测定某衍射晶面的 2θ 角，结果如表所示。

	应力(MPa)	0	300	500
2θ (deg)	垂直方向	154.2	154.7	155.0
	45度方向	154.2	153.7	153.4

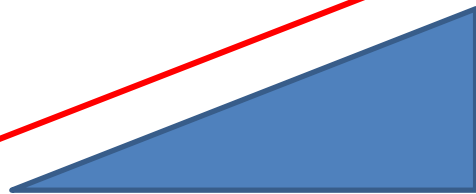
- 1) 计算该材料在这种情况下的应力常数 K 。
- 2) 若辐射源改为 Cu-K_α ，则应力常数为？

$$\frac{1+\nu}{E} \sigma_x \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_x + \sigma_y) = -\frac{1}{2} \frac{\pi}{180^\circ} \cot \theta_0 (2\theta_{\phi=0} - 2\theta_0)$$



2θ

when $\phi=0^\circ$



$$M = \frac{\partial(2\theta_{\Phi=0})}{\partial \sin^2 \Psi} = -2 \frac{1+\nu}{E} \frac{180^\circ}{\pi} \frac{1}{\cot \theta_0} \sigma_x$$

$$K = -\frac{E}{2(1+\nu)} \cdot \frac{\pi}{180^\circ} \cot \theta_0 \quad (\text{MPa}/^\circ)$$

x射线弹性常数或x射线应力常数，
简称应力常数

$$\sigma_x = K \cdot M = K \frac{\partial(2\theta_{\Phi=0})}{\partial \sin^2 \Psi}$$

$\sin^2 \psi$

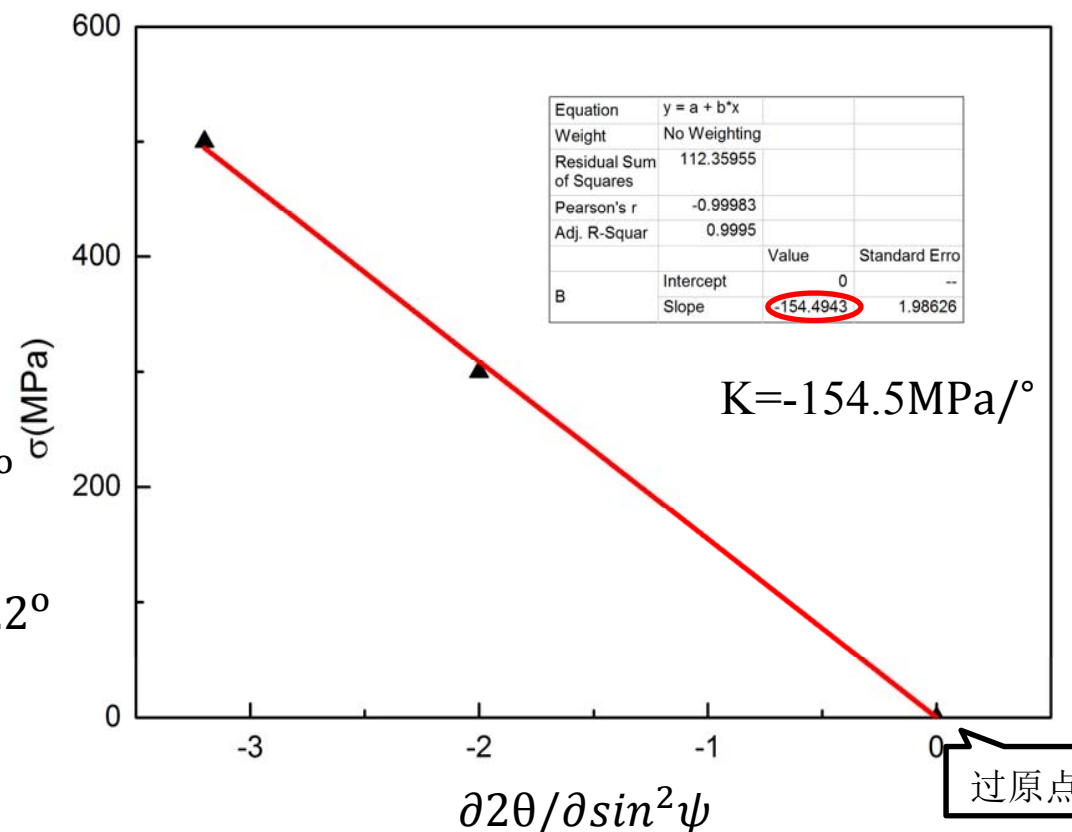
(1)

$$\sigma = K \left(\frac{\partial 2\theta}{\partial \sin^2 \psi} \right)$$

$$\text{当 } \sigma = 0 \text{ 时, } \frac{\partial 2\theta}{\partial \sin^2 \psi} = 0$$

$$\text{当 } \sigma = 300 \text{ MPa 时, } \frac{\partial 2\theta}{\partial \sin^2 \psi} = -2^\circ$$

$$\text{当 } \sigma = 500 \text{ MPa 时, } \frac{\partial 2\theta}{\partial \sin^2 \psi} = -3.2^\circ$$



(2)

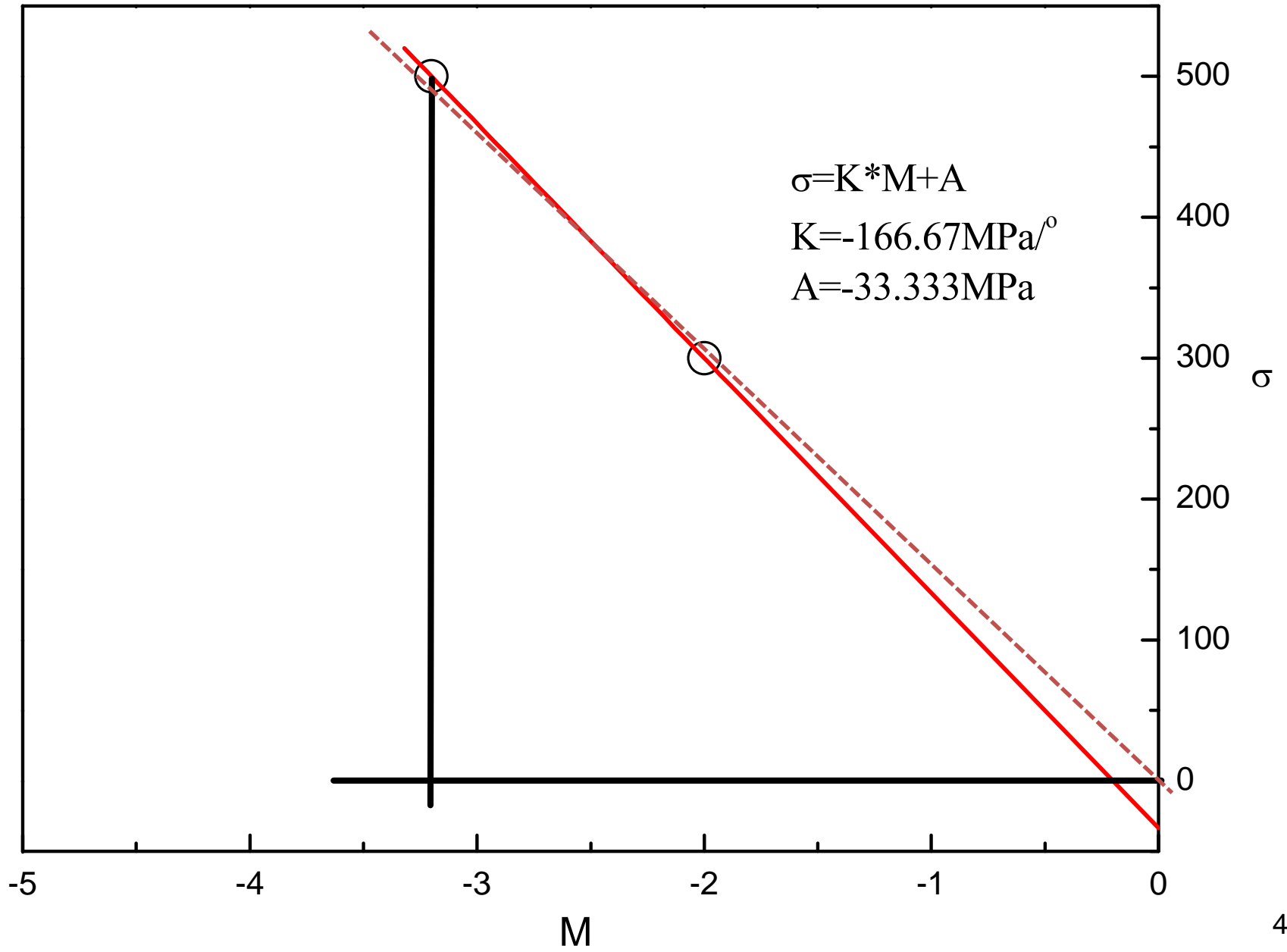
$$K = -\frac{E}{2(1+\nu)} \frac{\pi}{180^\circ} \cot \theta_0$$

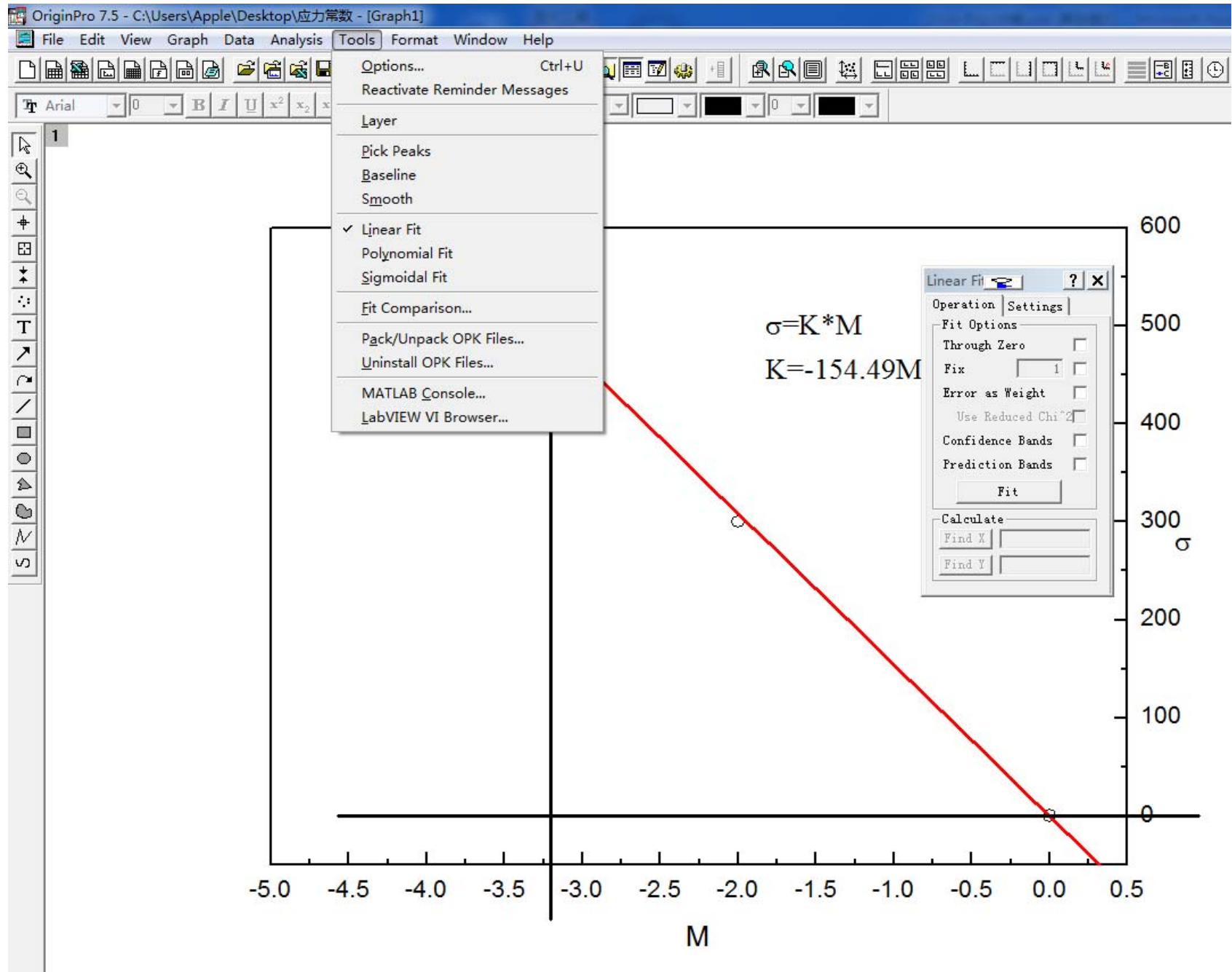
$$\text{由布拉格方程推导可得, } \frac{\sin \theta_0}{\sin \theta'_0} = \frac{\lambda_{Cr-K\alpha}}{\lambda_{Cu-K\alpha}}$$

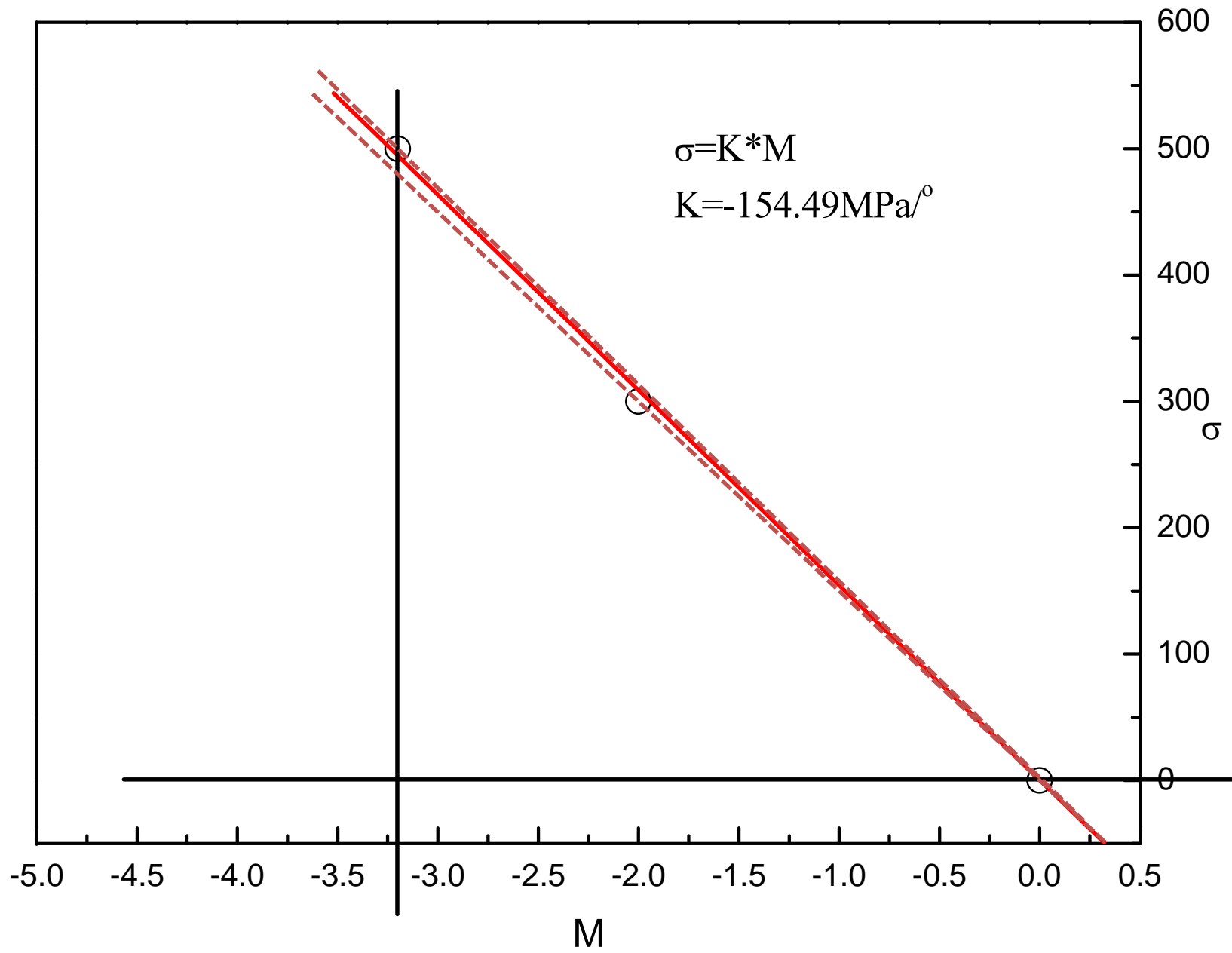
$$\theta_0 = 77.1^\circ, \lambda_{Cr-K\alpha} = 0.22909 \text{ nm}, \lambda_{Cu-K\alpha} = 0.15418 \text{ nm}$$

$$\text{代入计算得 } \theta'_0 = 41^\circ$$

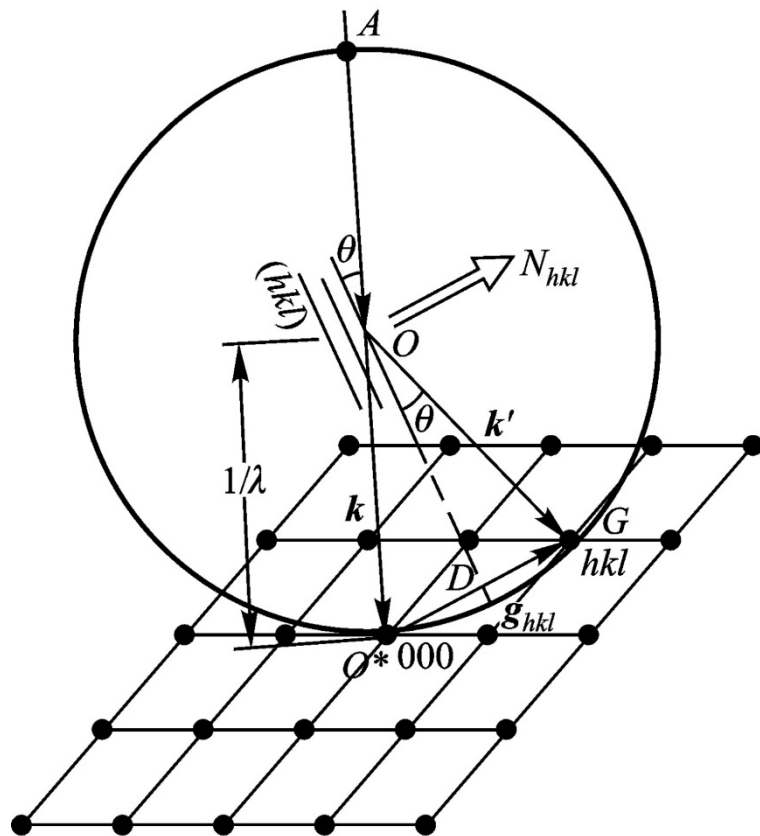
$$\text{故辐射源改为 Cu-}K_\alpha \text{ 后, } K' = \frac{\cot \theta'_0}{\cot \theta_0} \cdot K = -776 \text{ MPa}/^\circ$$







2. 画出爱瓦尔德球构图，推导 $\mathbf{K}' - \mathbf{K} = \mathbf{g}$ 与布拉格公式 $2d \sin\theta = \lambda$ 的等价性；进一步说明为什么电子束对称入射时，单晶电子衍射花样是某个 $(uvw)_0^*$ 零层倒易平面的放大像。



由图中的几何关系可以得知：

$$k \cdot \sin(\theta) = g/2$$

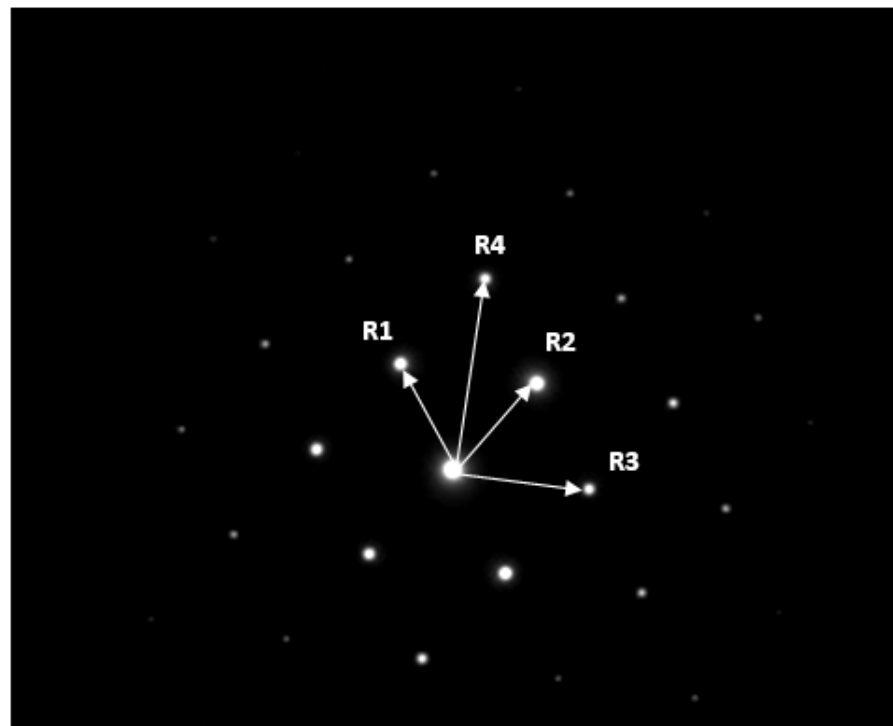
（直角三角形 OO^*D 中）

带入 $k = 1/\lambda$ ， $g = 1/d$

就得到了布拉格公式 $2d \sin\theta = \lambda$

由于电子波长很小，爱瓦尔德球半径很大，与倒易点阵相交的部分近似看作是一个平面，因此单晶电子衍射花样是某个 $(uvw)_0^*$ 零层倒易平面的放大像。

4. 下图为 Si 在某晶带轴方向下拍摄的电子衍射花样，经过测量， $R_1=R_2=0.50\text{mm}$ ， $R_3=0.58\text{mm}$ ， $R_4=0.815\text{mm}$ ， $\angle(R_1,R_4)=\angle(R_4,R_2)=35.3^\circ$ ， $\angle(R_2,R_3)=54.7^\circ$ ；已知 Si 晶体结构为 A4 结构，晶格常数 $a=0.543087\text{nm}$ 。
- (1) 请标定该电子衍射花样（各斑点指数及晶带轴）；
 - (2) 计算有效相机常数；
 - (3) 计算 R3 和 R4 斑点对应的干涉面间距；
 - (4) 推导 Si 的结构因子及消光条件；
 - (5) 在 Si 的粉末 XRD 中不会出现 R3 所对应的衍射峰，而在电子衍射中却有 R3 衍射斑点，请解释原因。
 - (6) 请计算并画出 Si 在 $[100]$ 晶带轴下的衍射花样，并比较其与 fcc 纯金属在 $[100]$ 晶带轴下衍射花样的不同。



4. (1), (2), (3) 基本关系:

⇒ 由于 $|\vec{g}_{hkl}| = \frac{1}{d_{hkl}}$, $|\vec{k}| = \frac{1}{\lambda}$, 爱瓦尔德球半径很大, 可以认为:

$\vec{R} \parallel \vec{g}_{hkl}$. 因此, 根据三角形相似关系: $\frac{L}{R} = \frac{|\vec{k}|}{|\vec{g}_{hkl}|} = \frac{d_{hkl}}{\lambda}$

$$\Rightarrow R \propto \frac{1}{d_{hkl}} \propto \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$(1) \therefore R_1^2 : R_2^2 : R_3^2 : R_4^2 = 0.15 : 0.15 : 0.3364 : 0.6642 \\ = 3 : 3 : 4 : 8$$

$$\cos \angle(R_1, R_2) = \cos 70.6^\circ = 0.332 \approx \frac{1}{3}$$

注意到 R_1, R_2 对应 $\{111\}$, R_3 对应 $\{200\}$, R_4 对应 $\{220\}$

$$\text{以及 } \vec{R}_1 + \vec{R}_2 = \vec{R}_4, \quad \vec{R}_1 + \vec{R}_3 = \vec{R}_2.$$

综合考虑, $R_1: 111$ 晶带轴 $\vec{R}_3 \times \vec{R}_4 = [1\bar{1}0]$

$$R_2: 1\bar{1}\bar{1}$$

$$R_3: 00\bar{2}$$

$$R_4: 220$$

(不唯一)

(3) R_3 干涉面间距: $d_{200} = \frac{a}{2} = 0.2715 \text{ nm}$. (2) 有效相衬常数: $K = \frac{|\vec{R}_3|}{|\vec{g}_3|} = |\vec{R}_3| \cdot d$.

R_4 ———— : $d_{220} = \frac{a}{2\sqrt{2}} = 0.1920 \text{ nm}$.

$$\therefore \text{由 } R_3 \cdot d_{200} = 0.1575 \text{ nm} \cdot \text{nm}$$

$$R_4 \cdot d_{220} = 0.1565 \text{ nm} \cdot \text{nm}$$

(可求两个平均, 或任取其一)

14) 2种计算方式. 一种是考虑所有原子, 另一种是看作2个原子^合在(1000)和 $(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4})$ 处的面心点阵的组合. 这里方便起见, 仅写出第2种.

记面心点阵结构因子为 F_{fcc} .

$$\text{则 } F = F_{fcc} + F_{fcc} \cdot e^{2\pi i (\frac{h}{4} + \frac{k}{4} + \frac{l}{4})} = F_{fcc} \cdot (1 + e^{\pi i (h+k+l)/2})$$

\therefore 当 h, k, l 为奇偶混合时, $F_{fcc} = 0$ 消光.

当 h, k, l 为全奇时, $F = 4f(1 \pm i) \therefore |F|^2 = 32f^2$

当 h, k, l 为全偶时, 若 $h+k+l = 4n$, 则 $F = 8f, |F|^2 = 64f^2$

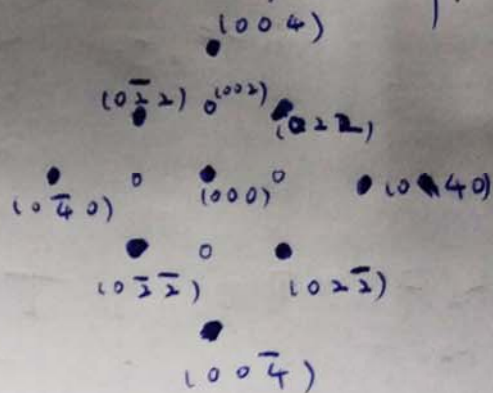
若 $h+k+l = 4n+2$, 则 $F = 0$ 消光.

15) 二次衍射.

由于原子对电子散射作用远强于X射线, 因此衍射束可作为新的入射束再次发生衍射.

16) 衍射面与晶带轴平行.

取 $h=0$, 考虑到消光条件.



其中空点是在 fcc 晶格衍射花样中会出现, 但这里会消光或呈现二次衍射点.

4. 现利用SEM清晰分辨直径为10nm的圆形粒子，所需要的最小放大倍数是多少？SEM成像中，通常清晰分辨一个结构细节，需要用3×3以上像素进行同步记录；那么清晰分辨直径为10nm的圆形粒子，SEM分析时，电子束斑尺寸应如何选择？

确定最小放大倍数：

物体放大之后尺寸能够达到肉眼的分辨率，即

粒子直径×最小放大倍数=人眼分辨率

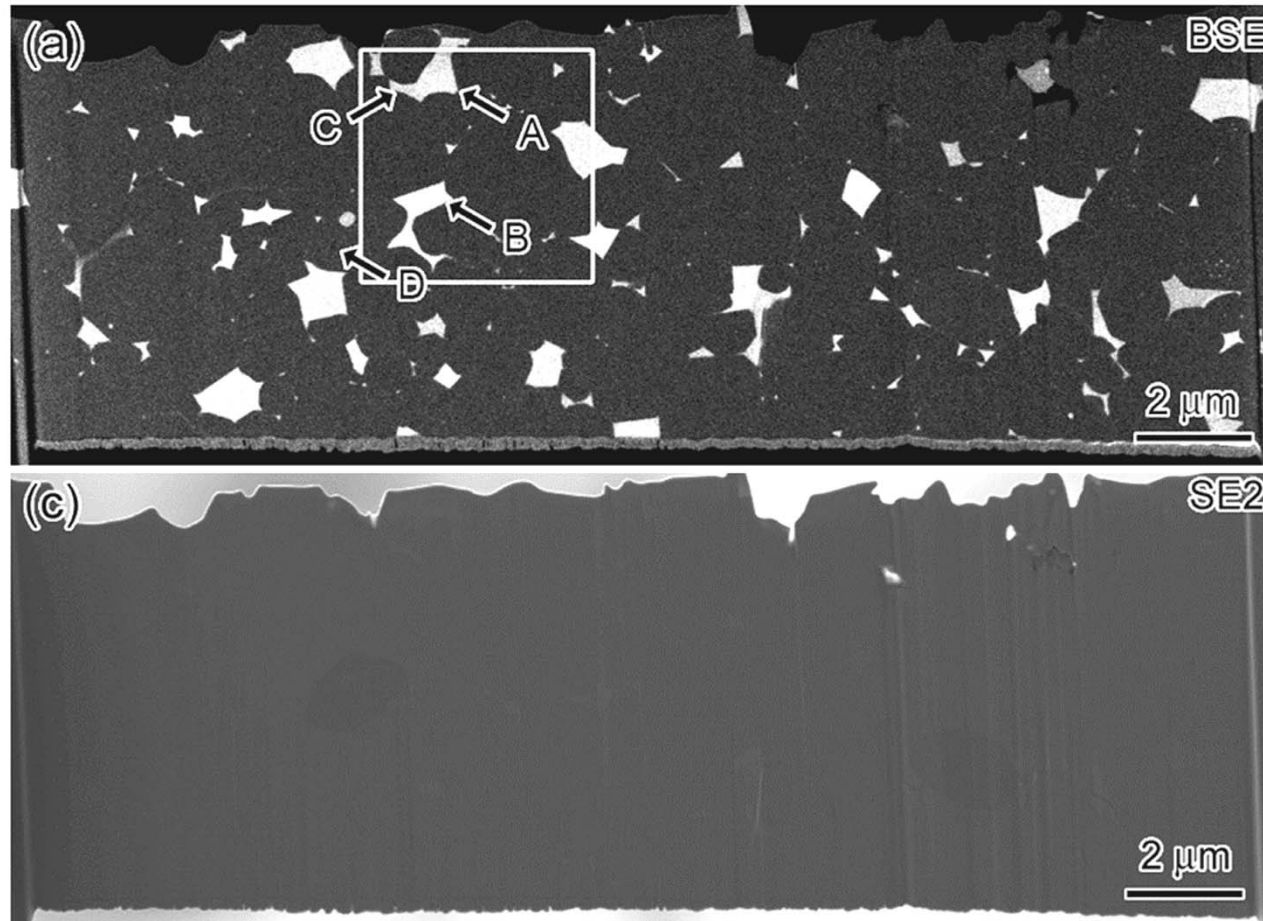
$$10\text{nm} \times M = 0.1\text{mm} \text{ (人眼分辨率)}$$

$$M = 10000$$

电子束斑尺寸：

$$d \leq 10\text{nm}/3 = 3.33\text{nm}$$

5. 一个样品同一个区域分别用背散射模式(BSE)和二次电子模式(SE)分析, 获得的SEM图片如下, 请对比分析两幅SEM图片的不同。

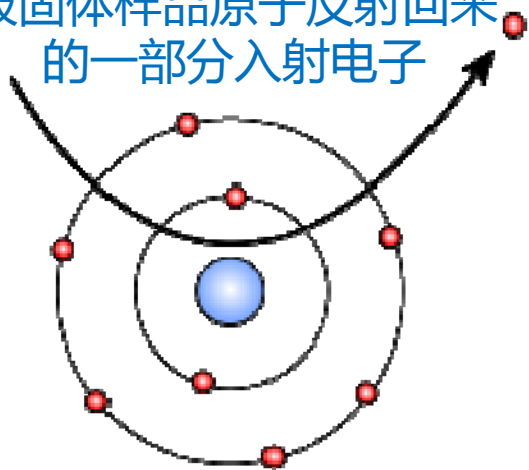


电子束与固体作用时产生的信号

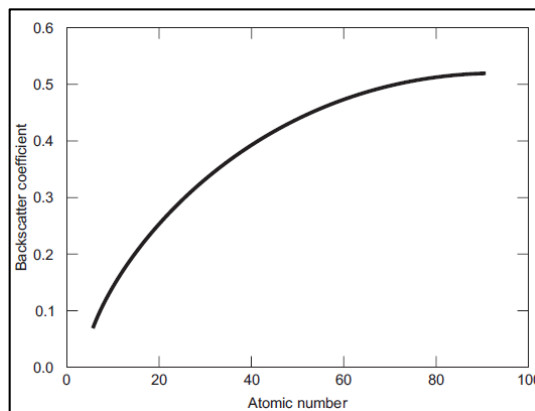
- 背散射电子（BSE）

入射电子受到样品原子核散射而大角度反射回来的电子称为背散射电子，能量损失小于1eV。

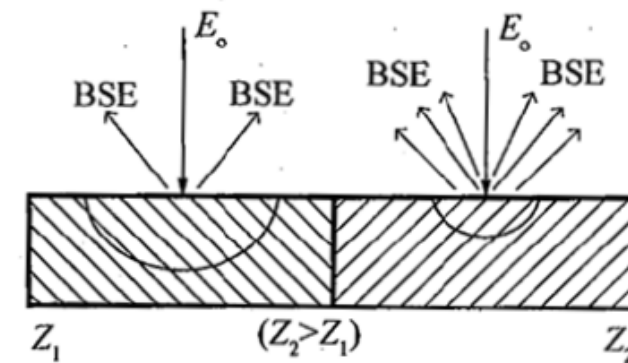
被固体样品原子反射回来的一部分入射电子



原理图



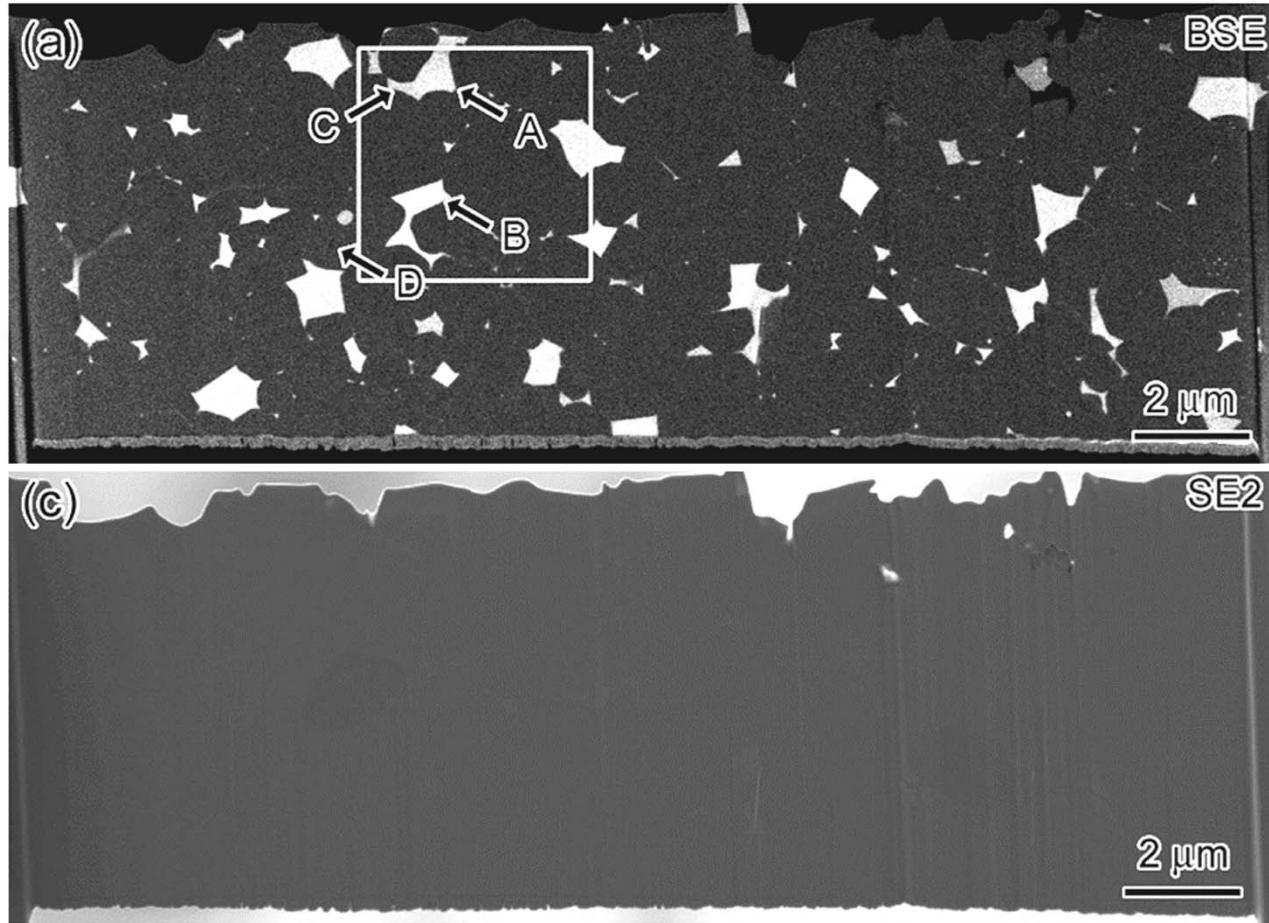
背散射电子产额与样品平均原子序数相关



入射电子被原子核反弹形成背散射电子

产额与原子核状态有关

对材料成分衬度敏感



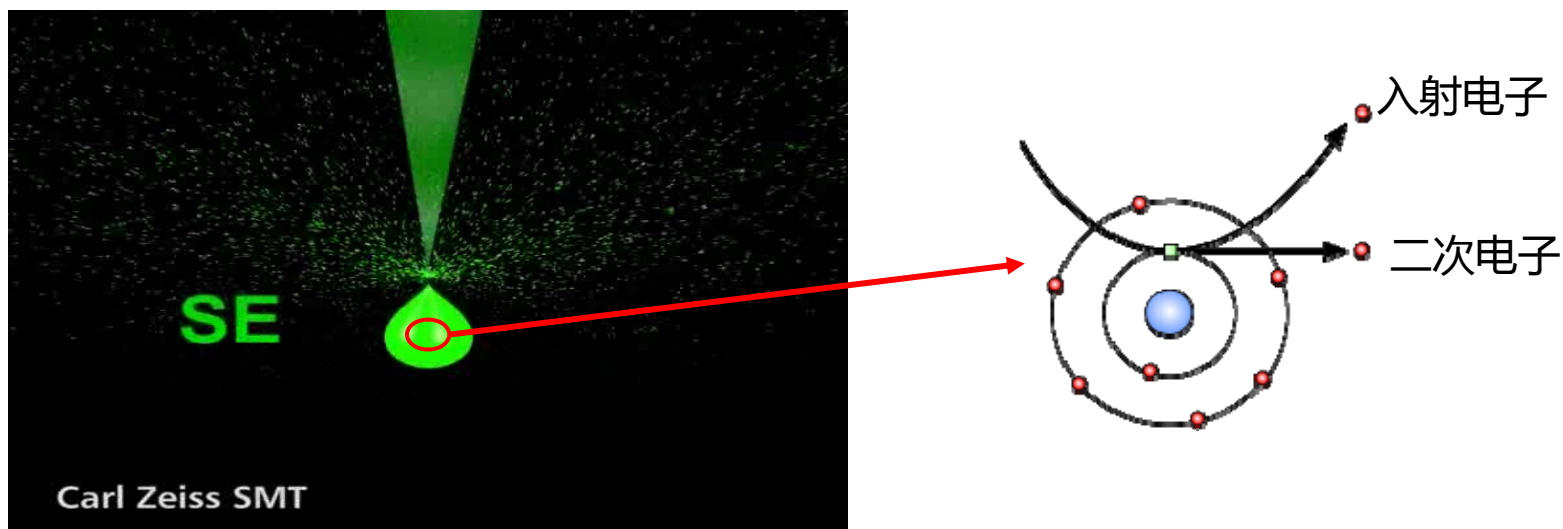
背散射电子产生的图像衬度受原子序数影响很大，因此可对材料进行定性的成分分析，样品中重元素区域对应图像上是亮区，轻元素的区域则是暗区。

图中可以看出（不同的两种相）存在明显的成分差异。

电子束与固体作用时产生的信号

- 二次电子 (SE)

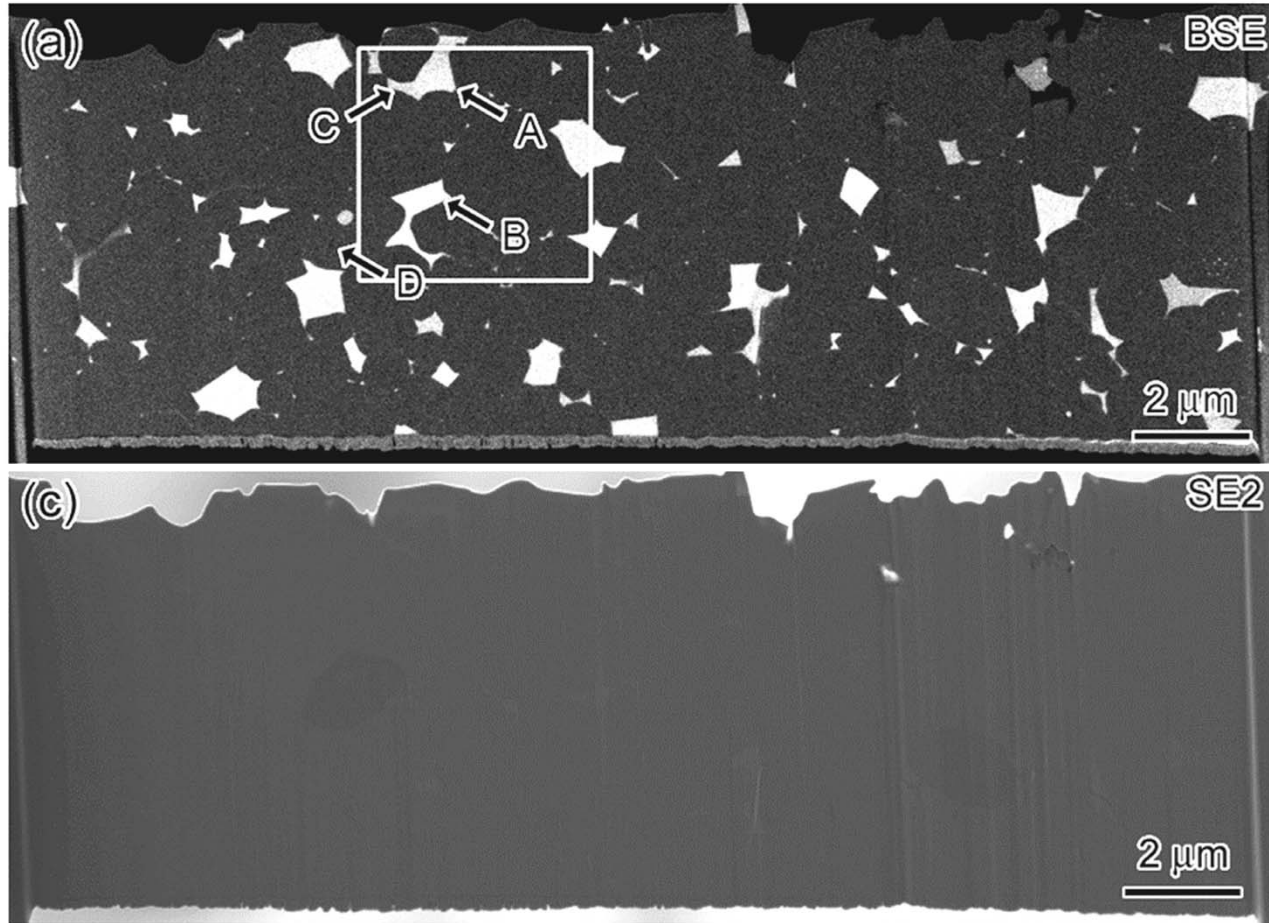
高能电子束轰击样品表面，入射电子与样品相互作用后，使样品原子的外层电子受激发而逸出样品表面，能量小于50eV，来自样品表面5-10nm的区域，不包含与元素相关的信息



二次电子能量低

深度10nm以内

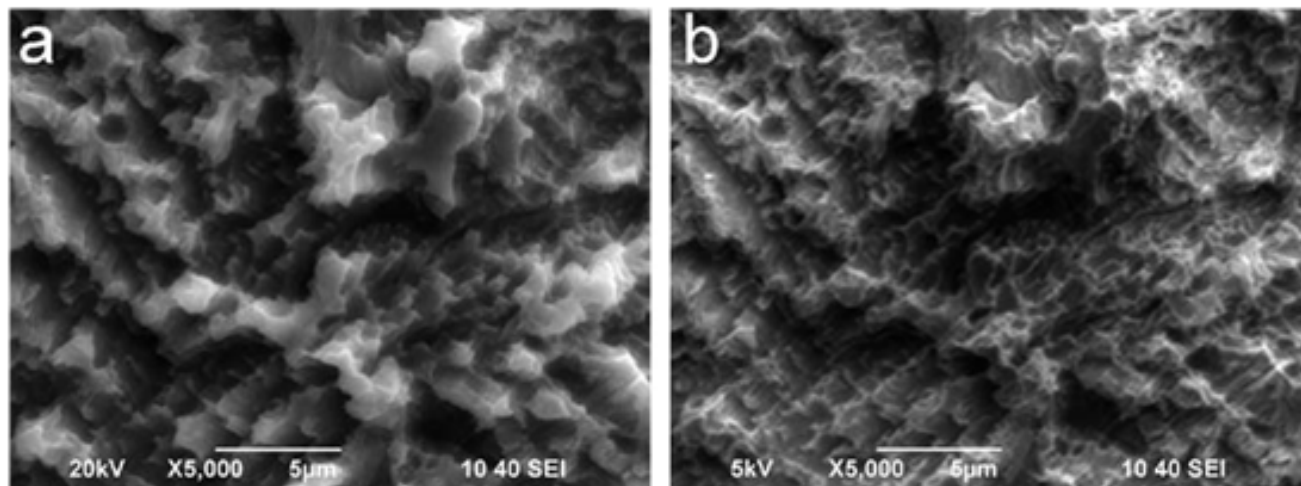
对材料表面形貌起伏敏感



二次电子产生的图像衬度主要受表面形貌影响，二次电子形貌衬度最大用途是观察断口形貌，可用作抛光腐蚀后的金相表面及烧结样品的表面分析。

图中可以看出，试样表面各处亮度相同，因此表面十分平整，说明样品抛光后未经过腐蚀处理。

3. SEM 分析时，通常降低电子束加速电压，可以减小电子束作用深度和扩展范围，有利于表面结构细节分辨；下图 (a, b) 为经过深腐蚀的钛合金样品，分别在 20kV 和 5kV 加速电压下的 SEM 照片，由图可见，图 b 并未呈现出比图 a 更好的分辨率和图片质量，你觉得可能原因有哪些？



电子束斑直径

$$D^2 = 0.4 \frac{I_0}{B^2 \alpha^2} + \frac{1}{4} C_s^2 \alpha^6 + C_c^2 \alpha^2 \left(\frac{\Delta V}{V_0} \right)^2 + (1.22 \lambda / \alpha)^2$$

低加速电压

- ✓ 有较高的电子束能量变化，产生较大的色差，导致分辨率的下降
- ✓ 降低SE产额，产生更多低能SE，被检测器检测的SE显著减少，衬度降低

仪器电子源本身的亮度不足，在低加速电压下，色差较大，电子束斑直径较大，分辨率下降。同时二次电子产额不足，信号更难被检测到，衬度降低