

固相法合成上转换荧光粉及光谱测量虚拟仿真实验

实验指导书

上转换发光材料作为一种独特的发光物质，在激光防伪、显示、生物医学领域展现出诸多优点。面对上转换发光材料及相关器件的设计与开发需求，对材料进行光谱测量与分析是研究光与物质相互作用现象和规律的基本手段，也是领域内人员必须掌握的最基本技能。

固相法合成上转换荧光粉及光谱测量虚拟仿真实验采用 3D 建模、人机交互等技术，将实验工艺方法、基础理论、设备认知和使用整体呈现。既有荧光粉前躯体的称量和混料加工，又有设备操作、光路拆装及测量方法的学习和实训，让学生通过反复训练，充分掌握光谱测量技术及分析方法，弥补真实实验因高温危险、原材料和设备昂贵导致教学过程人机比不足的缺点，满足新工科对实践教学的新要求。

一．实验目的

1. 掌握固相法制备上转换荧光粉的步骤和仪器使用方法。
2. 熟悉激发光谱和发射光谱测量的参数设置和操作流程。
3. 掌握稀土离子上转换发光的基本原理及其荧光发射光谱测试分析方法。
4. 激发学生从事发光材料开发和应用等相关工作的激情和兴趣。

二．实验内容

1. 准备前驱体材料。
2. 上转换荧光粉的制备。
3. 荧光光谱仪的光路认知。
4. 氙灯激发下荧光粉激发光谱与发射光谱测量。
5. 上转换荧光粉发射光谱测量。

三．实验重点及难点

1. 了解上转换发光的基本概念，发光原理。
2. 了解上转换发光材料的制备过程和光谱表征过程。
3. 掌握电子天平、烘箱、马弗炉、荧光光谱仪等设备的使用，了解其注意事项。

四．实验步骤和操作流程

本虚拟仿真实验的操作环节可分为以下五个部分，共 35 个步骤。

1. 通过网址链接进入实验平台，选择进入，再根据学习进度选择学习模式或考核模式(见图 1)。选择固相法合成上转换荧光粉及光谱测量，并进入实验。实验室共分为热处理间、样品制备间、药品储藏间（也是工具储藏间）和光学检测间。行走至门口处时，可以选择进入其它房间(见图 2)。



图 1. 仿真实验进入界面

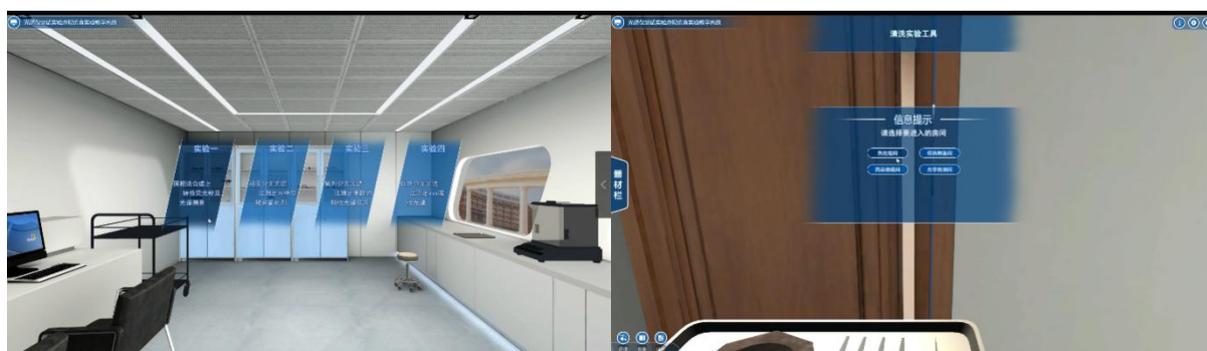


图 2. 药品工具间主场景

第一部分 准备前驱体材料

2. 点击左侧器材栏，根据实验需要，在工具选择栏中选择需要的工具并添加到器材车内，在药品选择栏中选择需要的药品添加到器材车内(见图 3)。



图 3. 添加需要的工具和药品

3. 拾起实验台上的托盘，依据自行设计的荧光粉组分，在药品柜选取所需化学药品，如氧化钪、氧化铟等，将药品送至样品制备间的电子天平所在实验台上(见图 4)。

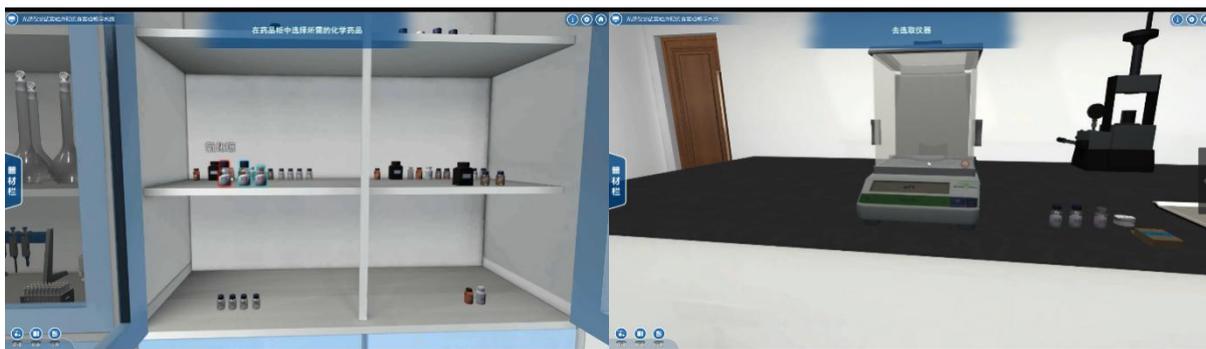


图 4. 药品柜和电子天平

- 再次拿起托盘，前往药品储藏间的工具柜拿取所需工具，并前往热处理间，戴上橡胶手套，依次清洗坩埚、研钵、药勺等实验工具(见图 5)。

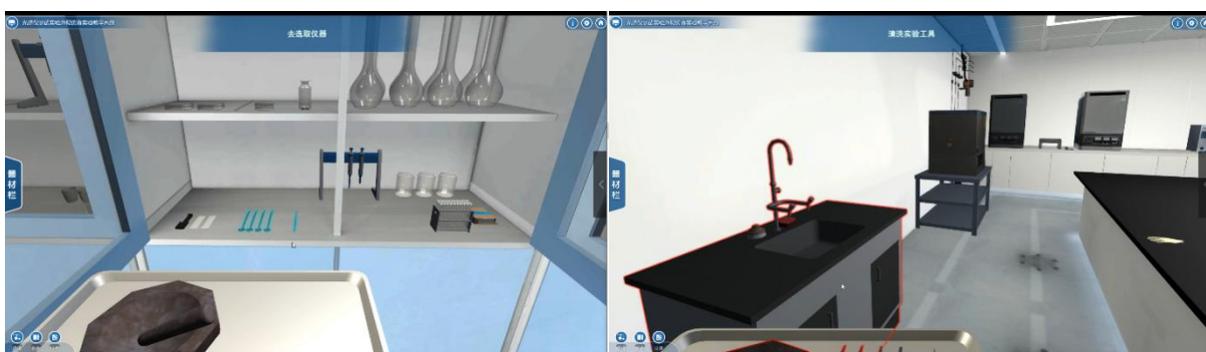


图 5. 工具柜和热处理间主场景

- 前往烘箱处，打开电源，将温度设置为 45℃ 左右，将清洗干净的实验工具连同托盘一起放入烘箱，等待，直至烘干(见图 6)。



图 6. 烘箱烘干工具示意图

- 带上烘干的工具前往样品制备间，使用电子天平逐一称量药品，并放入玛瑙研钵；称量前要先对天平进行调平，在托盘上放称量纸并去皮，之后借助药勺逐次逼近称量药品；过量的药品不允许放回药瓶；将称量好的药品放入玛瑙研钵(见图 7-8)。



图 7. 电子天平调平和去皮



图 8. 称量化学药品并放入玛瑙研钵

7. 使用玛瑙研钵研磨药品并混合均匀(见图 9)。



图 9. 研磨混合化学药品

8. 将研细混匀的药品装入刚玉坩埚, 完成前驱体材料的准备(见图 10)。



图 10. 研磨后的试样放入坩埚

第二部分 上转换荧光粉的制备

9. 带上准备好的前驱体材料，前往热处理间(见图 11)。



图 11. 热处理间主场景

10. 打开马弗炉门，将药品连同刚玉坩埚放入马弗炉中央位置，关闭炉门(见图 12)。



图 12. 马弗炉

11. 开启马弗炉总电闸，设置温控程式：C01=20℃，T01=120min，C02=800℃，T02=120min，C03=800℃，T03=-121(见图 13)。



图 13. 设定温度

12. 检查确认温控程式无误，加大工作电流，按下加热启动电源，启动马弗炉，开始煅烧药品(见图 14)。



图 14. 启动马弗炉

13. 煅烧结束且冷却至室温，打开炉门，使用坩埚钳小心取出坩埚，放入托盘中，关闭炉门(见图 15)。



图 15. 用坩埚钳取出坩埚

14. 前往样品制备间，将煅烧后的药品移入玛瑙研钵，再次研磨，并将研磨好的药品装入样品盒，完成荧光粉的煅烧制备(见图 16)。



图 16. 研磨样品并装入样品盒

第三部分 荧光光谱仪的光路认知

15. 带上制备好的荧光粉，前往光学检测间的荧光光谱仪处。触发光谱仪，整体演示光路传输，学习主要光学元件的功能(见图 17)。



图 17. 荧光光谱仪及其光路演示

16. 触发拆解元件按钮，将各个光学元件逐一拆解，了解各光学元件所处位置，随后将光学元件逐一安装到光谱仪中的指定位置(见图 18)。

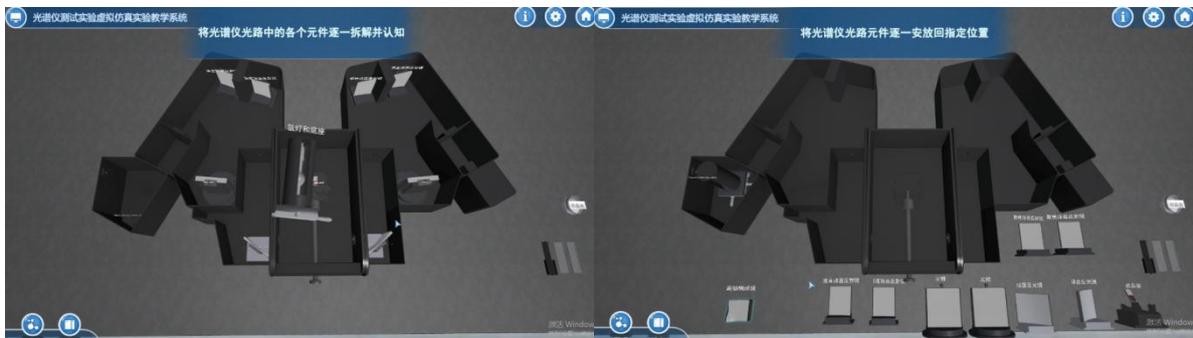


图 18. 荧光光谱仪光路拆解

17. 光学元件组装完毕后，观察光激发与光测量过程的模拟演示，进一步学习光谱仪荧光测量的原理和光学元件的主要功能，并完成学习(见图 19)。

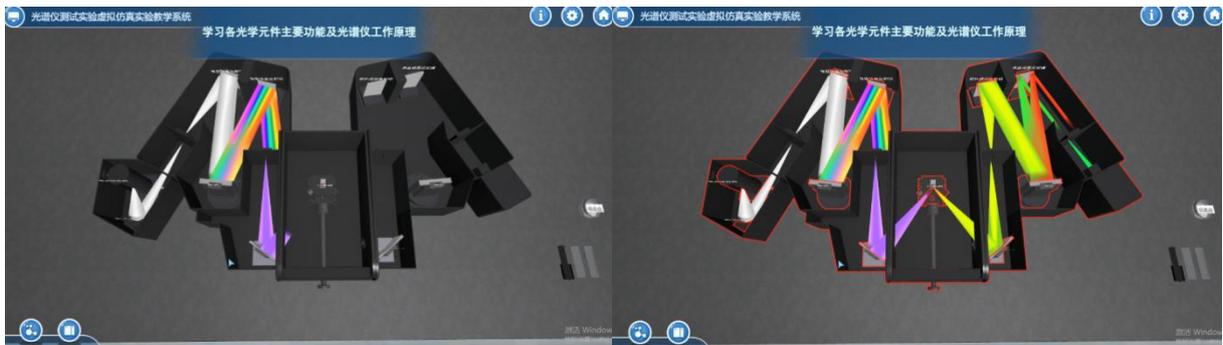


图 19. 光激发与光测量过程模拟演示

第四部分 氙灯激发下荧光粉激发光谱与发射光谱测量

18. 将试样装入光谱仪的固体样品池中。先擦拭样品池，随后添加荧光粉，并安装样品池至光谱仪样品室，最后关闭光谱仪样品室仓盖(见图 20)。

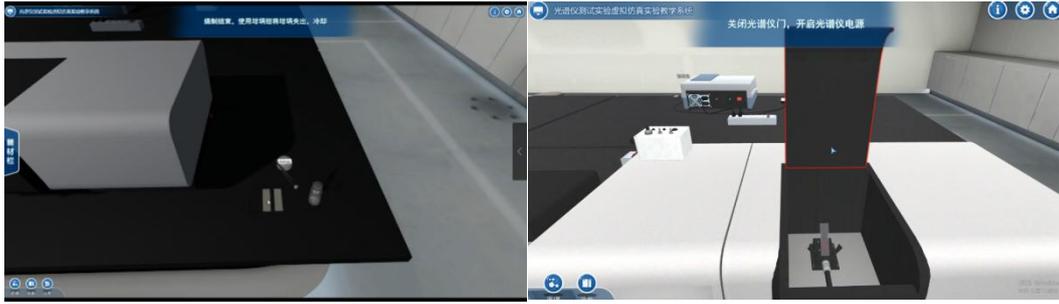


图 20. 装载试样

19. 打开光谱仪电源开关，点击电脑屏幕激活光谱仪控制软件(见图 21)。



图 21. 激活控制软件

20. 点击【set up】选项，随后选择氙灯光源 (Xe Lamp Setup) 选项，点击【on】，开启氙灯(见图 22)。



图 22. 开启氙灯

21. 点击图标 设置光谱仪基本参数，将光源 (Source Light Path) 选择为氙灯 (Xe lamp)，激发和发射端狭缝 (bandwidth) 设置为 2.5 nm(见图 23)。



图. 23 设置光源及狭缝

22. 发射光谱粗略测量。点击图标 () 选择发射光谱测量 (Emiss Scan) 功能，将激发光 (Excitation) 波长设置为 250-350 nm 任意值，发射光谱扫描范围 (Scan from... to...) 设定为 260-900 nm 之间，其中扫描范围的起始波长要大于所选激发波长 10 nm 以上。点击应用 (Apply) 和开始测量 (Start) 按钮进行粗略测量，获得当前条件下的发射光谱 (见图 24)。



图 24. 发射光谱粗略测量

23. 学习使用光谱仪的游标按钮 (), 对光谱进行分析, 寻找发射光谱中的发射峰峰位 (中心波长)、发射峰强度 (最大强度值), 并做好记录。发射光谱信息读取: 点击游标按钮后, 光谱中出现一根游标线, 用鼠标拖动游标线, 左下角和右上角将分别显示横坐标 (波长) 和纵坐标 (强度) (见图 25)。



图 25. 使用游标按钮分析光谱

24. 激发光谱测量。点击图标 () 选择激发光谱测量 (Excitation Scan) 功能。将发射 (Emission)

监测波长 (Monochromator Wavelength) 设置为前一步读取出的最强发射光的中心波长, 扫描范围 (Scan from... to...) 设定为 200 nm 到监测波长之前 10 nm。点击应用 (Apply) 和开始测量 (Start) 按钮进行激发光谱测量(见图 26)。



图 26. 激发光谱测量

25. 使用游标按钮 (), 对光谱进行分析, 寻找激发光谱中的激发峰峰位 (中心波长)、激发峰强度 (最大强度值), 做好记录(见图 27)。



图 27. 使用游标按钮分析激发光谱

26. 发射光谱精细测量。点击图标 () 再次选择发射光谱测量 (Emiss Scan) 功能。将激发光(Excitation)波长设置为前步所获激发光谱的最强激发峰峰位, 发射光谱扫描范围(Scan from... to...) 的起始波长要大于所选激发波长 10 nm 以上。点击应用 (Apply) 和开始测量 (Start) 按钮进行精细测量, 得到当前条件下的发射光谱(见图 28)。



图 28. 发射光谱精细测量

27. 使用光谱仪的游标按钮，对发射光谱进行分析，记录发射峰峰位、发射峰强度(见图 29)。



图 29. 使用游标按钮分析发射光谱

第五部分 上转换荧光粉发射光谱测量

28. 在光谱仪控制界面关闭氙灯灯源，选择外接光源 (CW laser) (见图 30)。



图 30. 关闭氙灯并选择外接光源

29. 安装 980nm 红外激光器，并用螺丝固定(见图 31)。



图 31. 安装激光器

30. 依次打开激光器电源和安全锁，启动激光器并调节工作电流至有效值(见图 32)。



图 32. 开启激光器电源和安全锁

31. 点击图标 (), 选择发射光谱测量 (Emiss Scan) 选项, 设置扫描参数, 扫描范围可在 200-900nm 间选择(见图 33)。

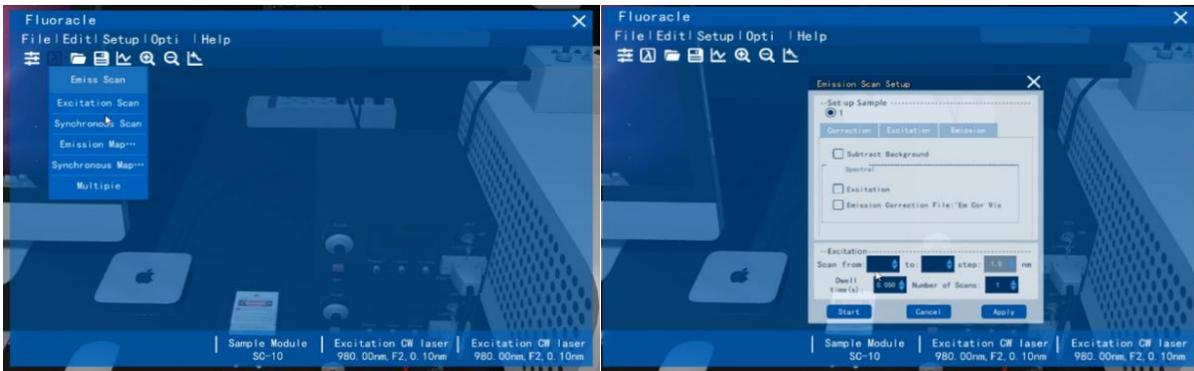


图 33. 设置扫描范围

32. 点击应用 (apply) 和开始测量 (start) 按钮(见图 34), 开始上转换发射光谱测试 (可改变实验条件, 如光谱仪狭缝、扫描范围等进行重复测量)。

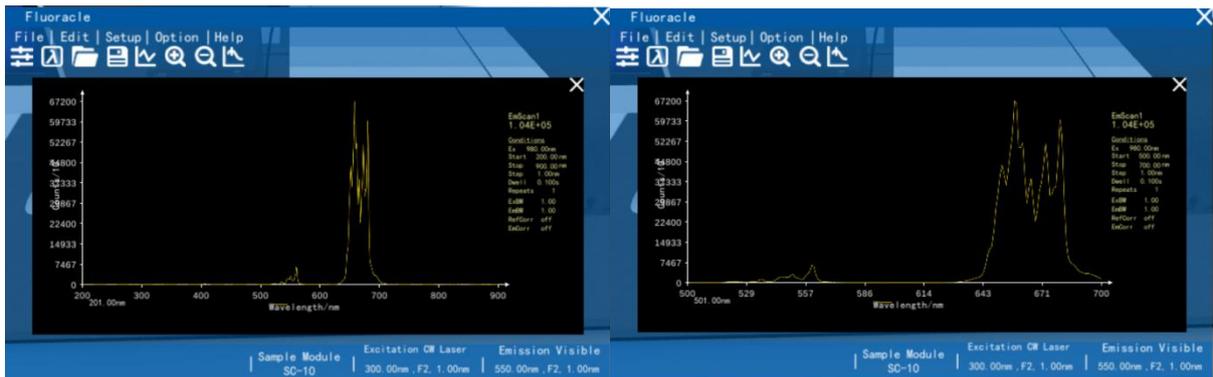


图 34. 上转换发射光谱测量

33. 观察并保存光谱。利用游标 () 分析并记录发射光谱主要发射峰的中心波长 (横坐标) 和对应相对强度最大值 (纵坐标) (见图 35)。

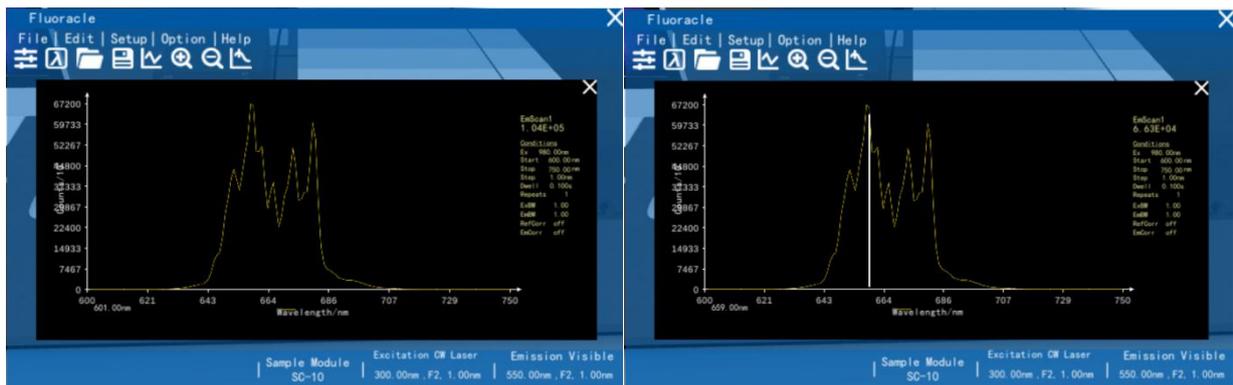


图 35. 使用游标按钮分析上转换发射光谱

34. 在相同狭缝条件下，改变激光器工作电流，在有效电流范围内以一定电流跨度测量不同激光器工作电流下的发射光谱，分析并记录光谱主要发射峰的中心波长（横坐标）和对应最大强度值（纵坐标）（见图 36）。

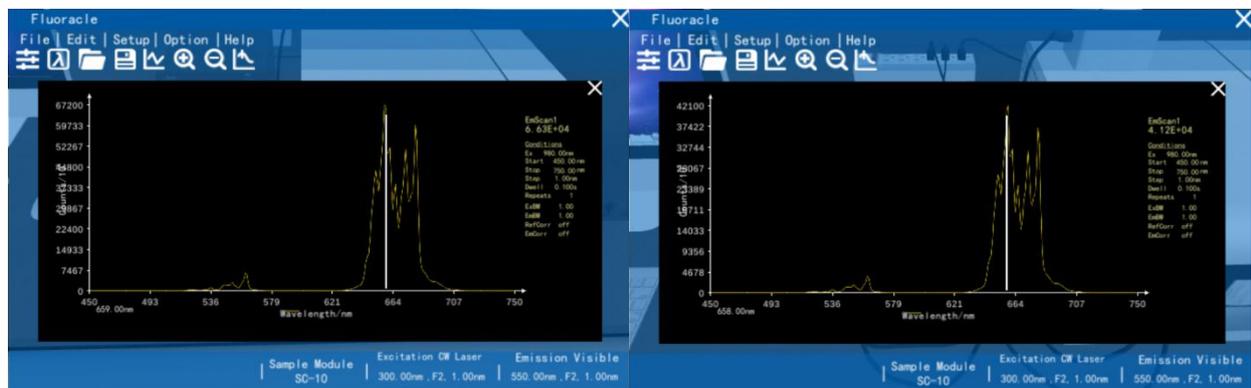


图 36. 不同电流激发的上转换发射光谱

35. 测量结束后关闭光谱仪，打开样品室盖，取出石英样品池，关闭样品室盖；将荧光粉取出放回样品盒，用酒精棉擦拭石英样品池，放回光谱仪配件盒中，完成荧光粉光谱测定。