

普通高等教育“十三五”规划教材
新 规划教材

BASIC EXPERIMENT
ON NEW ENERGY MATERIALS SCIENCE

新能源材料科学 基础实验

陈新 王德强 曹红亮 王以群 黄月霞 / 主编

普通
规划教材
新能源材料与器件专业规划教材

新能源材料科学基础实验

陈 新 王德强 曹红亮 王以群 黄月霞 主编

图书在版编目(CIP)数据

新能源材料科学基础实验/陈新等主编. —上海:华东理工大学出版社,2018.9

普通高等教育“十三五”规划教材

ISBN 978-7-5628-5558-3

I. ①新… II. ①陈… III. ①新能源-工程材料-材料
试验-高等学校-教材 IV. ①TK01-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2018)第 177183 号

内容提要

本书是为了配合《新能源材料科学基础》课程相应实验教学课而编写的实验课程教材。全书包括一个基本实验部分和两个综合实验部分,共二十二个实验。除基础实验教学的内容,还包括深化提高类的实验,可供各个高校根据各自具体教学情况进行选用。其中也有少量简单基础的实验,可以在教学过程中根据学校进度安排,考虑两个实验在一次实验教学中予以完成。

本书适合高等院校学习材料科学与工程、无机材料、新能源材料、材料科学基础、材料物理化学等专业及课程的师生用于实验教材,也可以为相关领域的师生和工程技术人员提供参考。

策划编辑/周颖

责任编辑/周颖 张丽丽

装帧设计/徐蓉

出版发行/华东理工大学出版社有限公司

地址:上海市梅陇路130号,200237

电话:021-64250306

网址:www.ecustpress.cn

邮箱:zongbianban@ecustpress.cn

印刷/江苏凤凰数码印务有限公司

开本/787mm×1092mm 1/16

印张/7

字数/166千字

版次/2018年9月第1版

印次/2018年9月第1次

定价/29.00元

版权所有 侵权必究

前 言

近年来材料科学迅猛发展,新能源科技不断进步,太阳能、氢能、核能、储能材料与器件等领域不断涌现出新成果,为解决人们所面对的能源和环境问题发挥着越来越大的作用。新材料的设计、制备、表征及其性能的提高是实现这些突破的关键因素。为了培养适应新时代形势的人才,不仅需要学生有广泛深入的材料科学基础以及材料物理化学等理论知识,还必须努力培养学生的实验动手能力和深入思考的能力。除了基础知识,还要向学生介绍领域的最新成果和发展动向。

感谢中央高校教育教学改革专项及华东理工大学 2017 年本科教育教学建设项目的资助,感谢学校各级领导以及华东理工大学出版社的大力支持,在各位老师的共同努力下,本书得以初步完成。我们在编写过程中不仅配合基础理论教学由浅入深地撰写了基本实验的内容,而且特意编入了两个综合系列的实验,主要内容涉及晶体学基础,元素与同位素分析,固体材料的性质、缺陷及性能,材料相变、相图,扩散,固相反应及应用,先进薄膜材料制备与表征等实验内容。通过这样的实验设计,帮助学生掌握牢固的基础知识,并能够融会贯通,了解其在新能源和材料科学中的综合应用情况,能够尽快地适应实际科研和工作的需要。除了经典的相关知识以外,我们还根据领域的新发展和新动向介绍了新的知识和引入了新的实验,并且在每章实验后面提出了思考问题,希望能够帮助学生了解领域的最新情况,并且勇于思考和创新,从而更好地在新时代发挥作用。

限于编者的水平,书中难免有不妥之处,敬请广大读者批评指正。在相关教学、实验室建设、科研中若有需求,也欢迎来函洽谈咨询。

陈新

华东理工大学材料科学与工程学院

2018 年 7 月

目 录

第一篇 基本实验

实验1 晶体模型构建分析和结晶过程观察实验	3
1.1 实验背景	3
1.2 实验目的	3
1.3 实验原理	3
1.4 实验试剂和仪器	4
1.5 实验步骤	5
1.6 注意事项	6
1.7 数据处理	6
1.8 实验报告	6
1.9 问题与思考	7
实验2 海水蒸发法分离重水(D₂O)实验	8
2.1 实验背景	8
2.2 实验目的	8
2.3 实验原理	8
2.4 实验装置及测试方法	9
2.5 实验步骤	11
2.6 注意事项	11
2.7 数据处理	11
2.8 实验报告	11
2.9 复习思考	11
实验3 粉体样品相对密度的测定——比重瓶法	12
3.1 实验背景	12
3.2 实验目的	12

3.3	实验原理	12
3.4	实验试剂和仪器	12
3.5	实验步骤	13
3.6	注意事项	13
3.7	数据处理	13
3.8	实验报告	13
3.9	思考题	14
实验4 用蚀坑法和透射电镜法观察晶体中的缺陷		15
4.1	实验背景	15
4.2	实验目的	15
4.3	实验原理	15
4.4	实验试剂和仪器	16
4.5	实验步骤	17
4.6	注意事项	17
4.7	数据处理	17
4.8	实验报告	17
4.9	思考题	18
实验5 材料弯曲强度的测定		19
5.1	实验背景	19
5.2	实验目的	19
5.3	实验原理	19
5.4	仪器设备	21
5.5	实验步骤	22
5.6	注意事项	22
5.7	结果处理	22
5.8	实验报告	22
5.9	问题与思考	22
实验6 淬冷法确定结晶温度		23
6.1	实验背景	23
6.2	实验目的	23
6.3	实验原理	23
6.4	实验试剂和仪器	24
6.5	实验步骤	24
6.6	注意事项	24
6.7	数据处理	25

6.8	实验报告	25
6.9	思考题	25
实验7	半球点温度的测定	26
7.1	实验背景	26
7.2	实验目的	26
7.3	实验原理	26
7.4	实验试剂和仪器	27
7.5	实验步骤	27
7.6	注意事项	27
7.7	数据处理	28
7.8	实验报告	28
7.9	思考题	28
实验8	梯温法测定玻璃析晶温度	29
8.1	实验背景	29
8.2	实验目的	29
8.3	实验原理	29
8.4	实验试剂和仪器	30
8.5	实验步骤	30
8.6	注意事项	31
8.7	数据处理	31
8.8	实验报告	31
8.9	思考题	31
实验9	环境扫描电镜观察水的固液气三相转变	32
9.1	实验背景	32
9.2	实验目的	32
9.3	实验原理	32
9.4	实验试剂和仪器	33
9.5	实验步骤	33
9.6	注意事项	33
9.7	数据处理	34
9.8	实验报告	34
9.9	思考题	34
实验10	半导体扩散实验	35
10.1	实验背景	35

10.2	实验目的	35
10.3	实验原理	35
10.4	实验试剂和仪器	37
10.5	实验步骤	38
10.6	操作步骤	38
10.7	注意事项	38
10.8	数据处理	39
10.9	实验报告	39
10.10	问题与思考	39

第二篇 综合实验系列一:固相反应及烧结基础实验

实验11	激光法测粉末粒度	43
11.1	实验背景	43
11.2	实验目的	43
11.3	实验原理	43
11.4	实验试剂和仪器	44
11.5	实验步骤	44
11.6	注意事项	44
11.7	数据处理	45
11.8	实验报告	45
11.9	思考题	45
实验12	浆料相对黏度及厚化度测定	46
12.1	实验背景	46
12.2	实验目的	46
12.3	实验原理	46
12.4	实验试剂和仪器	47
12.5	实验步骤	48
12.6	注意事项	48
12.7	数据处理	48
12.8	实验报告	49
12.9	思考题	49
实验13	材料的差热-热重分析	50
13.1	实验背景	50
13.2	实验目的	50

13.3	实验原理	50
13.4	实验试剂和仪器	52
13.5	实验步骤	52
13.6	注意事项	52
13.7	数据处理	53
13.8	实验报告	53
13.9	思考题	53
实验14	陶瓷材料烧结温度与烧结温度范围的测定	54
14.1	实验背景	54
14.2	实验目的	54
14.3	实验原理	54
14.4	实验试剂和仪器	56
14.5	实验步骤	56
14.6	注意事项	57
14.7	数据处理	57
14.8	实验报告	57
14.9	思考题	57
实验15	固相反应制备镧锶钴铁	58
15.1	实验背景	58
15.2	实验目的	58
15.3	实验原理	58
15.4	实验试剂和仪器	60
15.5	实验步骤	60
15.6	注意事项	61
15.7	实验数据	61
15.8	实验报告	61
15.9	问题与思考	62
实验16	陶瓷材料线收缩率的测定	63
16.1	实验背景	63
16.2	实验目的	63
16.3	实验原理	63
16.4	实验试剂和仪器	64
16.5	实验步骤	64
16.6	注意事项	65
16.7	数据处理	65

16.8	实验报告	66
16.9	思考题	66

第三篇 综合实验系列二:薄膜材料的制备与表征基础实验

实验17	磁控溅射法制备无机薄膜	69
17.1	实验背景	69
17.2	实验目的	69
17.3	实验原理	69
17.4	实验试剂和仪器	71
17.5	实验步骤	72
17.6	注意事项	73
17.7	数据处理	73
17.8	实验报告	73
17.9	思考题	73
实验18	铅笔法测试薄膜硬度	74
18.1	实验背景	74
18.2	实验目的	74
18.3	实验原理	74
18.4	实验试剂和仪器	75
18.5	实验步骤	75
18.6	注意事项	76
18.7	数据处理	76
18.8	实验报告	76
18.9	思考题	76
实验19	胶带法测涂层的结合力	77
19.1	实验背景	77
19.2	实验目的	77
19.3	实验原理	77
19.4	实验试剂和仪器	78
19.5	实验步骤	79
19.6	数据处理	80
19.7	实验报告	80
19.8	思考题	80

实验20 椭圆偏振仪测试薄膜的厚度和折射率	81
20.1 实验背景	81
20.2 实验目的	81
20.3 实验原理	81
20.4 实验试剂和仪器	83
20.5 实验步骤	83
20.6 注意事项	84
20.7 数据处理	85
20.8 实验报告	85
20.9 思考题	86
实验21 原子力显微镜新能源材料分析实验	87
21.1 实验背景	87
21.2 实验目的	87
21.3 实验原理	87
21.4 实验试剂和仪器	88
21.5 实验步骤	89
21.6 注意事项	89
21.7 数据处理	89
21.8 实验报告	89
21.9 思考题	90
实验22 四探针法测方块电阻和电阻率	91
22.1 实验背景	91
22.2 实验目的	91
22.3 实验原理	91
22.4 实验试剂和仪器	94
22.5 实验步骤	95
22.6 注意事项	95
22.7 数据处理	96
22.8 实验报告	96
22.9 思考题	96
参考文献	97

第一篇

基本实验

实验 1 晶体模型构建分析和结晶过程观察实验

1.1 实验背景

晶体学在材料研究中占据着十分重要的地位。作为新能源材料科学工作者,有必要了解和熟悉晶体的特征和描述方法。

晶体是内部质点在三维空间按一定周期重复排列而组成的材料,通常为固体材料。晶体按其内部结构根据其对应的布拉菲点阵特征可分为 7 种晶系和 14 种点阵类型。点阵的一个结点可根据材料的不同对应一个或多个原子,形成多种多样的实际晶体结构。

1.2 实验目的

1. 基本掌握几种典型晶体的空间结构,建立并巩固晶体结构的立体概念。
2. 掌握晶体内部质点排列的基本方式,学会确定晶体结构中的主要晶面和晶向。
3. 了解蒸发结晶的基本原理和光学金相显微镜的使用原理。学会金相显微镜在观察透明和非透明样品时的使用方法。巩固晶体学知识,对晶体形成生长现象有初步了解。

1.3 实验原理

晶体中原子的集合(或分布)称为晶体结构。晶体通常是指质点(原子、离子、原子团或分子)在三维空间周期性排列而构成的固体,质点之间通过物理键、化学键等方式结合在一起。晶体内部结构中的质点(原子、离子、原子团、分子)在三维空间有规则地周期性重复排列,形成一定形式的晶格结构,外形上可表现为一定形状的几何多面体。由周期性排列的质点形成的平面称为晶面,连接晶体中质点列的直线方向称为晶向。晶体内部原子有规则的排列,引起了晶体各种各样的物理、化学性质。

通过金属键、范德瓦尔斯键等形成的晶体,通常由于其结合键没有饱和性和方向性的限制,质点倾向于尽可能互相靠近,形成最紧密堆积以降低体系势能,使晶体处于最稳定状态。通过共价键、氢键等形成的晶体,受到结合键饱和性和方向性的限制,其堆积密度通常较低。各种晶体的堆积结构,可以通过等径圆球的组装堆积来展示(图 1.1),在这些层层堆积的球体之间,可以看到还存在许多空隙,其中一种空隙是由 4 个相互靠近的圆球围成的,将这 4 个球

的中心连接起来可以构成一个四面体,因而称为四面体间隙;另一种空隙是由相互靠近的 6 个圆球围成的,将这 6 个球的中心连接起来可以构成一个八面体,故称为八面体间隙。

溶液中的溶剂蒸发,会使溶液由不饱和变为饱和,继续蒸发,过剩的溶质就会呈晶体析出,这一过程叫作蒸发结晶。在结晶时,通常生长较快方向的晶面(晶体表面)在最后形成的晶体结构中缩小和消失,而生长较慢的晶面将在晶体形成时得到扩大和保留。光学显微镜利用光学成像原理,将人眼所不能分辨的微小物体放大,以供人们获取材料微观结构信息,在显微镜的样品台上滴加一滴盐类溶液,随着水分的蒸发,盐不断地从溶液中析晶,可通过显微镜观察蒸发结晶过程。

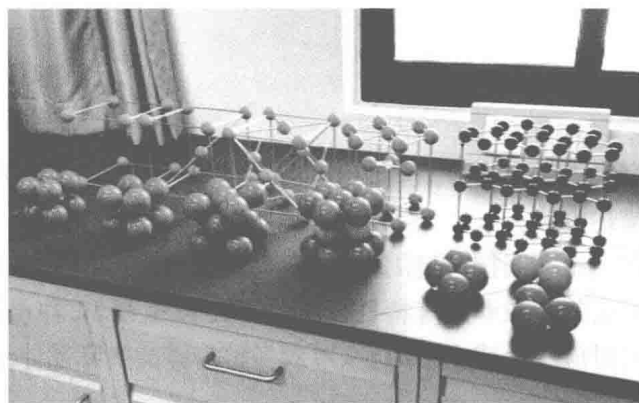


图 1.1 本实验搭建的各种晶体结构模型

1.4 实验试剂和仪器

可拆卸晶体结构模型、光学金相显微镜(图 1.2)、磷酸二氢钾(KH_2PO_4)饱和水溶液、玻璃片。

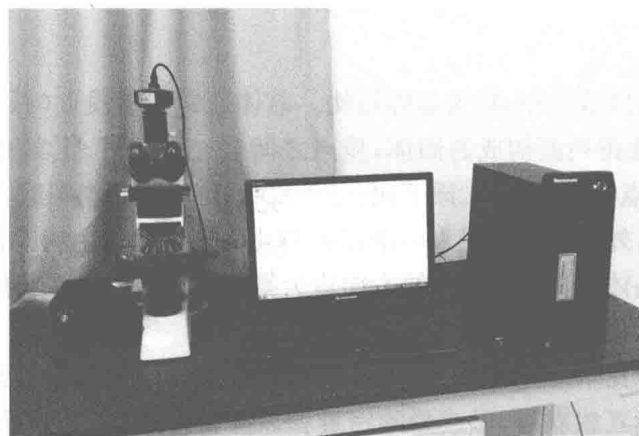


图 1.2 光学金相显微镜实验装置

1.5 实验步骤

1. 构建 3 种立方晶体结构

(1) 用大塑胶球作为原子,通过连接堆垛,分别构建简单立方、体心立方和面心立方的晶胞模型。

(2) 用小塑胶球作为原子,通过金属杆连接,分别构建简单立方、体心立方和面心立方的晶胞模型。

2. 构建较为复杂的晶体结构

(1) 选用实验材料,构建密排六方的晶胞模型

① 取 7 个等径球体,放在一个平面上,使彼此尽量互相靠拢,作最紧密堆积排列,设这一层为 A 层,这时每个球周围有 6 个球围绕,并在球与球之间形成许多三角孔(图 1.3)。

② 继续堆积第二层(B层)时,可以发现经过密集堆积,只有一半的三角孔上方堆积了 B 层的球体,球体彼此挨近,无法挤入更密集的球体到 B 层。根据 A 层中这一半三角孔的选择,可以有两种 B 层小球的放法。此时这两种放法的效果相同,都属于最紧密堆积。

③ 第三层球的放法与第一层球的中心相对应,即重复第一层球的排列方式,按照 ABAB 的层序堆积,从中观察六方晶体结构(密排六方结构)。

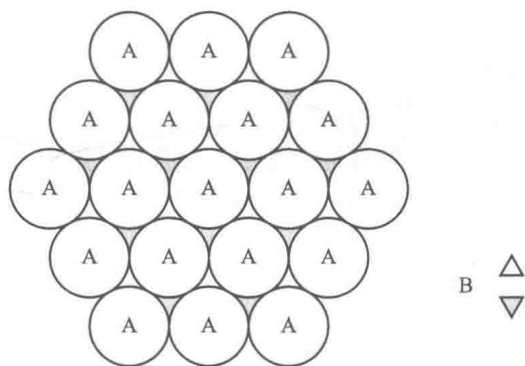


图 1.3 球体在平面上的最紧密堆积图
(A、B 分别代表第一、二层密排原子)

(2) 选用实验材料,改变堆垛方式,进行比较

① 取 7 个等径球体,放在一个平面上,使彼此尽量互相靠拢,作最紧密堆积排列,设这一层为 A 层,这时每个球周围有 6 个球围绕,并在球与球之间形成许多三角孔。

② 继续堆积第二层(B层),作最紧密堆积。

③ 将球体放在与第一层球中另外 3 个球相应孔位的上方,使第三层球的放法既不同于第一层,也不同于第二层,而是处于交错位置,设其为 C 层。

④ 使第四层球的排列方式与第一层球相重复,形成 ABCABC... 的堆积方式(图 1.4),从中观察与面心立方点阵对应的球体排列方式。

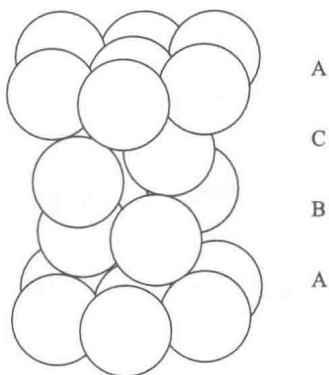


图 1.4 立方紧密堆积

(3) 选用实验材料,构建石墨晶体模型

① 根据需要取用小球,用短竿连接成由六边形组成的平面蜂窝状结构。

② 在每个小球上方竖直插入长杆,再在长杆顶端连接小球和短杆,组成第二层平面蜂窝状结构。

③ 在每个小球上方竖直插入长杆,再在长杆顶端连接小球和短杆,组成第三层平面蜂窝状结构。观察所完成的石墨晶体模型。

3. KH_2PO_4 水溶液蒸发结晶过程的光学显微镜观察

(1) 配制 KH_2PO_4 饱和水溶液。

(2) 将溶液滴到洁净的载玻片上。

(3) 将载玻片放到光学显微镜载物台固定。

(4) 打开显微镜的电源开关,调整样品位置、放大倍数及焦距等。

(5) 观察结晶过程,每隔一定的时间拍摄一张照片。

1.6 注意事项

1. 光学显微镜有两种模式,测定透明样品时可以使用透射和反射模式,不透明样品只能使用反射模式。

2. 调试放大倍数时,需注意要从小到大。

3. 调整焦距,应注意不要将镜头与载玻片接触,以免污染和损坏镜头。

1.7 数据处理

整理所拍得的光学显微镜照片,按拍照时间进行分析处理。

1.8 实验报告

1. 实验所用的仪器以及基本原理