

(1) 学生交互性操作步骤，共 14 步

步骤序号	步骤目标要求	步骤合理用时	目标达成度赋分模型	步骤满分	成绩类型
1	依据学习进度，选择学习模式或考核模式。	1	学生在学习模式下完成学习，掌握实验步骤和仪器使用方法后，可进入考核模式，完成实验。	5	<input checked="" type="checkbox"/> 操作成绩 <input type="checkbox"/> 实验报告 <input type="checkbox"/> 预习成绩 <input type="checkbox"/> 教师评价报告
2	依据实验目的和要求，依次完成原材料认知，设备认知，掌握材料的属性和各种仪器的使用方法及注意事项。	5	原材料药品和设备认知总时长不可少于 5 分钟。学习时间不足 5 分钟，扣 1 分。学习时间少于 3 分钟，扣 2 分。未完成学习，扣 5 分。	10	<input checked="" type="checkbox"/> 操作成绩 <input type="checkbox"/> 实验报告 <input checked="" type="checkbox"/> 预习成绩 <input type="checkbox"/> 教师评价报告
3	根据实验需要，在药品工具间选择药品和实验工具。其中，实验工具送至热处理间进行清洗，并烘干备用。药品送至样品制备间，使用电子天平逐一完成药品的称量、混合、研磨等步骤，最终装	10	选择药品和工具时，每多选和少选 1 件药品或工具，扣 0.5 分。少清洗工具扣 1 分。烘箱温度设置错误扣 1 分，忘记关闭烘箱门扣 1 分。称量药品时，天平调平错误扣 1 分，未做调平即直接称量扣 2 分。称量药品未使用称量纸、在天平中	10	<input checked="" type="checkbox"/> 操作成绩 <input type="checkbox"/> 实验报告 <input type="checkbox"/> 预习成绩 <input type="checkbox"/> 教师评价报告

	入坩埚待用。		放入称量纸后未去皮操作、剩余药品放回原药瓶、称量纸未更换、药勺重复使用，上述错误操作每出现1次，扣0.5分。		
4	将装有前躯体材料的坩埚放置于马弗炉中。按要求设置马弗炉升温程序。加大工作电流，启动马弗炉，开始煅烧样品。煅烧结束后，要使用坩埚钳小心取出坩埚，并再次回到样品制备间，对荧光粉进行研磨，最终装盒待测。	15	炉门未关闭扣1分。控温程序设置错误每次扣1分。设置温度超过马弗炉温度限制，即1300℃，扣5分。未开启总电源或分控电源，加载电流错误等步骤，每步错误扣1分。	10	<input checked="" type="checkbox"/> 操作成绩 <input type="checkbox"/> 实验报告 <input type="checkbox"/> 预习成绩 <input type="checkbox"/> 教师评价报告
5	前往光谱检测间，激活荧光光谱仪光路模块。将各个光学元件逐一拆解，观察其结构特征。	5	学习时间不足5分钟，扣2分。	10	<input checked="" type="checkbox"/> 操作成绩 <input type="checkbox"/> 实验报告 <input checked="" type="checkbox"/> 预习成绩 <input type="checkbox"/> 教师评价报告

	根据其所在位置，分析各光学元件的主要作用。				
6	依据光谱仪光激发和荧光检测的基本原理，将拆解下来的光学元件逐一安装到光谱仪光路中的正确位置上。安装正确后，观察光激发与光发射测量过程的模拟演示，掌握光谱仪工作原理和光学元件的主要功能。	10	安装位置错误每次扣0.5分。	10	<input checked="" type="checkbox"/> 操作成绩 <input type="checkbox"/> 实验报告 <input type="checkbox"/> 预习成绩 <input type="checkbox"/> 教师评价报告
7	将光谱仪样品池擦拭干净，装入荧光粉，安放在光谱仪样品室托架上。启动光谱仪及控制程序，点亮氙灯。设置光谱仪测量参数，在氙灯激发下定	5	激发波长、狭缝等参数设置无效每项扣0.5分。氙灯未开启扣1分。光源选择错误扣0.5分。发射光谱扫描范围起始波长设置错误，扣2分。	10	<input checked="" type="checkbox"/> 操作成绩 <input type="checkbox"/> 实验报告 <input type="checkbox"/> 预习成绩 <input type="checkbox"/> 教师评价报告

	性测量发光粉发射光谱，分析发光峰位。				
8	在定性测量的发射光谱中，读取特征发射峰波长。并以此波长为监测波长，进行激发光谱测量，输出测量结果。	5	发射波长、狭缝等参数设置无效每项扣0.5分。激发光谱扫描范围终止波长设置错误，扣2分。	10	<input checked="" type="checkbox"/> 操作成绩 <input type="checkbox"/> 实验报告 <input type="checkbox"/> 预习成绩 <input type="checkbox"/> 教师评价报告
9	根据定性测量的激发光谱，读取特征发射峰波长。并以此波长为激发波长，再次进行发射光谱测量。重复上述发射光谱和激发光谱测量过程，直至得到符合要求的定量测量结果。	10	激发波长、狭缝等参数设置无效每项扣0.5分。激发光谱扫描范围终止波长设置错误，扣2分。发射光谱扫描范围起始波长设置错误，扣2分。	10	<input checked="" type="checkbox"/> 操作成绩 <input type="checkbox"/> 实验报告 <input type="checkbox"/> 预习成绩 <input type="checkbox"/> 教师评价报告
10	关闭光谱仪氙灯，安装980 nm红外激光器。打开激光器电源及保险，调节工作电	5	狭缝等参数设置无效每项扣0.5分。光源选择错误扣0.5分。发射光谱扫描范围设置错误，扣1分。	10	<input checked="" type="checkbox"/> 操作成绩 <input type="checkbox"/> 实验报告 <input type="checkbox"/> 预习成绩 <input type="checkbox"/> 教师评价报告

	流至有效值。在工具栏中将光源选项设置为外接光源，设定测量参数并应用。测量荧光粉上转换发射光谱，输出光谱图，记录光谱数据。		未使用游标辅助记录数据扣1分。		
11	在相同狭缝条件下，改变激光器工作电流，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和对应最大强度值。	15	未完成五次以上工作电流调整与对应光谱测量，少一次扣0.5分。狭缝等参数设置无效每项扣0.5分。发射光谱扫描范围设置错误，扣2分。未使用游标辅助记录数据扣2分。	10	<input checked="" type="checkbox"/> 操作成绩 <input type="checkbox"/> 实验报告 <input type="checkbox"/> 预习成绩 <input type="checkbox"/> 教师评价报告
12	测试结束，关闭光谱仪，取出样品池做清洁处理。将激光器工作电流调为零，并关闭电源。	3	关机操作、样品池取出、样品池清理等物品整理步骤，未完成1项，扣0.5分。	5	<input checked="" type="checkbox"/> 操作成绩 <input type="checkbox"/> 实验报告 <input type="checkbox"/> 预习成绩 <input type="checkbox"/> 教师评价报告
13	依据所输出	60	光谱图标定20	100	<input type="checkbox"/> 操作成绩

	激发和发射光谱，完成光谱激发峰和发射峰标定，做上转换发射光强度随激光器激发光功率变化曲线，采用作图法求出上转换发光吸收光子数量，并以此进行能级间跃迁分析。		分，上转换发光吸收光子数量计算 50 分，跃迁分析 30 分。		<input checked="" type="checkbox"/> 实验报告 <input type="checkbox"/> 预习成绩 <input type="checkbox"/> 教师评价报告
14	按要求上传实验报告。	10	实验报告整体完成度 50 分。光谱图峰位标定信息完整性 10 分。作图法正确 10 分。直线拟合与斜率求解正确 10 分。跃迁机制分析与讨论 20 分。各项按照物理实验要求酌情评分。	100	<input type="checkbox"/> 操作成绩 <input type="checkbox"/> 实验报告 <input type="checkbox"/> 预习成绩 <input checked="" type="checkbox"/> 教师评价报告

(2) 交互性步骤详细说明

本实验共 4 个实验学时。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。选择固相法合成上转换荧光粉及光谱测量，并进入实验。实验室共分为药品工具间、样品制备间、热处理间和光学检测间。行走至门口处时，可以选择进入其它房间。整个实验过程需要在各操作间之间顺次、交替完成 12 个交互性步骤和 2 个数据处理步骤。具体实验流程如图 3-6-1 所示。

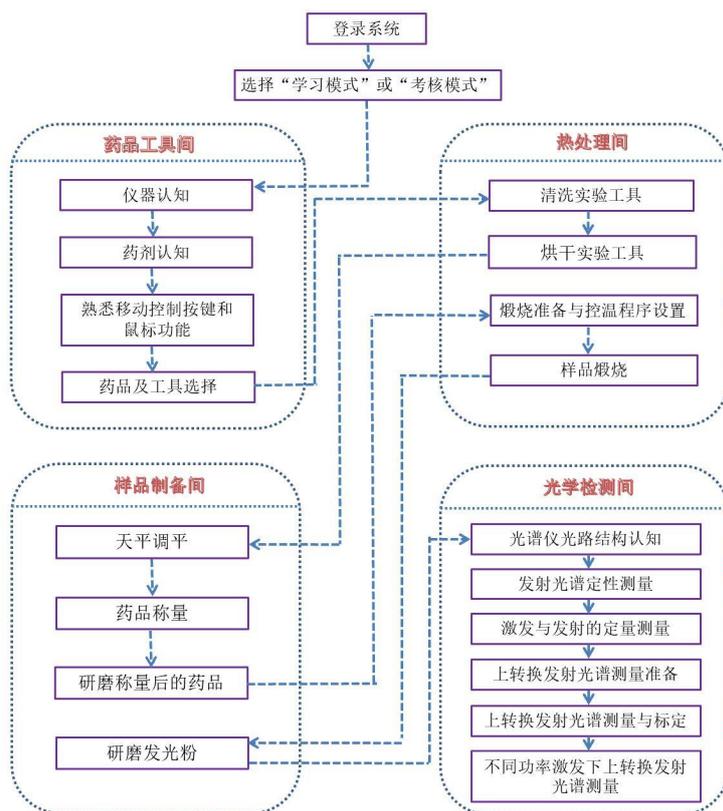


图 3-6-1 具体实验步骤流程图

步骤 1：模式选择

本操作步骤目的是让学生依据学习进度，选择学习模式或考核模式进行操作（见图 3-6-2）。

学生在学习模式下完成学习，在熟练掌握实验步骤和仪器使用方法后，方可进入考核模式，完成实验。



图 3-6-2 实验模式选择界面

步骤 2：药品和设备认知

本步骤的目的是引导学生养成良好的实验预习习惯。依据实验目的和要求，依次完成原材料药品认知和设备认知，掌握材料的属性和各种仪器的使用方法及注意事项。

如图 3-6-3 所示，在实验的初始阶段，所有实验药品和仪器设备的选项按钮均分布在窗口的右侧。学生可通过点击展示页面的下一步按钮，或直接点击窗口右侧与药品和仪器名称相对应的按钮完成信息浏览与学习。特别是仪器设备的使

用说明及注意事项,学生在学习模式下,可随时通过按动窗口右上角的书形按钮,完成调阅。考核模式下,此功能将被屏蔽。



图 3-6-3 药品设备认知和设备使用说明调取界面

步骤 3: 前驱体材料制备

本步骤的目的是让学生掌握固相法合成上转换发光材料所需前驱体材料的制备方法,并养成良好的实验习惯。同时,掌握烘箱、高精度电子天平的使用方法和注意事项。所有实验工具、器皿在使用前必须清洗干净,清洗过程要仔细,保证实验过程不会引入污染。所有实验工具在完成清洗之后必须充分烘干,否则水分会导致粉末结团,导致研磨不均匀。烘箱的温度由控温程序控制,学生要掌握控温程序的设置方法。称量药品时,天平要首先进行调平。之后,使用称量纸逐一完成药品称量。过程中,称量纸和药勺不可混用。最后将药品混合研磨均匀。具体流程如下:

(1) 拿起实验台上的托盘,依据荧光粉组分,在药品柜选取所需化学药品,如氧化钇、氧化钬等。操作过程中,拿取、开关柜门等操作具有空间限制,需靠近操作。取得药品后,将药品送至样品制备间的电子天平所在实验台上(见图 3-6-4)。此处需注意,必须按照实验室管理要求及时关闭柜门,否则无法走出房间。



图 3-6-4 药品选择界面

(2) 再次拿起托盘，前往药品储藏间的工具柜拿取所需工具（见图 3-6-5），并关闭柜门。之后，前往热处理间，准备清洗工具。

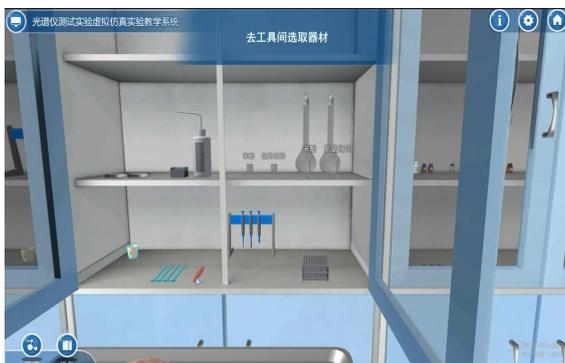


图 3-6-5 工具选择界面



图 3-6-6 清洗工具示意图

(3) 戴上橡胶手套，依次清洗坩埚、研钵、药勺等实验工具（见图 3-6-6）。清洗完毕后，将所有工具装入托盘，准备烘干。

(4) 按照图 3-6-7 所示，前往烘箱处，打开电源，温度设置为 45℃。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。取出烘干的工具后，需关闭烘箱箱门。



图 3-6-7 烘箱操作示意图

(5) 带上烘干的工具前往样品制备间，准备称量药品。称量前要先对天平进行调平（见图 3-6-8）。调节电子天平后下方的支脚，通过顺时针或逆时针旋转支脚调整支脚所在位置的高度，同时，观察水平仪，直至水平仪中的气泡进入中心位置，完成天平调平。

(6) 在天平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，需扔掉。称量第二种药品时，使用新的称量纸和没有使用过的药勺。最后，将称量好的药品放入玛瑙研钵。



图 3-6-8 电子天平调平和去皮操作示意图

(7) 使用玛瑙研钵研磨药品并混合均匀，将研细混匀的药品装入刚玉坩埚，完成前躯体材料的准备（见图 3-6-9）。



图 3-6-9 药品研磨步骤示意图

步骤 4：荧光粉的煅烧制备

本步骤的目的是学习荧光粉煅烧制备流程，掌握马弗炉使用方法和注意事项。了解马弗炉的内外结构和主要控制按键的功能，以及控温程序对煅烧过程的控制作用及控温程序的书写规则。练习使用控温程序面板，完成炉温程序设定。在安

全防护下完成样品煅烧和样品的取出。学生需明确马弗炉的工作原理，电流加载对马弗炉加热元件的能量供应，控温程序对电流加载的控制，炉内温度的监测与温度调节。

(1) 带上准备好的前驱体材料，前往热处理间。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 3-6-10）。开启马弗炉总电闸，使用温度控制面板上的按键，设置温控程式：C01=20 °C，T01=120 min，C02=800 °C，T02=120 min，C03=800 °C，T03=-121。



图 3-6-10 马弗炉结构及控制面板示意图

(2) 检查确认温控程序无误，加大工作电流，按下加热启动电源，启动马弗炉，开始煅烧样品（见图 3-6-11）。等待，直至控温程序执行完毕。



图 3-6-11 马弗炉程序控制及工作电流控制按钮示意图

(3) 煅烧结束，炉温冷却至可操作温度后，打开炉门，使用坩埚钳小心取出坩埚，关闭炉门（见图 3-6-12）。



图 3-6-12 煅烧结束实验操作界面

(4) 前往样品制备间，将煅烧后的药品移入玛瑙研钵，再次研磨。将研磨好的样品装入样品盒（见图 3-6-13），完成荧光粉的煅烧制备。



图 3-6-13 煅烧结束后荧光粉研磨及装盒示意图

步骤 5：光谱仪光路结构认知

本步骤的目的是让学生了解光谱仪激发和发射扫描光路的基本构造，学习光路中主要光学元件，如光源、反光镜、光栅、光阑等部件的功能和作用。



图 3-6-14 光谱仪光路拆解触发示意图

带着盛有上转换发光粉的样品盒前往光学检测间。靠近荧光光谱仪主机，触发光谱仪光路元件拆装实验，结果如图 3-6-14 所示。对光谱仪各个部件进行逐一拆解。拆解过程中对光学元件的名称、样貌进行认知。依据光谱仪工作原理，分析各元件的主要功能。

步骤 6：光谱仪光路元件组装

本步骤的目的是让学生初步掌握光谱仪测量激发光谱和发射光谱的基本原理。结合实物深入理解光谱仪参数设置所针对的光学元件的变化，结合光学元件运转情况掌握光谱扫描的本质。

依据光学元件的主要功能，将各元件重新装回光谱仪光路暗箱(见图 3-6-15)。在完成正确安装后，会激活光路，模拟光从光源发射后，经各个光学元件改变光束传播方向和传输特性，实现分光等光学作用，进一步掌握各光学元件的主要功能。



图 3-6-15 光谱仪光路元件组装和光谱测量模拟示意图

步骤 7：发射光谱定性测量

本步骤的目的是让学生掌握发射光谱的定性测量方法及目的，即借助发射光谱定性测量结果，初步了解发光材料特征发射峰的位置，以便之后获得更加准确的发射光谱。

(1) 将荧光粉装入光谱仪的样品池，样品池连同荧光粉一起放入光谱仪样品架（见图 3-6-16）。关闭样品室盖子，打开光谱仪开关，在电脑上打开光谱仪控制程序。

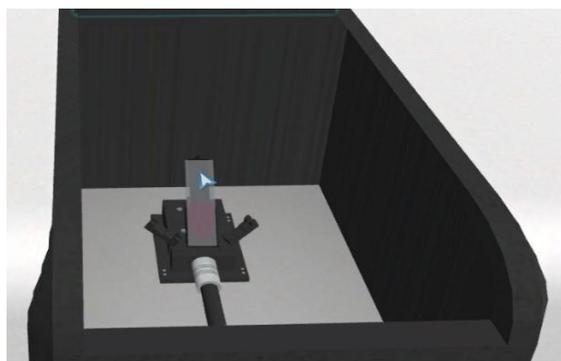


图 3-6-16 样品准备及样品池安装示意图

(2) 发射光谱的定性测量参照图 3-6-17 和 3-6-18 所示界面进行操作。在控制程序 setup 界面中打开氙灯(见图 3-6-17)。点击工具栏激发选项设置, 将光源路径 (Source Light Path) 选为氙灯 (Xe lamp), 狭缝 (Bandwidth) 可选择 1.0、2.5、5.0 nm, 探测器路径 (Detector Light Path) 项选 visible。点击工具栏发射选项设置, 选择发射光谱扫描 (emission scan) 选项, 并设置扫描参数 (见图 3-6-18)。其中, 激发波长通常选择能量较高的 400nm 以下紫外光, 光谱扫描范围的起始波长必须大于所选激发波长, 终止波长一般为光谱仪的测量极限。参数设置完毕后, 点击应用并开始光谱扫描。

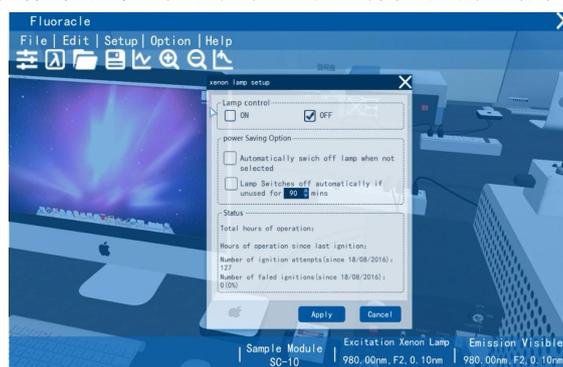


图 3-6-17 光谱仪光源控制界面

步骤 8: 激发光谱定性测量

本步骤的目的是让学生掌握激发光谱的定性测量方法及目的, 即借助激发光谱定性测量结果, 初步了解发光材料获得高强度发射所对应的激发光波长分布情况, 以便之后获得更加准确的激发和发射光谱。

激发光谱的定性测量方法如下(参照图 3-6-18)。点击工具栏发射选项设置, 选择激发光谱扫描 (excitation scan) 选项, 并设置扫描参数。其中, 发射监控波长 (Monochromator wavelength) 依据发射光谱定性测量结果, 选择材料的特征发射峰位置, 或发射光谱中最强发射峰的峰位(波长)。光谱扫描范围的终止波长必须小于所选监控波长大小。参数设置完毕后, 点击应用并开始光谱扫描。



图 3-6-18 光谱仪激发和发射光谱测量操作界面

步骤 9：激发与发射光谱的定量测量

本步骤的目的是引导学生通过反复的定性测量，逐次逼近地寻找最佳发射光谱，并根据测量结果准确判断特征发射峰峰位。掌握激发光谱、发射光谱反复测量，逐渐优化测量结果，最终获得最佳激发和发射光谱的方法。

(1) 对定性测量的激发光谱进行分析，将最强激发峰峰位设置为激发光波长，进行发射光谱测量。如扫描所获得的发射光谱中没有明显的铒 (Er) 离子特征发射峰（一般在 550nm 和 670nm 左右），需重新选择激发波长，再次进行发射光谱测量，直至观察到明显的特征发射为止（见图 3-6-19）。通过增大狭缝大小，可以获得更强的光谱强度。

(2) 调整激发波长大小后，如所获发射光谱的特征发射峰强度高于之前的测量值时，则说明本次调整对测量结果进行了有效修正。以新的发射光谱为准，进行第二次激发光谱测量。如此往复，直至获得最佳激发光谱和发射光谱（在相同测量参数下，特征发射峰和激发峰具有最大强度）

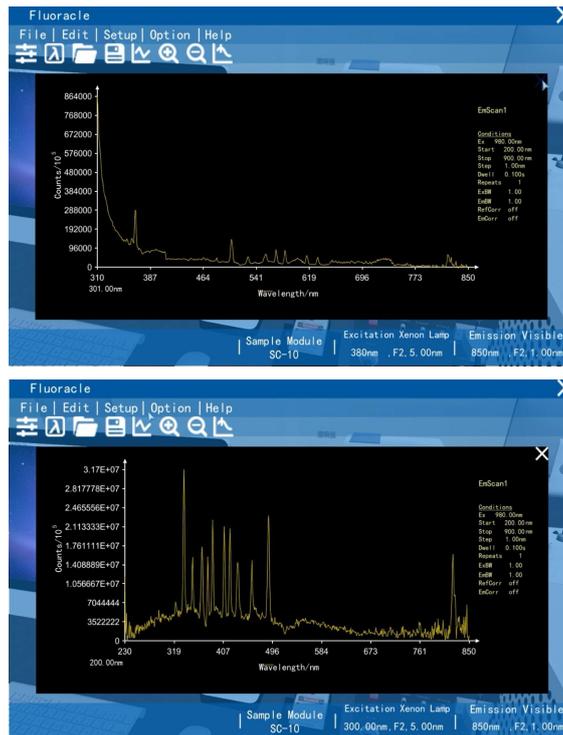


图 3-6-19 激发光谱和发射光谱图例

(3) 当获得具有明显激发峰或发射峰的光谱时，参照图 3-6-18，借助光谱测试界面的游标功能 () 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)。

步骤 10: 上转换发射光谱测量准备

上转换发射光谱使用的光源不是氙灯，需换为外接 980 nm 激光器。本步骤的目的是让学生了解荧光光谱仪连接外接光源的方法和设备参数设置要求，熟练掌握外接激光器的启动和功率控制方式。

(1) 如图 3-6-20 所示，安装 980 nm 红外激光器，并用螺丝固定。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。

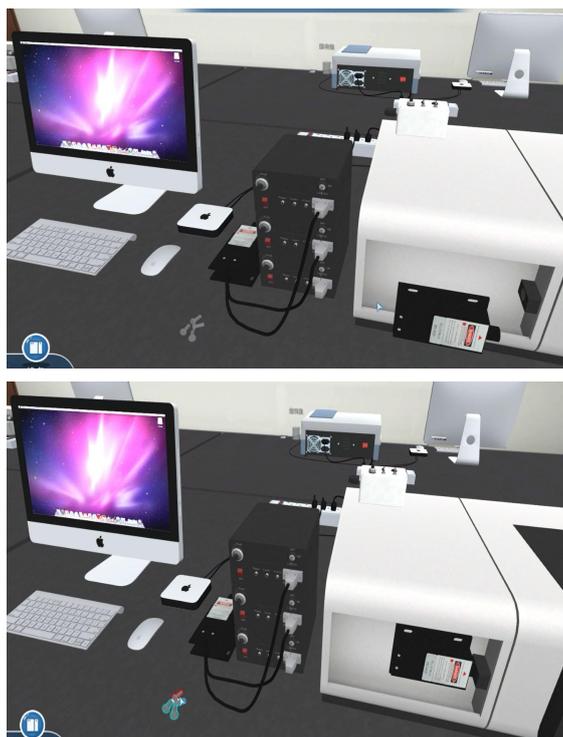


图 3-6-20 光谱仪外接激光器操作示意图

(2) 点击电脑，启动光谱仪控制程序。在控制程序 setup 界面中关闭氙灯（见图 3-6-17）。点击工具栏激发选项设置 , 将 Source Light Path 选为“CW Laser”，Bandwidth 可选择 1.0、2.5、5.0 nm，Detector Light Path 项选 visible（见图 3-6-21）。



图 3-6-21 光源切换界面示意图

步骤 11: 不同功率激发下上转换发射光谱测量

本步骤的目的是让学生学习使用外接光源（激光器）进行上转换发射光谱测量的方法，进一步熟悉发射光谱测量的参数设置，熟悉游标功能键的使用。引导学生根据实验原理和实验目的，设计上转换发射光谱的测量方案，采集不同激发功率下的上转换光谱数据。为课后分析上转换发光光子吸收与粒子跃迁机制提供重要数据。

(1) 如图 3-6-22，点击工具栏发射选项设置 , 选择“emission scan”选项。在“Emission Scan parameters”中设置扫描参数，Wavelength 可选 200-900nm，间隔 1nm。



图 3-6-22 上转换发射光谱测量操作界面

(2) 点击“apply”应用参数，再点击“start”开始光谱测量（可改变实验条件，如光谱仪狭缝、扫描范围重复测量），结果可参照图 3-6-23。

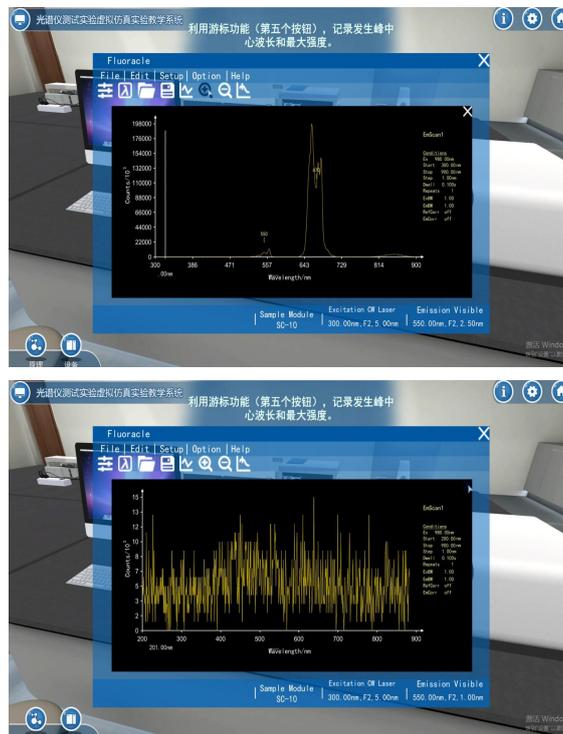


图 3-6-23 上转换发射光谱图例（上：正常光谱图，下：光谱仪背景光谱）

(3) 观察并保存测得的光谱。利用游标（）功能，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）。

(4) 在相同狭缝条件下, 改变激光器工作电流(见图 3-6-24), 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)。

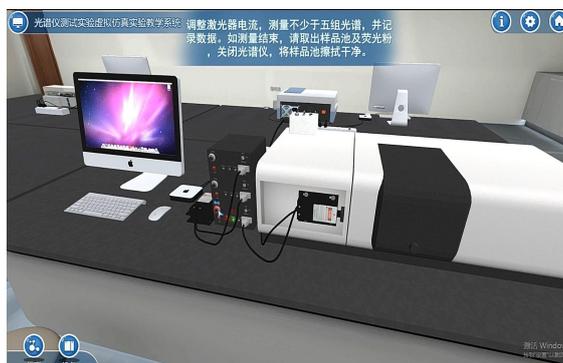


图 3-6-24 激光器工作电流调节示意图

步骤 12: 仪器关机与物品整理

本步骤的目的是引导学生养成良好的实验室工作习惯。在完成实验后, 将所有调整过的机械旋钮, 如激光器工作电流, 调至最小。之后关闭设备。样品需从光谱仪样品室中取出, 并将样品池擦拭干净。

测量结束后, 将激光器工作电流调至零, 关闭激光器电源。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。完成荧光粉光谱测量(见图 3-6-25)。



图 3-6-25 激光器工作电流调节示意图

步骤 13: 数据处理

本步骤的目的是考核学生数据处理、图表制作和结论分析能力。

- Ø 绘制不同激光器功率下的发射光谱曲线, 标注主要发射峰中心波长和发射强度光谱信息, 分析发射光谱。
- Ø 根据不同激光器工作电流下的发射光谱数据, 取红光(660nm左右)为研究对象, 作红光(最强峰)强度随激发光功率变化曲线(不同工作电流下的激光器输出功率可从电子教材的附表中获得), 分析不同激发功率下的发光特性。
- Ø 以公式(1)为理论依据, 根据红光强度随激发光功率变化曲线, 将其横、纵坐标进行对数变换, 再进行直线拟合, 通过计算所得到的斜率值, 分析多光子吸收过程。
- Ø 依据上转换发光的基本原理, 结合发射光谱发射峰位信息、多光子吸收判定结果和 Er-Yb 离子能级图, 分析能量传递过程和电子跃迁机制。

步骤 14: 实验报告提交与评价

本步骤由学生提交实验报告。教师依据实验报告的整体完成度、光谱图及峰位标定信息准确性、作图质量、直线拟合与斜率计算结果、跃迁机制分析与讨论内容，进行评价，给出实验报告分数。最终，实验操作分数和实验报告分数按照一定比例计入实验总成绩。