

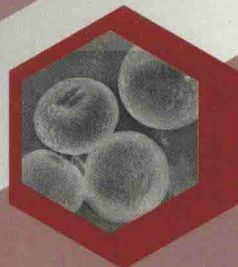
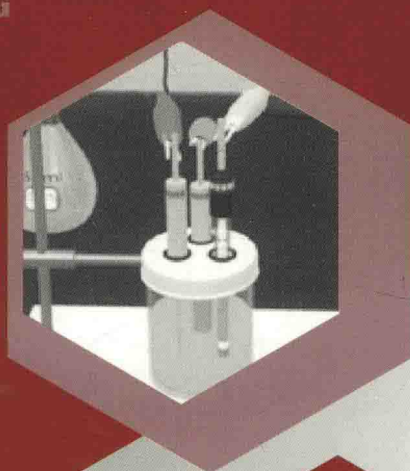
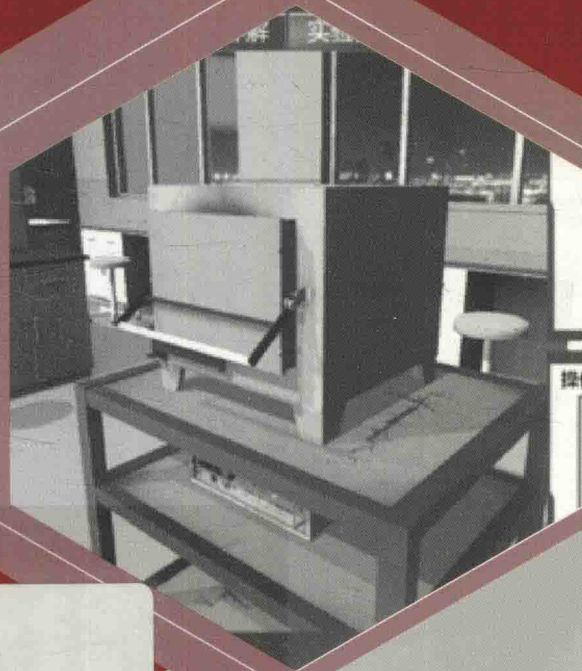


高等学校材料类规划教材

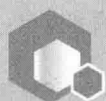
实用材料科学与工程 虚拟仿真实验教程

杜芳林 王兆波 肖海连 等编著

SHIYONG CAILIAO KEXUE
YU GONGCHENG XUNI FANGZHEN SHIYAN JIAOCHENG



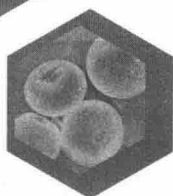
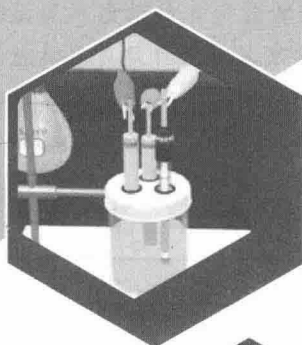
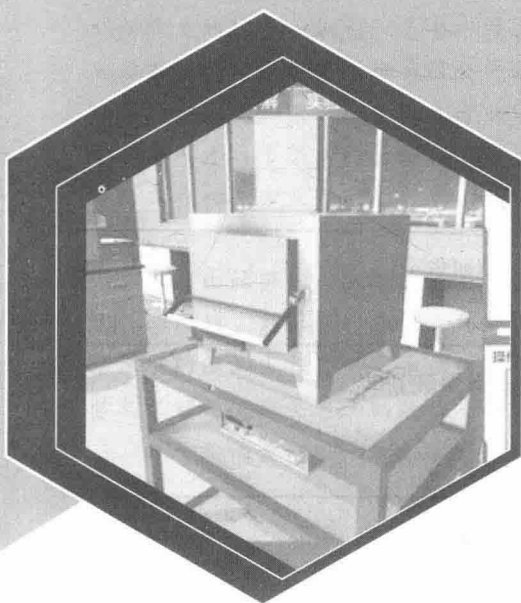
化学工业出版社



高等学校材料类规划教材

实用材料科学与工程 虚拟仿真实验教程

杜芳林 王兆波 肖海连 等编著



化学工业出版社

· 北京 ·

本书是结合材料科学与工程专业的全面发展以及学科、行业发展对人才的需求编写而成的。虚拟仿真实验可以提供高仿真度、全程参与式的虚拟操作平台,更好地使读者体验和了解实验的全过程和方法,可以为培养出有探索精神的创新型、科研型人才打下坚实的基础。

本书以丰富的前瞻性实验项目为基础,主要内容包括 X 射线和光电子能谱分析仿真实验,电子显微分析仿真实验,光谱分析仿真实验,色谱分析仿真实验,热分析、核磁和电化学分析仿真实验,金属材料分析仿真实验等。

全书力求覆盖面宽、内容精选、简明实用,便于实际应用指导和自学,既可以作为材料科学与工程相关专业师生的实训教材或教学参考书,也可供从事相关专业的技术人员和科研人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

实用材料科学与工程虚拟仿真实验教程/杜芳林等
编著. —北京:化学工业出版社, 2019.6

高等学校材料类规划教材

ISBN 978-7-122-34240-9

I. ①实… II. ①杜… III. ①材料科学-仿真-实验-
高等学校-教材 IV. ①TB3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2019) 第 059801 号

责任编辑:朱 彤

装帧设计:刘丽华

责任校对:杜杏然

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 装:高教社(天津)印务有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张 13½ 字数 352 千字 2019 年 6 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:49.00 元

版权所有 违者必究

前言

FOREWORD

实验教学是创新人才培养体系的重要组成部分,高等学校的实验教学也是实践教育环节的重要组成部分,对于提高学生的综合素质、培养学生的创新意识、创新精神以及实践能力,有着不可替代的作用。实验教学不仅能够巩固课堂教学的理论内容,增加感性认识,而且能够培养学生实事求是的精神及理论联系实际的学风、严谨治学的态度。总之,实验教学与理论教学是相辅相成的,也是统筹协调的。

大型仪器的资源有限,目前高等学校的大型仪器实验教学仍然大多仅限于演示性实验,学生没有动手实践的机会,难以达到实验教学的预期目的。针对这一问题,引入大型仪器虚拟仿真操作平台,依据实验室实际布局搭建模型,每个虚拟仿真实验操作均可提示正确的操作步骤及实验过程中的注意事项,操作画面具有环境真实感、操作灵活性和独立自主性;为学生提供一个三维高仿真度、高交互操作、全程参与式、可提供实时信息反馈与操作指导的虚拟操作平台。总之,虚拟仿真实验是一条可行性高的大型仪器实验教学改革之路,也是学生自主地获取知识和技能,体验和了解科学研究的过程和方法,形成和提高创新意识的活动过程,必将对实验教育改革的改革与发展起到积极的促进作用。

基于上述原则,本书在编写时强调通过对虚拟仿真实验课程的学习,重视对实验技能、创新能力的培养和训练。本书中涉及的虚拟仿真软件是由北京欧倍尔软件技术开发有限公司及山东星科智能科技股份有限公司制作的,本书内容也主要参照本软件进行编写。通过本书能帮助学生更加深刻地掌握本专业学习的各门专业课基础知识,从而为培养出有探索精神的创新型人才打下坚实的基础。全书力求覆盖面宽、内容精选、简明适用,既可以作为材料科学与工程相关专业师生的教学参考书或教材,也可供从事材料科学的技术人员和科研人员参考。

本书由杜芳林、王兆波、肖海连等编著。此外,白强、于薛刚、于寿山、李斌、孙瑞雪、李成栋、刘春廷、单妍、刘静、董红周、张萍萍、隋静、姜迎静、赵云琰等老师也参与了本书的编写工作。全书由白强老师负责进行核校。本书的出版得到了青岛科技大学材料科学与工程学院有关老师的热情支持和帮助,在此谨表谢意!

限于编著者的水平和经验,书中一定有很多不完善和不妥之处,望读者不吝指正。

编著者

2019年1月

目录



CONTENTS

第一章 X射线和光电子能谱分析仿真实验	001
实验 1 X射线衍射物相分析仿真实验	001
实验 2 X射线单晶衍射仪测定溶菌酶晶体结构仿真实验	008
实验 3 X射线光电子能谱仪仿真实验	017
第二章 电子显微分析仿真实验	029
实验 4 SEM-EDS 测试钨酸铋试样仿真实验	029
实验 5 TEM-EDS 观察二氧化硅形貌及粒径测试仿真实验	042
实验 6 扫描探针显微镜轻敲模式成像仿真实验	057
第三章 光谱分析仿真实验	065
实验 7 苯甲酸红外光谱测定仿真实验	065
实验 8 紫外-可见分光光度计测定化合物浓度仿真实验	075
实验 9 ICP 测定饮用水中金属元素浓度仿真实验	080
实验 10 ICP 仪器维护仿真实验	088
实验 11 原子荧光光谱仪仿真实验	095
实验 12 原子吸收光谱法分析茶叶中 Pb 含量仿真实验	104
第四章 色谱分析仿真实验	114
实验 13 气质联用仪定性分析含苯基团化合物组分的仿真实验	114
实验 14 气相色谱仪定量分析样品中苯、甲苯、二甲苯含量仿真实验	121
实验 15 气相色谱仪定量分析醇同系物含量仿真实验	127
第五章 热分析、核磁和电化学分析仿真实验	133
实验 16 草酸钙的热分析仿真实验	133
实验 17 核磁共振波谱仪仿真实验	138
实验 18 铁氰化钾体系电化学性能测试仿真实验	143
实验 19 激光共聚焦显微镜仿真实验	150
第六章 金属材料分析仿真实验	162
实验 20 铁碳合金成分、组织、性能之间关系的综合仿真实验	162

实验 21	金属样品的成分检测仿真实验	166
实验 22	金相显微镜的构造和使用仿真实验	173
实验 23	金相试样制备仿真实验	176
实验 24	端面淬火仿真实验	182
实验 25	钢的退火、正火和回火热处理仿真实验	186
实验 26	金属材料冲击仿真实验	191
实验 27	金属材料拉伸仿真实验	193
实验 28	金属材料压缩仿真实验	197
实验 29	金属材料硬度仿真实验	199
附录	实验室安全守则	209
参考文献		210

X射线和光电子能谱分析仿真实验

实验 1 X 射线衍射物相分析仿真实验

一、实验目的

- (1) 了解 X 射线衍射仪的结构及工作原理。
- (2) 掌握 X 射线衍射样品的制备。
- (3) 掌握 X 射线衍射仪的操作。
- (4) 了解运用 X 射线衍射分析软件进行物相分析的方法。

二、实验仪器

Smart Lab (9kW, 日本理学) X 射线衍射仪虚拟仿真软件一套。

三、实验原理

晶体结构可以用三维点阵来表示。每个点阵点代表晶体中的一个基本单元，如离子、原子或分子等。空间点阵可以从各个方向予以划分，而成为许多组平行的平面点阵。因此，晶体可以看成是由一系列具有相同晶面指数的平面按一定距离分布形成的。各种晶体具有不同的基本单元、晶胞大小、对称性，因此，每一种晶体都必然存在着一系列特定的晶面间距 d 值，可以用于表征不同的晶体。

X 射线波长 λ 与晶面间距相近，可以产生衍射。晶面间距 d 和 X 射线波长的关系可以用布拉格方程来表示：

$$2d_{(hkl)} \sin \theta_n = n\lambda$$

根据布拉格方程，不同的晶面，其对 X 射线的衍射角也不同。

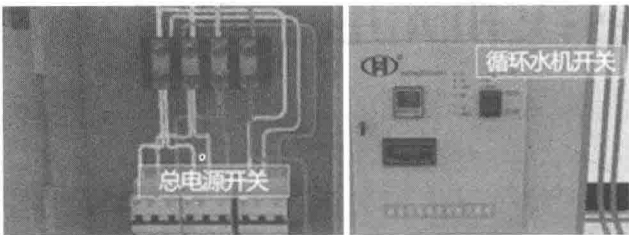
每一种结晶物质都有各自独特的化学组成和晶体结构。没有任何两种物质，它们的晶胞大小、质点种类及其在晶胞中的排列方式是完全一致的。因此，当 X 射线被晶体衍射时，每一种结晶物质都有自己独特的衍射花样，它们的特征可以用各个衍射晶面间距 d 和衍射线的相对强度 I/I_1 来表征。晶面间距 d 与晶胞的形状和大小有关，相对强度则与质点的种

类及其在晶胞中的位置有关。所以，任何一种结晶物质的衍射数据 d 和 I/I_1 是其晶体结构的必然反映。因此，通过测定晶体对 X 射线的衍射，就可以得到它的 X 射线粉末衍射图，与数据库中的已知 X 射线粉末衍射图对照就可以确定其物相。

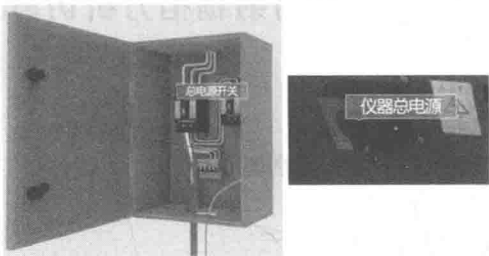
四、实验操作

(1) 仪器开机

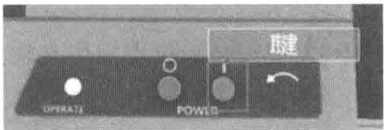
① 开启循环水机电闸，开启循环水机开关：



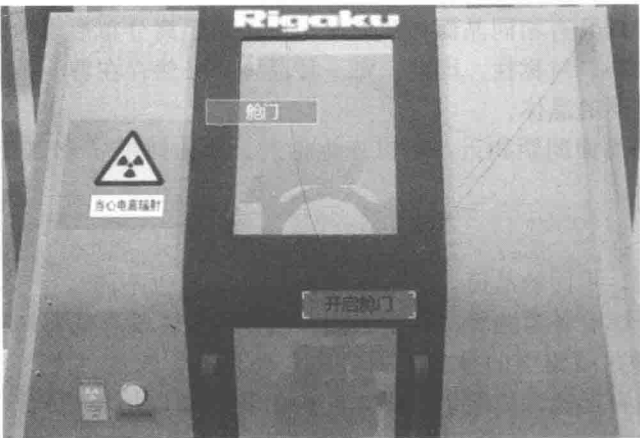
② 开启仪器电闸开关，然后开启仪器背部总电源开关：



③ 开启仪器控制面板电源开关：



④ 按下“DOOR LOCK”键，然后右击舱门，点击“开启舱门”下拉菜单：



⑤ 在菜单栏“仪器配置”栏目中，选择实验时需要用到的样品台：

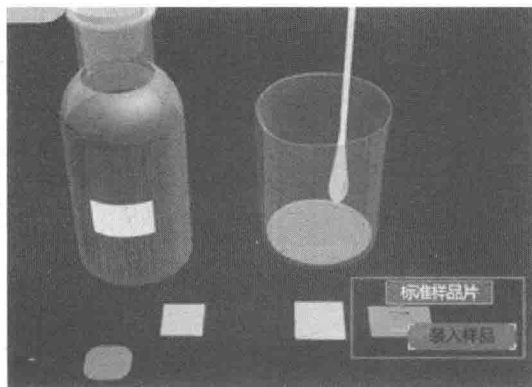


(2) 样品制备

① 在菜单栏“样品制备”栏目中，选择实验时需要的样品：



② 右击对应的样品片，点击“装入样品”：



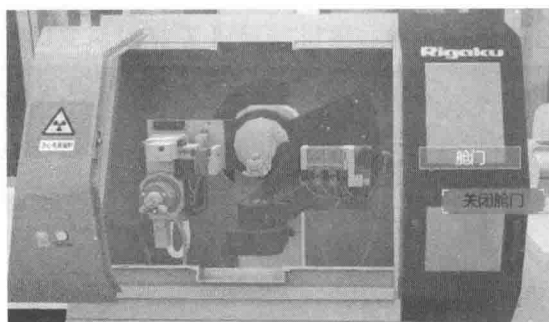
③ 右击对应的样品片，点击“压片”：



④ 右击对应的样品片，点击“放入样品台”：

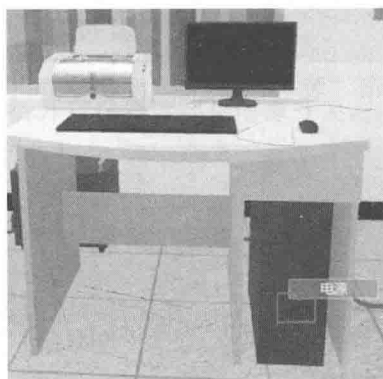


⑤ 关闭舱门，按“DOOR LOCK”键锁紧：

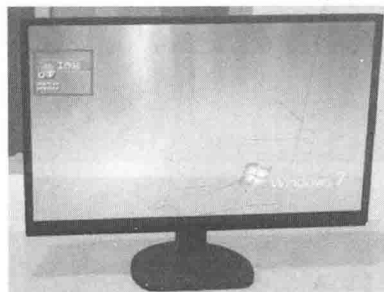


(3) 测试过程

① 开启电脑主机电源：

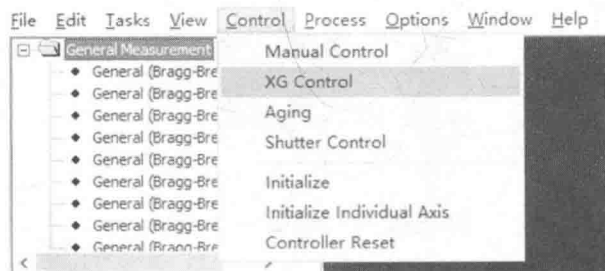


② 点击桌面上 Smart lab 图标，打开工作站：

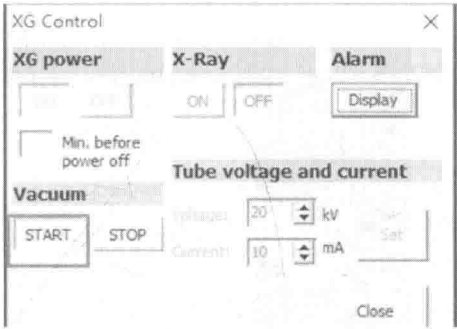


③ 输入用户名后，点击“OK”进入工作站主界面。

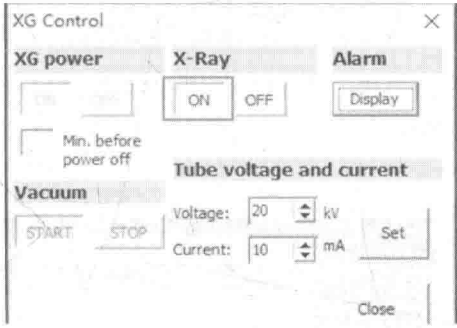
④ 在菜单栏“Control”选项中选择“XG Control”：



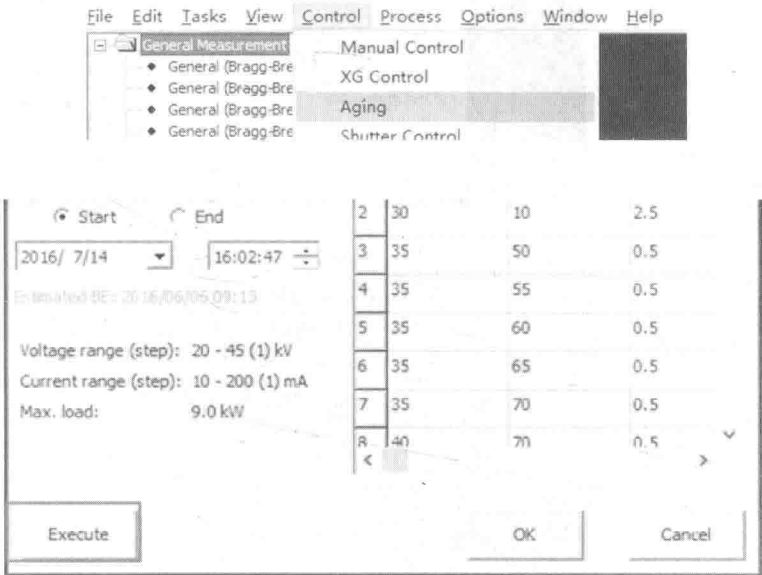
在“XG Control”窗口下“Vacuum”栏目中点击“START”键，开始抽真空：



⑤ 此时观察左下角状态栏真空参数，该参数小于 200 mV 时，点击“XG Control”窗口中“X-Ray”栏目中的“ON”按钮，开启 X 射线开关：

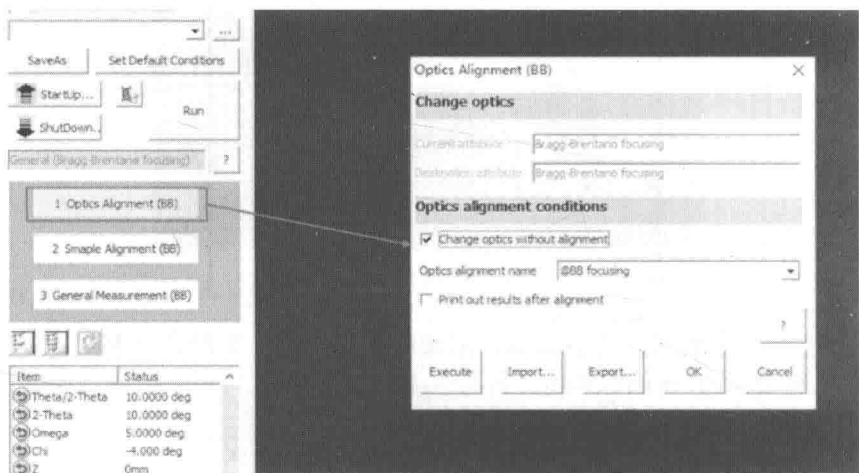


⑥ 关闭“XG Control”窗口，在菜单栏打开“Aging”窗口，点击“Execute”键，开始老化过程：



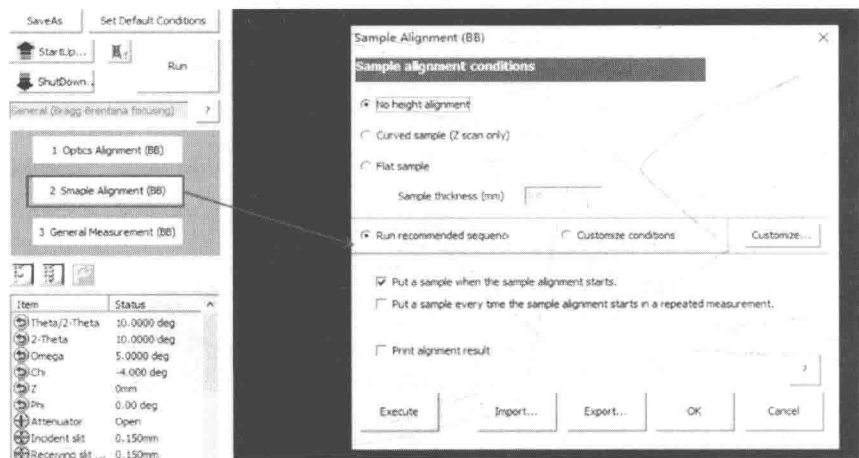
当“Hardware Control”窗口消失后，老化过程完毕。
当老化过程完毕后，在“Aging”窗口中点击“OK”键关闭该窗口。

⑦ 左侧栏目中点击“1 Optics Alignment (BB)”栏目，在弹出窗口中点击“Execute”键：



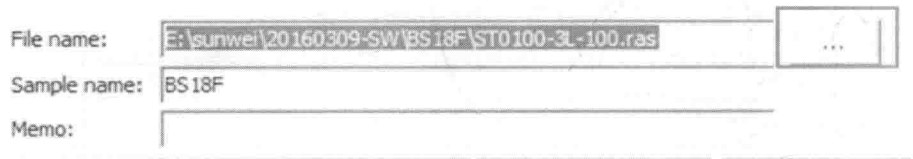
在“Optics Alignment”窗口中，点击“OK”键关闭该窗口。

⑧ 左侧栏目中点击“2 Sample Alignment (BB)”栏目，在弹出窗口中点击“Execute”键：



在“Sample Alignment (BB)”窗口中，点击“OK”键关闭该窗口。

⑨ 左侧栏目中点击“3 General Measurement (BB)”栏目，在弹出窗口中设置参数。点击“File name”栏目后，点击按钮设置保存路径：



根据实验需求在参数栏中设置参数：

• Scan axis 扫描轴。通常采用“Theta/2Theta”，意为联动扫描，即测试过程中 X 射线发生器和探测器一起联动。

• Mode 测量模式。通常选择“Continuous”，“Step”代表步进扫描，“Continuous”代表连续扫描。

• Range 区间选择。通常选择“Absolute”（绝对的）。

• Start/Stop 起始/终止角度。有机样品为 $3^{\circ}\sim 90^{\circ}$ ，无机样品为 $10^{\circ}\sim 90^{\circ}$ ；也可以调到小范围观察某一个峰，具体根据不同实验要求来设置。

• Step 步长。通常为 0.02° ，即每走 0.02° 采集一个数据点；对于 Speed 扫描速度，通常为 $4^{\circ}\sim 10^{\circ}$ ，即扫描速度为每分钟 $4^{\circ}\sim 10^{\circ}$ ；扫描速度过快会导致误差变大。

• IS/RS1/RS2 表示 DS 狭缝、SS 狭缝和 RS 狭缝，设置值为 2/3、2/3、0.45。

• Attenuator 衰减期吸收片，一定调成“Auto”。因为闪烁计数器接收强度范围不能超过 400 kcps。本仪器为自动选择吸收片（大多数仪器要手动插拔），这是为了防止探测器被打坏。

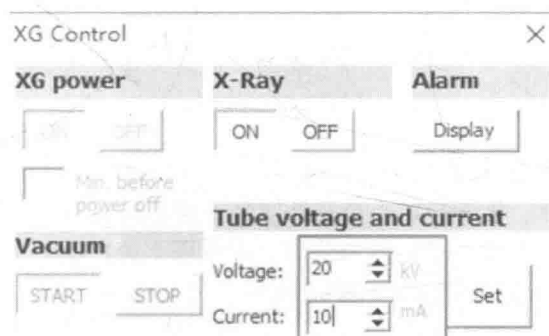
设置完成后，勾选需要测试的实验；勾选后点击“Execute”开始测试。

在弹出窗口中点击“OK”关闭窗口，然后等待反应结束。

反应结束后，关闭“General measurement”窗口。

(4) 关机过程

① 打开“XG Control”窗口，在电压栏目中输入 20mV、电流栏目中输入 10mA，然后点击“Set”键：



② 在“X-Ray”栏目中点击“OFF”键，关闭 X 射线；关闭 X 射线后在“Vacuum”栏目中点击“STOP”关闭真空。

③ 关闭“Smart lab”工作站。

④ 按下“DOOR LOCK”键，拉开舱门，右击样品片，点击“取回并清理”：



- ⑤ 关闭舱门, 按下“DOOR LOCK”键锁紧。
- ⑥ 关闭仪器背部总电源, 关闭循环水机电源。
- ⑦ 关闭仪器总电闸, 关闭循环水机电闸。

五、思考题

- (1) X 射线衍射仪的工作过程是怎样的?
- (2) 为什么待测试样表面必须为平面?
- (3) 在连续扫描测量中, 为什么要采用 θ - 2θ 联动的方式?

实验 2 X 射线单晶衍射仪测定溶菌酶晶体结构仿真实验

一、实验目的

- (1) 了解 X 射线单晶衍射仪基本结构及工作原理。
- (2) 了解 X 射线单晶衍射仪操作流程及注意事项。
- (3) 掌握挑单晶、对单晶的基本方法。

二、实验仪器

日本理学 MicroMax-007HF, X 射线单晶衍射仪虚拟仿真软件。

三、实验原理

(1) 单晶衍射实验功能介绍

X 射线衍射在材料学、化学、矿物学及晶体学中起着极其重要的作用, 它是研究一切结晶物质结构和物相的主要手段。单晶结构分析应用范围十分广泛, 凡是可获得单晶体的样品均可用于分析。该方法样品用量少, 只需 0.5mm 大小的晶体一粒, 即可获得被测样品的全部三维信息, 结构包括原子间的键长、键角, 分子在晶体中的堆积方式, 分子在晶体中的相互作用以及氢键关系, π - π 相互作用等各种有用信息。单晶结构分析是有机合成、不对称化学反应、配合物研究、新药合成、天然提取物分子结构、矿物结构以及各种新材料结构与性能关系研究中不可缺少的最直接、最有效、最权威的方法之一。

(2) 单晶的培养

晶体的生长和质量主要依赖于晶核形成和生长的速率: 晶核形成快就会形成大量微晶, 并易出现晶体团聚; 生长速率太快会引起晶体缺陷。品质好的晶体应该是透明、没有裂痕、表面干净、有光泽、外形规整并且有一定的几何形状、大小合适。对单晶分析样品的要求是选择和安装上机的样品应尽可能选择成球形的单晶或晶体碎片, 直径大小在 0.1~0.7mm。

(3) 晶体结构和晶体学参数分析

① 单晶结构分析结果主要由以下参数表达: 晶胞参数、原子坐标参数、键长和键角、电子密度和结构振幅等。其中, 晶胞参数、原子坐标参数、键长和键角等数据的准确度, 通常采用最大可能的偏差值表示。结构振幅的计算值和实验值的偏差, 常用偏差因子 R 表示, R 的数值小, 表示结构的准确度高; 正确的结构模型, 经过精细修整, R 可达到 0.05 以下。

$$R = \sum(|F_a| - |F_c|) / \sum |F_a|$$

式中, F_a 为实测的各网面结构因子; F_c 为对应结构因子的计算值。

② 精修质量好坏的另一个指标是“拟合优度” S :

$$S = [(\sum w \Delta^2) / (m - n)]^{1/2}$$

S 值也称为 GOOF (goodness fit) 值, m 为衍射点数目, n 为参加精修的参量数目。如果权重方案合适, 结构正确, S 值接近于 1。

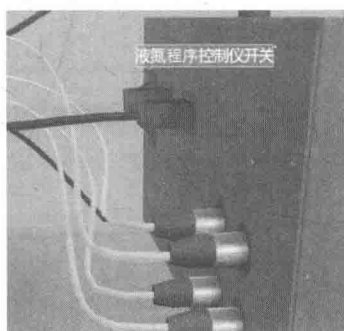
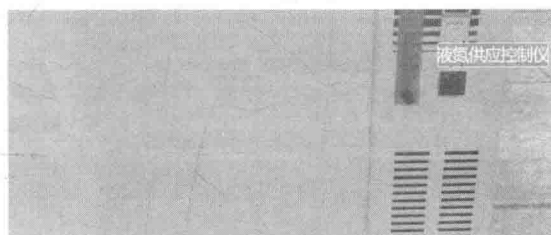
③ 在数据解析完成后, 应将 .cif 文件上传至国际晶体学会 (<http://checkcif.iucr.org>), 检查有无错误。

四、实验步骤

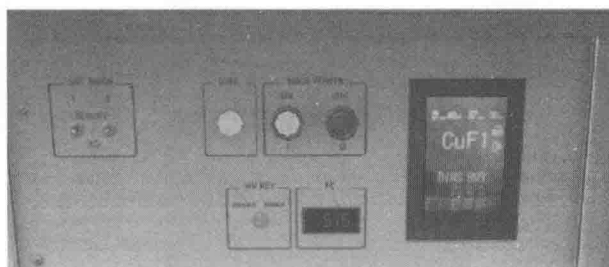
(1) 仪器开机

① 开启循环水机开关。

② 打开液氮供应控制仪开关、液氮程序控制开关、液氮体积控制开关:



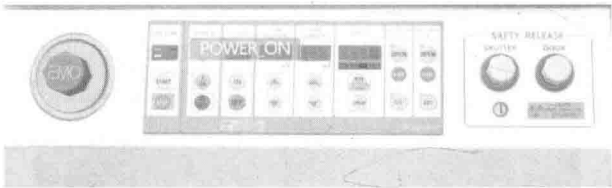
③ 打开左侧舱门, 开启仪器主电源开关:



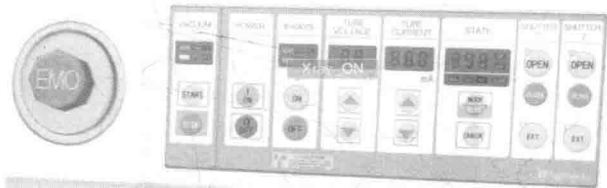
④ 打开右侧舱门，开启真空泵电源开关：



⑤ 开启单晶衍射仪操作面板总开关：

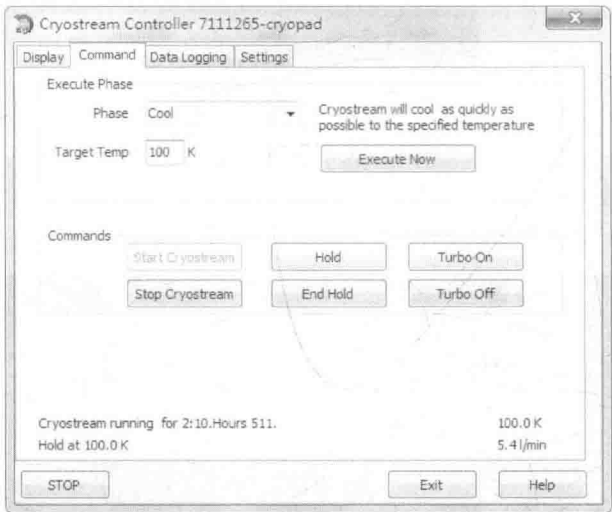


⑥ 开启真空泵电源开关，直到真空度 125mV 以下时打开 Xray 电源：



(2) 运行液氮冷却程序

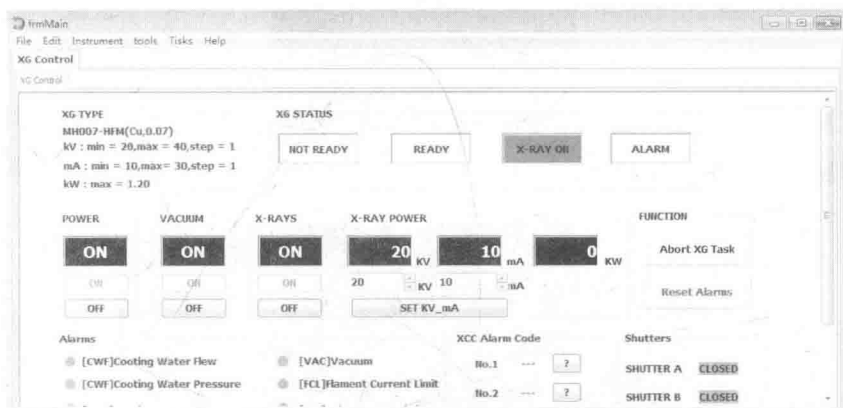
① 点击 Cryopad 工作站图标，打开控制供给液氮的工作站，选择“Cool”模式，在“Target Temp”栏目中设定目标温度，然后点击“Execute Now”执行：



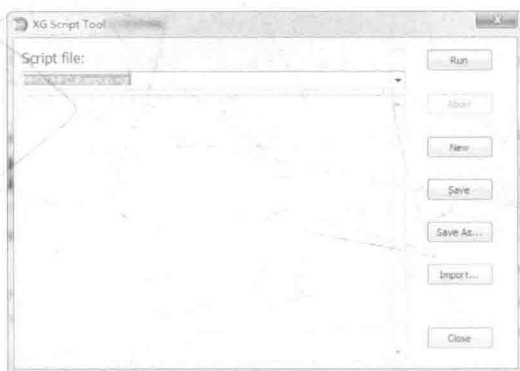
② 点击液氮控制面板上“START”，运行冷却程序。

(3) 运行升电压程序

① 点击切换系统按钮, 切换至“Linux”系统, 打开“X-Ray Generator Control”工作站:



② 点击工具栏“Instrument”中“XG Script Tool”选项, 在下拉菜单中选中“MM007HFCuRamp Up. xgr”条目, 然后点击“Run”按钮运行升电压程序:



(4) 挑单晶过程

- ① 将 X 射线单晶衍射仪舱门拉开。
- ② 开启舱门后, 取下光束截捕器, 放于实验桌上:



- ③ 打开单晶盒盖:

