



九江学院

优秀本科毕业论文(设计)汇编

(理工科)



九江学院实验中心编

2009
(总第5期)

九江学院优秀本科毕业论文（设计）汇编

（2009 届）

主 编：陈 勤

副主编：黄冬久

编 委：邓安远 王 勤 周金贵 冯敏强

张德勤 张晓明 李华锋 李长江

陈小林 陶春元 高小英 吴维勇

韩 琨 廖 亮 潘旭华

（按姓氏笔划排列）

九江学院实验中心编

二〇一〇年一月

前 言

我校《2009 届优秀本科毕业论文（设计）汇编（理工版、文史版）》（以下简称《汇编》）在校领导的关心、指导下和相关二级学院的支持、配合下，顺利完成推荐、评优、编辑、校对工作，付梓印刷了。《汇编》所选入的 54 篇优秀本科毕业论文（设计）是从我校 2009 届本科毕业生所撰写的 2530 篇毕业论文（设计）中择优推荐、严格评审出来的，它是我校 2009 届本科毕业生、论文（设计）指导教师及有关教学管理人员共同努力、辛勤耕耘的成果，展现了我校本科毕业论文（设计）的质量与水平。

2009 年，我校广泛深入学习实践科学发展观，全面推进内涵建设，着力于提高教学质量和人才培养质量。毕业论文（设计）作为不可或缺的综合性实践教学环节，能够有效地锻炼和培养学生对所学知识和技能在实践中的综合运用能力、科学研究能力和创新能力，对我校实现“高级应用型”人才培养目标具有重要意义。为进一步加强实践教学管理工作，提高实践教学质量，学校整合实践教学管理职能，毕业论文（设计）管理工作归口实验中心，实验中心以规范管理为核心、质量监控为重心，和各二级学院一起完善、规范本科毕业论文（设计）工作流程，强化对选题、开题、撰写、指导、结题、答辩等环节的全过程质量监控，保证了 2009 届本科毕业论文（设计）的质量和水平。

2009 届我校本科毕业论文（设计）呈现出一种明显的特征，即在选题上开始强调地方特色与优势资源，面向地方社会经济实际，结合教师科研，分析、研究、解决地方社会经济发展中的现实问题，为地方社会经济发展服务。在《汇编》入选的 54 篇优秀本科毕业论文（设计）中，近 17%为此类选题，例如：《龙舟运动在九江市高校开展的可行性分析》、《港口经济与九江城市经济发展》、《白鹿洞书院文化旅游深度开发研究》等。今后，本科毕业论文（设计）工作，要积极响应省委、市委和学校的号召，围绕“鄱阳湖生态经济区”的建设和“山江湖”工程，充分利用地方特色和优势，开展产学研合作，为地方社会经济发展献计献策，力争涌现一批对地方社会经济发展具有现实意义和实用价值的优秀本科毕业论文（设计）。

在此，对所有为不断提高我校本科毕业论文（设计）质量而努力工作的论文学生作者、指导教师和教学管理人员表示诚挚的谢意！同时，由于我校是新建地方本科院校，论文（设计）的质量和管理工作仍存在不少不足之处，恳请大家批评、指导。

目 录

YAG: Ce ³⁺ 透明陶瓷的制备及体视学研究	1
非负不可约矩阵 Schur 补及 Perron 补的性质研究	19
抗癫痫药苯妥英钠的合成	39
空白焙烧—碱浸取提钒实验研究	50
TiO ₂ 制备、表征及其在自然光下催化降解一氯甲烷的研究	70
微生物絮凝剂的制备与应用研究	99
汽车起动电机轴承盖垫圈冲压模具设计	131
基于 PLC 的全自动洗衣机控制系统的设计	164
载荷对超音速火焰喷涂 Cr ₃ C ₂ -NiCr 涂层磨粒磨损性能的影响	191
X70 钢焊接热影响区金属组织与性能研究	227
便携式跑步机的设计及仿真	258
单总线多点温度检测系统	283
基于 Capon 滤波器的雷达波束形成仿真与优化	303
基于 MATLAB 的基音周期检测算法的研究	323
大尺寸 LED 时钟显示屏设计与制作	349
单片机教学实验板的设计	383
基于 VBA 技术的个人英语语料检索管理系统的研究	407
基于 JavaME 的手机城市公交线路查询系统的设计与实现	437
创感时代“双脑共生”团队学习技能研究	465
中小企业信息化中客户关系管理(CRM)研究	508
综合小区修建性详细规划	547
九江市某医院住院大楼建筑方案设计	555
九江学院综合办公楼结构设计	572
46 株芽孢杆菌制剂对花生生长及其产量的影响	584
九江市城区业余羽毛球馆发展现状及对策的研究	598
龙舟运动在九江市高校开展的可行性分析	608

YAG: Ce³⁺透明陶瓷的制备及体视学研究

理学院 应用物理学专业 黄伯刚 指导老师: 王殿元

【摘要】由沉淀法制备 Y₃Al₅O₁₂:Ce³⁺的纳米粉末。将 Y₂O₃、Al(NO₃)₃和 Ce(NO₃)₃分别溶于稀硝酸或去离子水,配置成 Y(NO₃)₃、Al(NO₃)₃、Ce(NO₃)₃溶液,然后按比例混合。在混合溶液中加入适量的 CO(NH₂)₂,并加热使其分解,然后静置 24 小时,使溶液充分沉淀。将得到的沉淀物用去离子水反复冲洗,并烘干,在 1100℃退火 1h,得到 YAG:Ce³⁺前驱体粉末。通过 XRD、TEM 和 SEM 测试手段对粉末进行表征,测试发现所合成的 YAG:Ce³⁺粉末颗粒均匀,大小在 40nm 左右。

对 Y₃Al₅O₁₂:Ce³⁺的纳米粉末光谱分析发现,激发峰位于 349nm 处,归因于 4f→5d 能级的跃迁吸收。发射光谱是由两个波峰重叠而成。540nm 处的发射峰,对应于 5d→²F_{5/2}能级的跃迁;而 594nm 处的发射峰则对应于 5d→²F_{7/2}能级跃迁。激发光谱是由 4f 能级到 5d 能级的跃迁吸收。

前驱纳米粉未经研磨、高压钢模成型,制成直径为 13mm 的薄圆形坯片,然后将其放入真空碳管炉中,1570℃真空烧结 6h 得到 Y₃Al₅O₁₂:Ce³⁺透明陶瓷。通过光学显微镜对陶瓷表面及断裂面进行了观察和分析,同时对陶瓷的透光度也进行了分析。

【关键词】YAG; 沉淀法; 透明陶瓷

Abstract: Y₃Al₅O₁₂:Ce³⁺ Nano-powder have been prepared by co-precipitation technique in which CO(NH₂)₂ is used as a precipitant. Y(NO₃)₃,Al(NO₃)₃ and Ce(NO₃)₃ stock solution was prepared. The nitrate solutions containing Y(NO₃)₃, Al(NO₃)₃ and Ce(NO₃)₄ were mixed. Uniform mixture solutions were formed with stirring. The mixtures were added in CO(NH₂)₂ and heated for several minutes to dissolve CO(NH₂)₂. The precipitations were obtained by filtering and washed twice with deionized water, which were subsequently dried to obtain precursor powders. Finally the precursor powders were fired in reductive atmosphere at 1100℃

for 1h to get the corresponding nano-crystalline $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}^{3+}$. The morphological characteristics of the powders were analysed using SEM and TEM. The crystal structures of the powders were analysed using XRD. Optical properties of the powders were measured by photoluminescence spectra. The average grain size of the powders is about 40nm.

The excitation peak is located at 349nm due to the $4f \rightarrow 5d$ transition. The broad emission band consist of two peaks which were located at 540nm due to $5d \rightarrow {}^2F_{5/2}$ transition and 594nm due to $5d \rightarrow {}^2F_{7/2}$ transition.

$\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}^{3+}$ powders were dry pressed into $\Phi 13\text{mm}$ disk. The $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}^{3+}$ transparent ceramic was fabricated after sintering at 1570°C for 6h in vacuum furnace. The morphology fracture surface and the transmittance was investigated.

Keywords: YAG; precipitation method; transparent ceramics

第一章 透明陶瓷制备概述

§ 1.1 纳米粉体的合成方法

透明陶瓷的制备一般采用原料粉末合成、粉体成型和素坯烧结的流程。因此陶瓷原料粉的合成是制备透明陶瓷的基础。原料粉体的常用制备方法包括：高温固相法、微波热合成法、溶胶-凝胶法、沉淀法和燃烧法等。

§ 1.1.1 高温固相法

高温固相反应法是发光材料的一种传统的合成方法，具有工艺简单、成本低、效率高的优点。其基本过程如下：首先将固体原料相互混合，然后进行长时间加热，使反应在高温下通过接触截面发生离子的扩散，或者使原有的化学键断裂，这种变化向固体原料内部或深度扩散，最终导致一种新物质的产生。

利用该法合成稀土发光的主要优点是：微晶的晶体质量优良，表面缺陷少，余辉效应高，利于工业化生产。缺点是在高温电炉中烧结，保温时间较长(10h 以上)，对设备要求较高，合成的粉体颗粒大，粒子易团聚，需球磨减小粒径，难以获得球形颗粒，易存在杂相^[1]。这些不足是影响透明陶瓷的原因之一。

例如：将 Y_2O_3 、 CeO_2 、 Al_2O_3 按一定化学计量比称量，并加入适量助熔剂，然后在玛瑙研钵中研磨 30min 至充分混合后置入坩埚，在还原气氛下加热到 1550°C ，持续 3 小时，冷却后经研磨，筛选，便得 $\text{YAG}:\text{Ce}^{3+}$ 荧光粉^[2、3]。

§ 1.1.2 微波热合成法

微波热合成法用于无机粉末材料的制备，已制得了多种粒度细小、分布均匀、色泽纯正、发光效率高的荧光体。

微波热合成法的显著优点是反应彻底、快速、高效、节能、洁净、经济。使用方法和设备简单，只须家用微波炉即可。用此法合成的产品具有产物相组成单纯、杂相少，发光亮度较高、粉体粒度较细等特点，有较好的应用前景。但物质间的反应机理尚不太清楚，有待进一步研究。^[4]

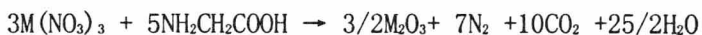
§ 1.1.3 溶胶—凝胶法

溶胶—凝胶法是当前制备各种功能材料和结构材料的重要方法。它是在高纯、高温、缓和和可控速的反应条件下，通过金属醇盐、无机醇盐或配合物等溶液的水解、聚合、缩合、胶溶、胶凝、干燥、热解等步骤，再加上不同的工艺手段，就可以制备出各种形态功能材料及结构材料及相应仪器。许多亚微米和纳米级的发光材料就是用溶胶—凝胶法制得的。

溶胶—凝胶法具有合成温度低、体系化学均匀性好、所得产品颗粒细且均匀以及产品纯度较高等优点，但存在原材料价格较贵，溶胶—凝胶过程时间较长等不足。^[5、6]

§ 1.1.4 燃烧法

燃烧法利用有机燃料和金属盐溶液之间的放热反应，其释放出大量的热能可使反应体系很快升温到 1600°C 以上，此方法既节能又省时，更重要的是反应物在合成过程中处于高度均匀分散状态，反应时原子只需短程扩散即可进入晶格位点，加之反应速度快，前驱物的形成和氧化物的分解温度又很低，因此使得产物粒度小，粒径分布均匀。影响反应的因素包括燃料的类型，燃料与金属盐的摩尔比以及燃烧的温度等。燃烧过程中发生的化学反应包括：溶液的燃烧和溶液的分解。当以甘氨酸为燃料时，燃烧过程中的化学反应机理为：





当以尿素为燃料时，化学反应的机理为：



由上述各式可以看出：反应中产生了大量的气体，加之反应进行迅速，产物来不及结晶就冷却下来，使得前驱物呈现无定形的多孔泡沫状。其中M₂O₃可表示为(Y_{3/2}Al_{5/8})₂O₃。^[7-8]

§ 1.1.5 水热合成法

自 1982 年开始用热水反应制备超细微粉的水热发一引起国内外的重视。用水热发制备的超细微粉最小粒径已经达到数纳米的水平。所谓水热制备技术或水热法，可简单地描述为使用特殊设计的装置，人为地创造一个高温高压下在水（水溶液）或水蒸气等流体中环境，使得通常难溶或不溶的物质溶解并且发生化学反应来合成超细微粉的一种方法。

与其它材料制备方法相比，水热制备技术具有以下特点^[9-12]：

1. 水热法可以制备其他方法难以制备的物质的某些物相。
2. 水热条件下，反应物溶解后形成的各种离子充分接触，使得反应更加容易进行，反应更加彻底。

3. 在水热体系中发生的化学反应具有更快的反应速率。

§ 1.2 沉淀法

众所周知，当溶液中含有构成某种化合物的离子，如果这些离子浓度的乘积大于其溶度积时，该化合物即将由溶液中沉淀析出。这是最常见的化学反应。利用这种沉淀反应可以直接制备许多发光材料或它们的前驱物^[13]。沉淀法即在混合的金属盐溶液（含有两种或两种以上的金属离子）中加入适当的沉淀剂，反应生成均匀的沉淀物，将沉淀物分解后得到高纯度的超细粉末材料。

均相共沉淀法是沉淀法的一种，它具备可以使沉淀物均匀地生成，而且方法简单、制备周期短、成本低、精确控制，易于实现工业化批量生产的优点。但采用均相共沉淀法，如果对纳米颗粒的生长控制不好，容易造成比较多的团聚，使颗粒尺寸分布不均匀，对随后陶瓷素坯的压制与烧结带来困难。

§ 1.3 粉体的成型

透明陶瓷成型可以采用各种方法，如注浆成型法、凝胶注膜成型、流延成型、可塑成型方法、泥浆浇注、热塑泥浆压铸、挤压干压成型以及等静压成型等。目前用的最多的是干压成型和等静压成型。对于泥料的成型多采用注浆成型法、泥浆浇注等方法。对于粉末的成型一般采用干压成型和等静压成型。

干压成型是将粉料加少量结合剂，经造粒然后将造粒后的粉料置中，在压力机上加压形成一个性状的坯体。干压成型的实质是在外力作用下借助内摩擦力牢固的把各颗粒联系起来，保持一定的形状。实践证明，性能与加压方式、加压速度和保压时间有较大的联系。干压成型具有工艺操作方便、周期短、效率高、便于实行自动化生产等优点，而制出的坯大，尺寸精确，收缩小，机械强度高，电性能好。但干压成型也有不少具损耗大，加工复杂，成本高，加压时压力分布不均匀，导致密度不均匀收缩不均匀，以致产生开裂、分层等现象。

等静压成型是静压传递原理的一种应用。在一个密闭容器内充满液体，一处受压时，此压力将传递到液体各点，且各点压力相等，把经过处理的粉末装入模具中，由于模具完全被液体包围，所以模具各个方向均受到的压力从而使坯体的各个方向被均匀压实，称为等静压成型。传压介质还可以是固体或气体，传压液体可用水或油，传压气体可用空气和氮气等。等静压成型包括湿式等静压和干式等静压。等静压成型有如下特点：(1)可以生产性状复杂、大件及细长的制品，而且成型质量高；(2)成型压力高，而且压力作用效果好；(3)坯体密度高而且均匀，烧成收缩小，不易变形；(4)模具制作方便，寿命长，成本较低；(5)可以少用或不用粘结剂。

§ 1.4 陶瓷的烧结

多晶体的陶瓷是通过烧结法制造的，所以，一般称为烧结陶瓷。陶瓷的烧结工艺包括：根据目的选择原料，进行细粉碎或以原样调配，经成形、烧结工序烧结成规定形状，然后，再进行加工处理而制成制品。

多晶体的陶瓷是把粉体在低于熔点的温度条件下，进行热处理而制得的。陶瓷的制造技术和晶体与非晶态玻璃的制造技术完全不同，具有不经过熔融状态的特点，在材料过程

中称为成形—烧结工序。烧结是把粉体在比其熔点低的温度下加热而产生粉体粒子聚集的过程。在此过程中,使粉体聚集的主要原动力是粉体的表面能。假若有两个半径为 R 的小球状粉体粒子相接触,在接触部分存在着用表面能 γ_{sv} 和接触部分的曲率半径 ρ 表示的 $p = \gamma_{sv} / \rho$ 的力的作用,这就是使粉体粒子聚结起来的力。烧结粉体时,要求尽量使用细的粉体,这是由于粉体越细,粉体粒子间所产生的烧结原动力越大的缘故。

图 1.1 为表示烧结的模式图。在(1)~(2)的过程中,由于粒子相互接触部分表面张力的作用,使粒子表面积减小,晶粒间界面积增大,同种粒子的结合,空隙减少的原因是由于粒子内部物质移动,体内扩散的结果。这种扩散使存在于(1)中的较多的孔隙在(2)中减少了,并由于体积的减少而使密度增加。在(2)~(3)的过程中,随着粒子的变大(粒子成长)孔隙进一步减少。在(4)中孔隙已完全消失,变成致密的粉体粒子的烧结体,此即为多晶材料。

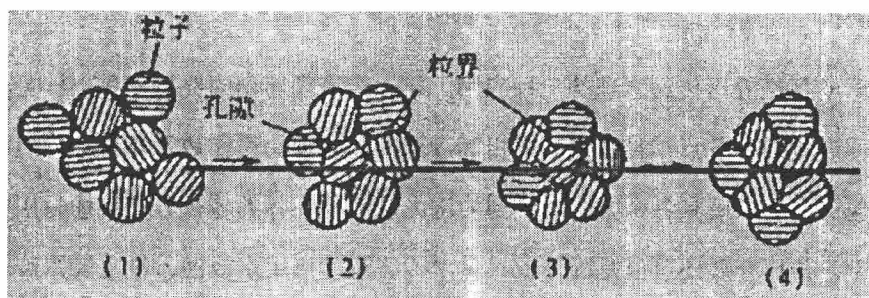


图 1.1 烧结模型图

陶瓷的烧成通常要经历三个阶段,即从至最高烧成温度的升温阶段、在最高温度的保温阶段、从最高降至室温的冷却阶段。一般烧成温度指的是最高烧结温度。通常,升温期要发生有机物和水的挥发、结晶水的排除、相变等过程,在发生这些过程的温区要注意升温速率不能太快。一般瓷料在 1100℃ 以后开始缓慢的烧结过程,出现气孔的排除和晶粒的生长,一直持续到最高烧成温度。最高烧成温度的确定很重要,不同的瓷料有不同的烧成温度范围。宽的可至 40~100℃,窄的只有 10~20℃ 左右。对烧成温度小的瓷料,其最佳烧成温度一般应选在允许范围的下限,适当延长保温时间来处理。

要得到致密的、气孔率低的透明陶瓷,必须采用不同于普通陶瓷的特殊烧结工艺。透明陶瓷的烧结方法多种多样,最常用的是真空烧结、热等静压烧结^[17]和热压烧结^[18]。

(1)真空烧结是在真空条件下烧结,有利于烧结过程中消除陶瓷中的气孔,提高陶瓷的透明性。真空烧结也可以和热等静压烧结相结合烧结透明陶瓷。

(2)热压烧结是在加热粉末的同时进行加压,因此,烧结主要取决于塑性流动,而不是扩散。

(3)热等静压烧结(HIP),就受等静压作用这一点而言,类似于成形方法中所述的橡皮模加压成形。高温等静压法中用金属箔代替橡皮模(A口压成形中的橡胶模具),用气体代替液体,使金属箔内的粉料均匀受压。通常所用的气体为氦气、氢气等惰性气体。

第二章 体视学简介

§ 2.1 体视学的历史

十七世纪早期 Cavalieri 在指出,任何目标体的体积,不管它的形状如何,都能由已知分割的平等断面估算出来。在 1777 年 Buffon 给出的基础性研究成果,使我们现在可以由二维图像估算表面面积。在 1847 年法国地贡学家 Deleasse 提出某一特征在二维断面上的部分与其三维空间部分成正比^[18]。‘体视学’一词是由美国科学家 Hans Elias 于 1961 年提出的^[19]。1963 年第一届国际体视学会议在维也纳召开,在那次会议上正式成立和注册了国际体视学会,从此掀开了体视学新篇章。从 1961 年以后体视学的发展被大致分成了三个阶段。1961—1971 年一些生物学家、数学家、材料学家、冶金学家和矿物学家及其它领域对体视学感兴趣的人汇集到一起“集聚力量”的阶段。1971—1981 年为加强体视学理论基础阶段,是体视学由简单的实用方法学发展成具备本身职业特性的科学的一个阶段。在此阶段 R. Miles 和 J. Serra 等人用几何概率、积分几何学和数学形态学成为发展体视学严谨理论体系的基础,早期的自动图像分析技术开始成为体视学的重要工具。在“比丰针”问题 200 周年之际,包括 B. Mandelbrot 在内的一批体视学家和数学家集聚巴黎纪念会上, Mandelbrot 提出分形几何概念,给体视学以重大影响:除为体视学几何特征表述和测估提供了新的思路和方法外,分形几何还揭示了体视学的一个严峻问题:“不可测性”或测量的尺度依赖性。1981—1991 年阶段体视学大重要发展特征为改善效率和老问题发现新解决办法。在八十年代,半自动和自动图像分析技术越来越多地用于提高体视

学测量的效率。但研究表明, 由有经验的研究人员对图像的视觉解释仍是最基本的, 计点法仍是效率最高和最可信的方法, 而在数字化板上用笔勾描图像方法是效率最低且试验误差严重。自动图像分析比人工计点法准确以及没有自动图像分析仪就难以利用体视学等想法是许多人的误解。当然, 自动图像仪是有许多不可替代的优点, 其中包括数学形态学处理和测量。^[21-22]

§ 2.2 定量分析的体视学基础

体视学形态定量研究—用体视学方法定量研究形态结构的度量特征(例如体积、面积、长度、直径、厚度等)或拓扑特征(与度量特征无关, 不受其任意连续变形所影响的特征, 例如粒子的数量)等定量参数, 犹如将体视学基本测试工具—几何探针, 随机插入包含所测结构的参照空间内, 然后根据探测结果—探针与所测结构之间的相交、包含等几何“反应”, 来估计所测结构的定量特征。由于我们一般都要借助切片(相当于参照空间的截面)来观察结构, 插入探针的过程在实际操作中就变成了切片过程以及在切片(测试视野)上放置或者说迭加(superimpose)包含测点、测线和(或)测试框的测格(test grid)的过程。^[24]

第三章 YAG: Ce³⁺纳米粉末合成及特性研究

1962年 R. L. Coble 首次报道成功地制备了透明氧化铝陶瓷材料, 为陶瓷材料开辟了新的应用领域。近些年各个国家都投入大量的人力物力在透明陶瓷方面的研究取得了骄人的成果。先后开发出 Al₂O₃, Y₂O₃, MgO, CaO, TiO₂, ThO₂, ZrO₂ 等氧化物透明陶瓷以及 AlN, ZnS, ZnSe, MgF₂, CaF₂ 等非氧化物透明陶瓷。透明陶瓷不仅具有较好的透明性和耐腐蚀性, 能在高温高压下工作, 还有许多其他材料无可比拟的性质, 如强度高、介电性能优良、电导率低、热传导高等^[25, 26], 所以它应用相当广泛, 主要用在光电子技术、高温技术、特种仪器制造等。

本文的透明陶瓷主要用于激光的工作物质。激光材料从起步到现在已经涵盖了晶体、玻璃、陶瓷等三大领域的上百种不同材料。目前晶体、玻璃仍占主导地位, 但激光陶瓷的优异性正在不同领域发挥着重要的作用。YAG(yttrium aluminum garnet)是钇铝石榴石的简称, 具有优良的光学性能和稳定的化学性能, 作为结构材料和功能材料得到了广泛应用

^[27, 28]。掺 Nd^{3+} , Er^{3+} , Ho^{3+} , Tm^{3+} , Yb^{3+} , Ce^{3+} 等稀土或过渡族离子的 YAG 单晶都是性能优良的激光晶体。YAG 单晶体通常采用 Czochralski 法来生长, 但其过程十分复杂, 要求条件苛刻, 因此科学家们一直希望能够找到烧结的方法获得 YAG 透明多晶体的工艺流程, 以降低成本, 提高晶体的性能。

目前制备 YAG 类透明陶瓷粉末的方法主要有: 固相法、溶胶-凝胶法、喷雾干燥法、沉淀法、低温燃烧法、湿化学法、微波法等。1995 年 Ikesue^[29] 等用固相反应法成功制备了性能与单晶相当的 Nd:YAG 陶瓷, 并首次实现了激光输出。Murotani^[30] 等对掺 Cr^{3+} 氧化铝陶瓷做了基础研究, 并提出了氧化铝透明陶瓷作为激光材料的可能性。本实验采用共沉淀法制备掺 Ce^{3+} 离子 YAG 粉末在经过干压成型烧结透明陶瓷。

§ 3.1 样品制备

§ 3.1.1 主要试剂及仪器

实验中采用的主要试剂和仪器如表 3.1 和 3.2 所示。

表 3.1 主要试剂

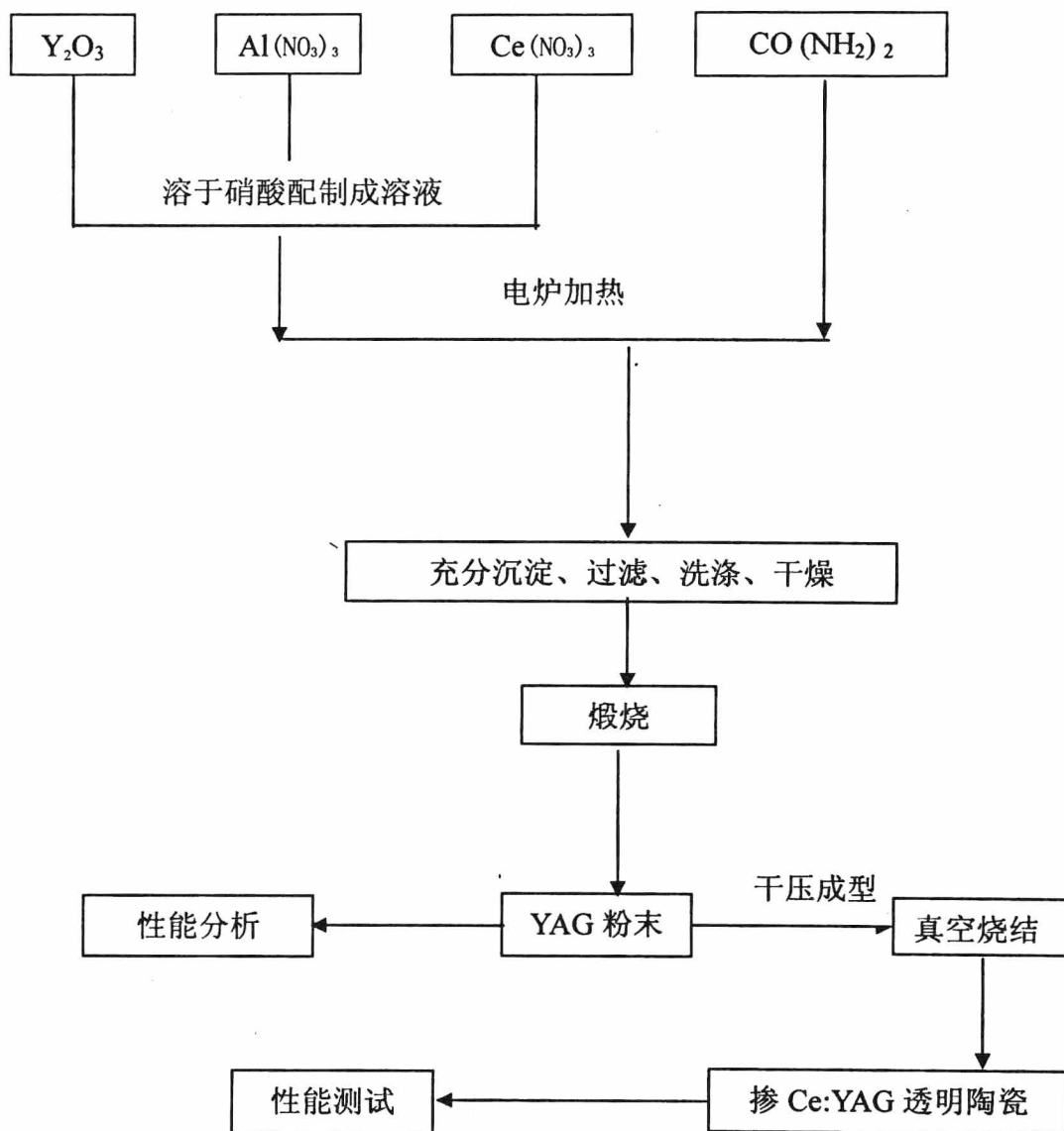
试剂名称	化学式	纯度	来源
氧化铈	$\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$	分析纯	北京有研稀土
氧化钇	Y_2O_3	99.99%	北京有研稀土
氧化铝	$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	分析纯	天津东丽
尿素	$\text{CO}(\text{NH}_2)_2$	分析纯	北京奥博星
硝酸	HNO_3	分析纯	江西洪都

表 3.2 实验主要仪器

名称	型号
真空碳管炉	上海晨华电炉
箱式电阻炉	绵阳金冠 SX2-8-16
X 射线衍射仪	日本岛津 XRD-6000 型
透射电子显微镜	荷兰 FEI 公司 Tecnai G2 20 透射电镜
光学显微镜	XJP-3A
光谱仪	日立 F-4500

§ 3.1.2 实验过程

按化学计量比混合

图 3.1 共沉淀法制备纳米 YAG: Ce^{3+} 的流程图

§ 3.1.3 样品的制备

由沉淀法制备 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}^{3+}$ 的纳米粉末。将 Y_2O_3 、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 和 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ 按比例溶于稀硝酸或水配置成 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$ 、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 、 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ 溶液。在混合溶液中加入适量的 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ ，并加

热使其分解，然后静置 24 小时，使溶液充分沉淀。将得到的沉淀物用去离子水反复冲洗，并烘干，在 1100 °C 退火 1h，得到 YAG: Ce³⁺ 前驱体粉末。^[31-32]

§ 3.2 结果与讨论

§ 3.2.1 结构分析

对样品进行 XRD 晶体结构分析。图形如下：峰形尖锐，晶化程度较好，所合成的样品为 YAG 立方晶型，没有出现 YAP 和 YAM 等过渡相。

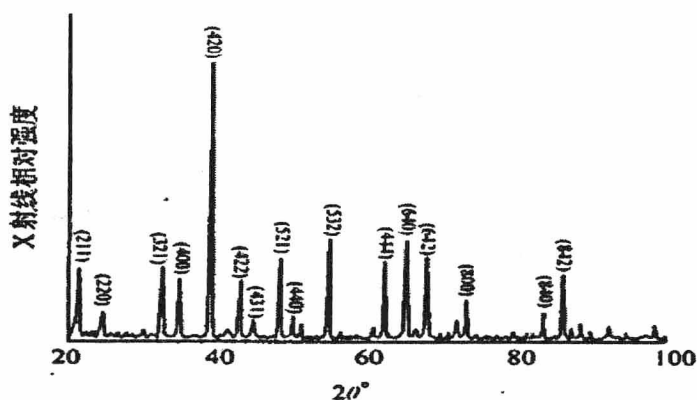
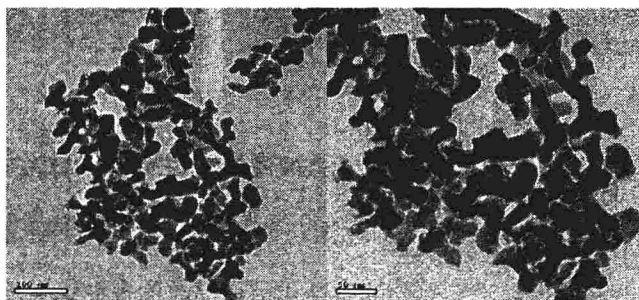


图 3.2 YAG: Ce³⁺ 的 XRD 衍射图

§ 3.2.2 晶粒和形貌分析

我们对样品在华中科技大学测试中心进行了 TEM 测试。图 3.3 是 1100 °C 煅烧 YAG:Ce³⁺ 粉末的 TEM 形貌照片。经过 1100 °C 煅烧处理后，粒形为近球形，颗粒尺寸均匀，晶粒在 40 nm 左右。但一些近球形小颗粒粘结在一起，说明粉体存在团聚现象。对于烧结透明陶瓷来说，希望所采用的粉体原料具有分散好、近球形、颗粒尺寸小等特征。总体来说，1100 °C 煅烧的粉体综合性能最好。



(a)

(b)

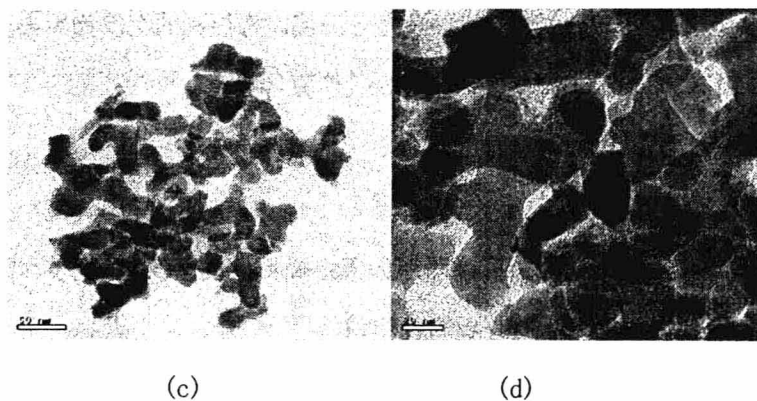


图3.3 煅烧YAG:Ce³⁺粉体的TEM形貌照片

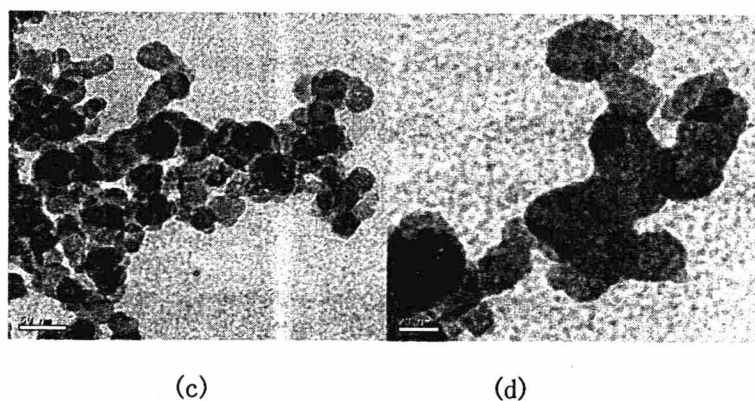
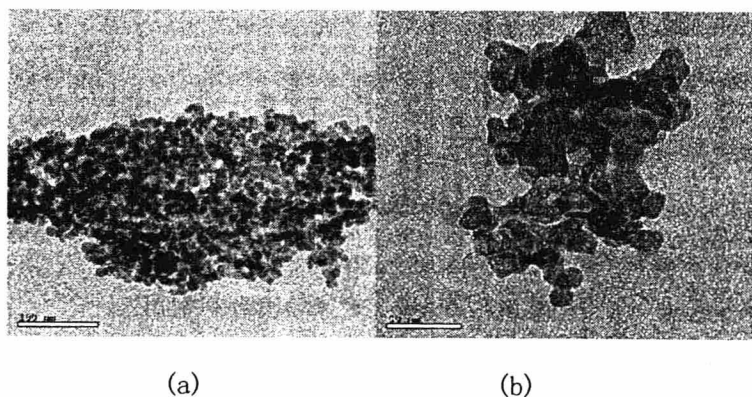


图3.4 煅烧 YAG:Ce³⁺ 粉体 (盐酸浸泡) TEM 形貌照片

稀盐酸处理后的YAG:Ce³⁺粉体(图3.5), 团聚现象有所减弱, 近似球形的晶粒直径减小, 大小在40nm。这是因为稀盐酸溶液有较强的腐蚀作用使晶粒的直径变小。

对YAG:Ce³⁺的前驱体粉末所拍摄SEM形貌照片如图3.5所示。

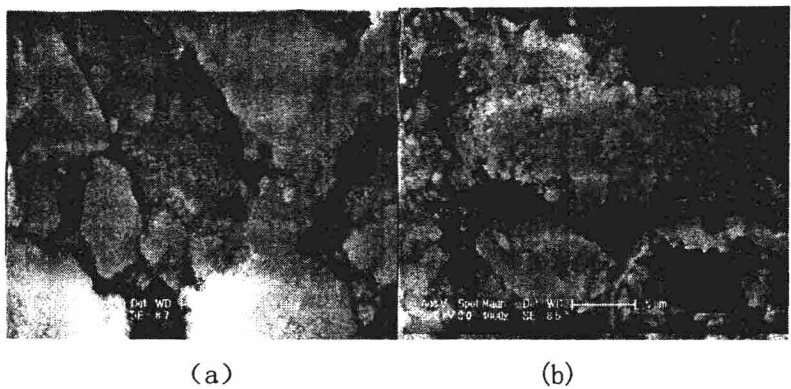


图3.5 1100℃锻烧YAG粉体的SEM形貌照片

§ 3. 2. 3 光谱分析

Ce^{3+} 离子在YAG中取代十二面体(畸变立方体)位置的 Y^{3+} 离子, 对称性为 D_2 , 因此 Ce^{3+} 离子的5d 简并能级受晶场作用分裂成5个分立的能级. 而 Ce^{3+} 离子的4f 能级由于受到外层 $5s^25p^6$ 电子的屏蔽, 受晶体场影响较小, 因而仍然保持自由离子时的LS 耦合能级($^2F_{7/2}$ 和 $^2F_{5/2}$)的特征, 如图 3. 6 是YAG 晶格中 Ce^{3+} 离子能级图。^[34]

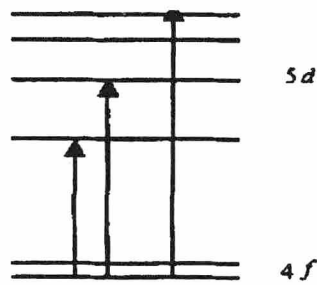


图 3.6 YAG 单晶中的 Ce^{3+} 离子的能级图

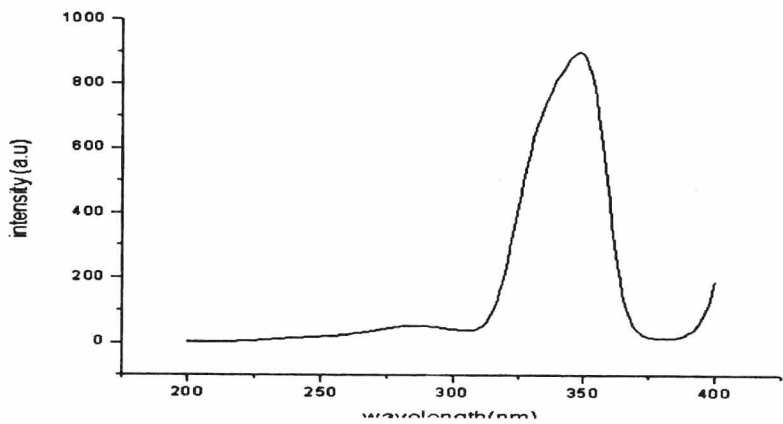


图 3.7 YAG: Ce^{3+} 粉末的激发光谱