



## (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103497765 B

(45) 授权公告日 2014. 11. 26

(21) 申请号 201310420247. 4

(22) 申请日 2013. 09. 16

(73) 专利权人 南昌大学

地址 330031 江西省南昌市红谷滩新区学府  
大道 999 号

(72) 发明人 陈伟凡 卓明鹏 刘越 傅肃磊

(74) 专利代理机构 南昌新天下专利商标代理有  
限公司 36115

代理人 施秀瑾

(51) Int. Cl.

C09K 11/78 (2006. 01)

审查员 陈雅清

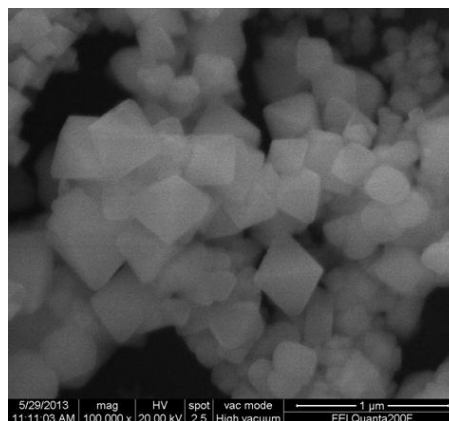
权利要求书1页 说明书2页 附图4页

### (54) 发明名称

一种四面体形亚微米氧化钇铕荧光粉的制备方法

### (57) 摘要

一种四面体形亚微米氧化钇铕荧光粉的制备方法,包括以下步骤:根据目标产物的制备量,按照分子式  $(Y_{1-x}Eu_x)_2O_3$  中钇和铕的化学计量比,称取已标定稀土含量的水合氯化钇和水合氯化铕,按水合氯化钇和水合氯化铕与无水碳酸锂反应的化学计量比,称取无水碳酸锂;在干燥的气氛中将称取的水合氯化钇和水合氯化铕与无水碳酸锂混合均匀,并研磨 1.5~3 小时;将前述产物放入马弗炉,从室温升至 600~800℃,保温 4~10 小时后随炉冷却至室温,再用去离子水洗至洗涤液的电导率低于  $10 \mu s/cm^2$ ,过滤,干燥。本发明公开的制备方法产率高,设备简单,实施方便,无需添加任何添加剂,荧光粉形貌规则,大小均匀,分散性好,发光性能优良,是一种四面体形亚微米氧化钇铕红色荧光粉的绿色合成方法。



1. 一种四面体形亚微米氧化钇铕荧光粉的制备方法,其特征是包括以下步骤:

(1) 根据目标产物的制备量,按照分子式  $(Y_{1-x}Eu_x)_2O_3$ ,  $0.018 \leq x \leq 0.061$  中钇和铕的化学计量比,分别称取已标定稀土含量的水合氯化钇和水合氯化铕,按水合氯化钇和水合氯化铕与无水碳酸锂反应的化学计量比,称取无水碳酸锂;

(2) 在干燥的气氛中将称取的水合氯化钇和水合氯化铕与无水碳酸锂混合均匀,并研磨 1.5~3 小时;

(3) 将步骤(2)的产物放入马弗炉,从室温升至  $600 \sim 800^{\circ}\text{C}$ ,保温 4~10 小时后随炉冷却至室温,再用去离子水洗至洗涤液的电导率低于  $10 \mu\text{s}/\text{cm}^2$ ,过滤,干燥。

## 一种四面体形亚微米氧化钇铕荧光粉的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于材料制备技术领域,特别涉及稀土发光材料的制备方法。

### 技术背景

[0002] 氧化钇铕 ( $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$ ) 是一种性能优良的红色荧光粉,具有发光效率高、化学性能稳定、较好的色纯度和光衰特性等特点,是目前为数不多能达到实用水平的红粉,被广泛的应用于彩色电视机显像管和三基色荧光灯。红粉在所有荧光粉中用量中所占比例大多在 60% 以上。随着场发射显示技术 (FED) 和等离子平板显示技术 (PDP) 的发展,对荧光粉的发光效率、特殊规则形貌、稳定性以及导电性提出了更高的要求。目前工业上制备氧化钇铕一般采用沉淀法或高温固相法,得到的是形状不规则的微米级粉体。随着对红粉在成本和性能方面的要求越来越高,氧化钇铕红粉的控制制备技术正在向超细化和形貌控制方向发展,急需寻找可以工业化生产特殊规则形貌的超细高质量红粉的新工艺。

[0003] 四面体的亚微米材料由于不同于管、线、带及球形类球形材料的新颖结构和独特的光、电、磁等性能而引起人们的高度重视。氧化钇铕是一种体心立方晶系,处于微米级尺寸是形貌不规则的白色粉体,在亚微米级尺寸以下可以四面体形的形式稳定形式存在。氧化钇铕亚微米四面体是一种重要的新型超细红色发光材料,将在发光与显示、防伪、生物标记、纳米器件等领域得到重要运用,具有广阔的运用前景。目前,对亚微米四面体氧化钇铕还未见报道。

[0004] 忻新泉等多年致力于低温固相反应的研究,发现低温固相反应具有“减污、节能、高效”优点。正是由于低温固相反应法不仅使合成工艺大为简化,降低成本,而且减少由中间步骤及高温固相反应引起的诸如产物不纯、粒子团聚、回收困难等不足,消除了湿化学方法过程中各种添加剂对环境的污染,用低温固相法制备纳米粒子越来越受到人们的关注。Tsuzuki 和 McCormick 采用该法成功制备出了  $\text{CeO}_2$  [Takuya Tsuzuki, Paul G. McCormick. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2001, 84 (7):1453 - 1458] ;  $\text{CdS}$  [Takuya Tsuzuki, Paul G. McCormick. *S. APPL PHYS A-MATER Appl. Phys. A-Mater.*, 1997, 65:607-609] ,  $\text{ZnO}$  [Takuya Tsuzuki and Paul G. McCormick. *Scripta. Mater.*, 2001, 44:1731-1734] 等多种纳米材料,李永绣等选用易得的带结晶水盐为原料,简单快捷地制备出了高质量的纳米  $\text{CeO}_2$  [Yong Xiu Li, Wei Fan Chen, Xue Zhen Zhou, et al. *Mater. Lett.*, 2005, 59:48-52]。目前,未见利用低温固相法制备特殊形貌亚微米级氧化钇铕的报道。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种高产率制备四面体形亚微米氧化钇铕荧光粉的方法。该方法通过煅烧未经洗涤的室温固相反应的混合生成物(钇铕盐及其表面原位析出的氯化锂),就形成了大小均匀、四面体形、发光性能优良的红色荧光粉,实施简单、产率高、成本低,是一种无需任何添加剂的亚微米四面体形氧化钇铕的绿色合成方法。

[0006] 本发明所述的方法包括以下步骤。

[0007] (1) 根据目标产物的制备量,按照分子式  $(Y_{1-x}Eu_x)_2O_3$  ( $0.018 \leq x \leq 0.061$ ) 中钇和铕的化学计量比,分别称取已标定稀土含量的水合氯化钇和水合氯化铕,按水合氯化钇和水合氯化铕与无水碳酸锂反应的化学计量比,称取无水碳酸锂。

[0008] (2) 在干燥的气氛中将称取的水合氯化钇和水合氯化铕与无水碳酸锂混合均匀,并研磨 1.5~3 小时。

[0009] (3) 将步骤(2)的产物放入马弗炉,从室温升至 600~800 °C,保温 4~10 小时后随炉冷却至室温,再用去离子水洗至洗涤液的电导率低于  $10 \mu s/cm^2$ ,过滤,干燥,即得最终产物。

[0010] 本发明的主要特点是:(1) 产物氧化钇铕是四面体形貌、大小均匀的亚微米级粉体;(2) 由于采用低温固相反应,合成产率高、设备要求低,无需任何添加剂,不仅合成过程绿色环保,而且降低生产成本;(3) 氯化锂原位析出均匀包裹在前驱体产物表面,阻止了煅烧时粒子间的团聚,使产物粒子呈现四面体的特殊形貌。

### 附图说明

[0011] 图 1 为实施例 1 的样品的扫描电镜照片,如图所示,产物粒子形貌为典型的四面体,棱边长在 150~250 nm。

[0012] 图 2 为实施例 1 的样品的 X 衍射图谱,与  $Y_2O_3$  的 JCDPF 号 25-1011 的相吻合。

[0013] 图 3 为实施例 1 的荧光光谱图,左侧为监测 625 纳米的激发光谱,右侧为 254 nm 激发的发射光谱。如图所示,254 nm 紫外光激发下发出主峰波长位于 625 nm 的红色光。

[0014] 图 4 为实施例 2 的样品的扫描电镜照片,如图所示,产物粒子形貌为典型的四面体,大小均匀,棱边长在 200~250 nm。

[0015] 图 5 为实施例 2 的样品的 X 衍射图谱,与  $Y_2O_3$  的 JCDPF 号 25-1011 的相吻合。

[0016] 图 6 为实施例 2 的荧光光谱图,左侧为监测 625 纳米的激发光谱,右侧为 254 nm 激发的发射光谱。如图所示,254 nm 紫外光激发下发出主峰波长位于 625 nm 的红色光。

### 具体实施方式

[0017] 本发明将通过以下实施例作进一步说明。

[0018] 实施例 1。

[0019] 分别称取 1.9208 g 六水合氯化钇,0.0792 g 六水合氯化铕和 0.7211 g 无水碳酸锂在干燥的气氛下放入玛瑙研钵中,混合均匀并研磨 2h,得产物前驱体混合物,前驱体放入马弗炉先从室温升温至 800°C 后,再保温 4h,随炉冷却至室温,经过洗涤,过滤,干燥,即得四面体形  $Y_{1.92}Eu_{0.08}O_3$  亚微米红粉。

[0020] 实施例 2。

[0021] 分别称取 1.9208 g 六水合氯化钇,0.0792 g 六水合氯化铕和 0.7211 g 无水碳酸锂在干燥的气氛下放入玛瑙研钵中,混合均匀并研磨 2h,得产物前驱体混合物,前驱体放入马弗炉先从室温升温至 800°C 后,再保温 6 h,随炉冷却至室温,经过洗涤,过滤,干燥,即得四面体形  $Y_{1.92}Eu_{0.08}O_3$  亚微米红粉。

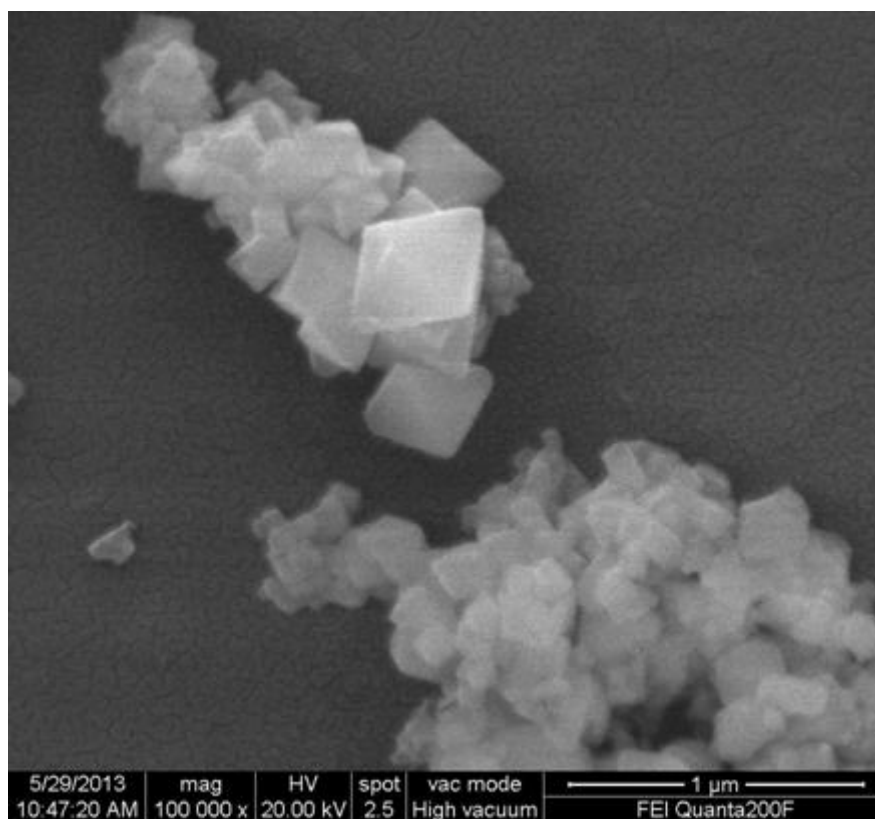


图 1

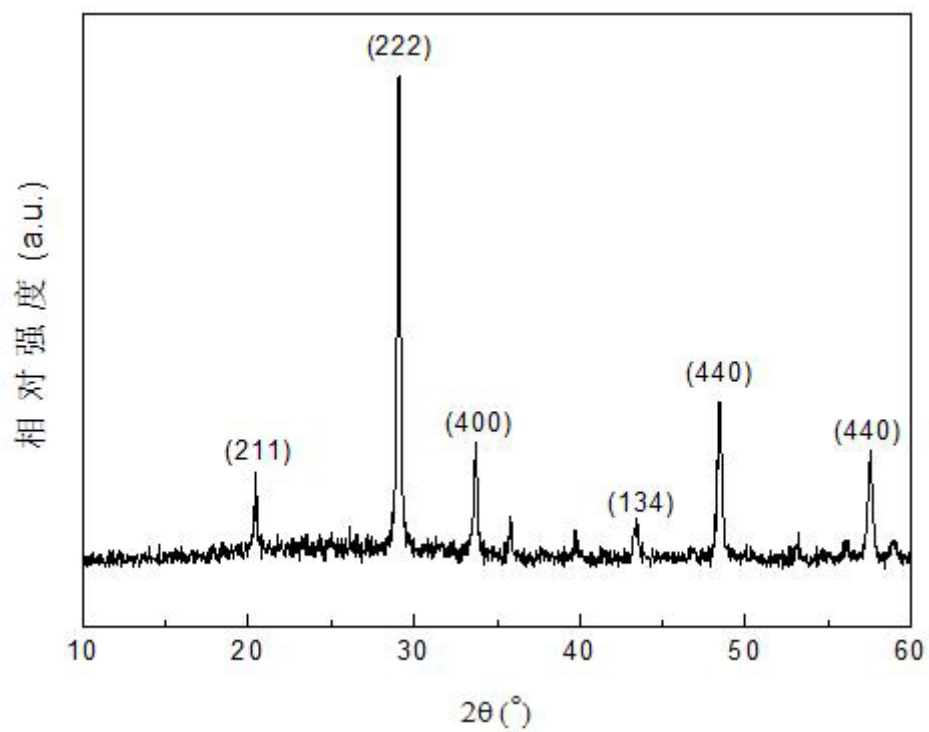


图 2

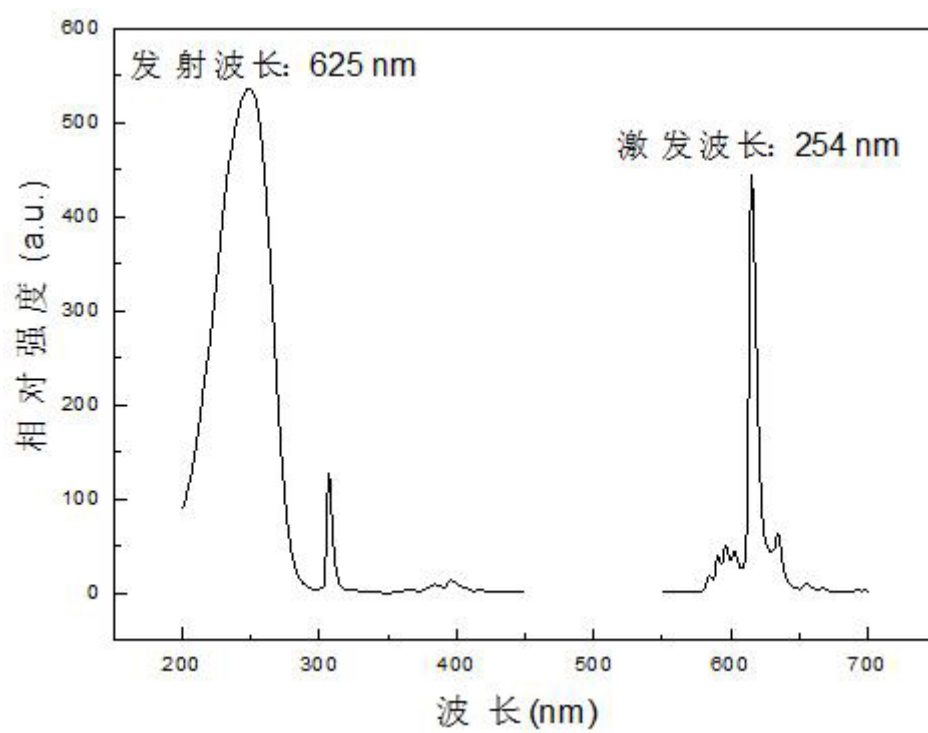


图 3

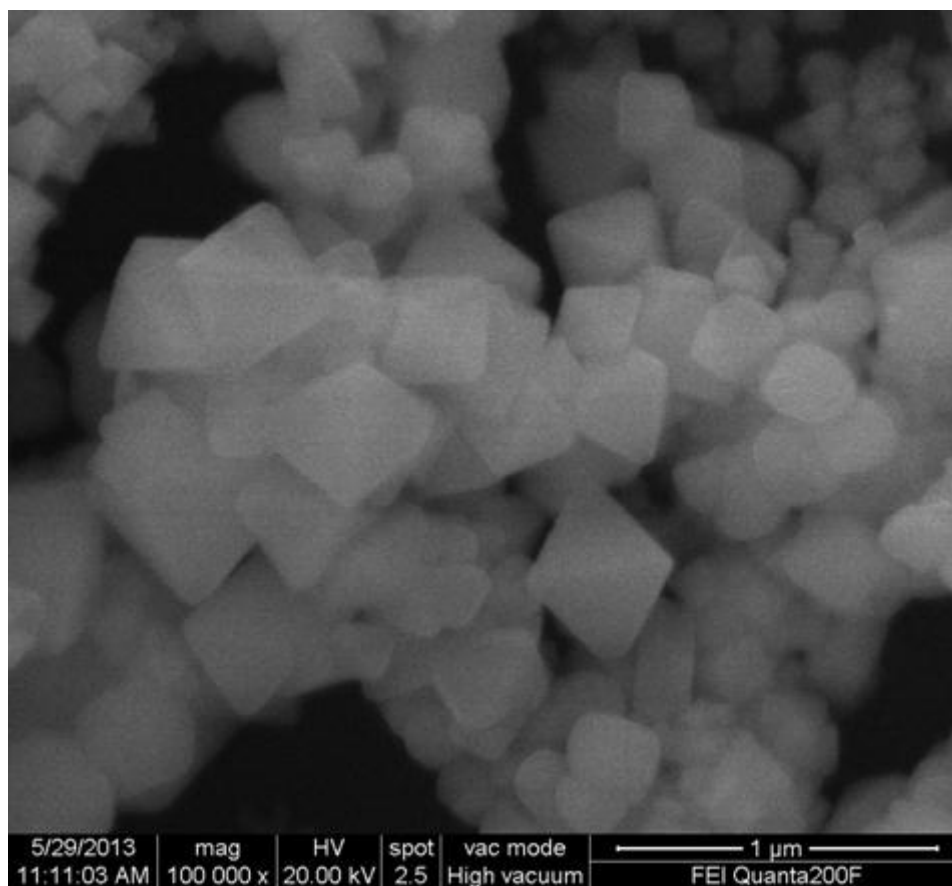


图 4

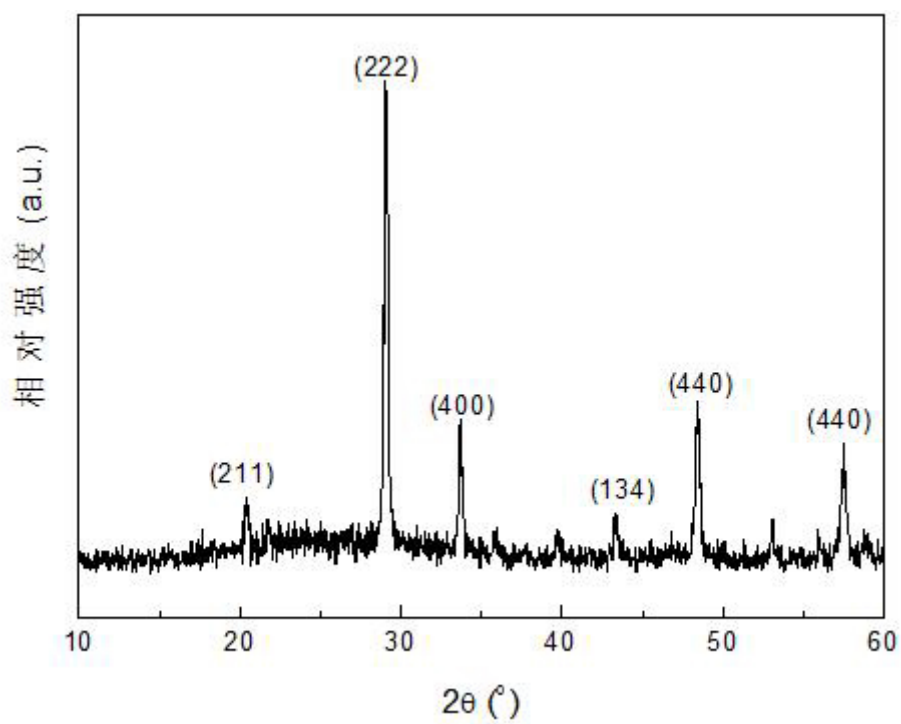


图 5

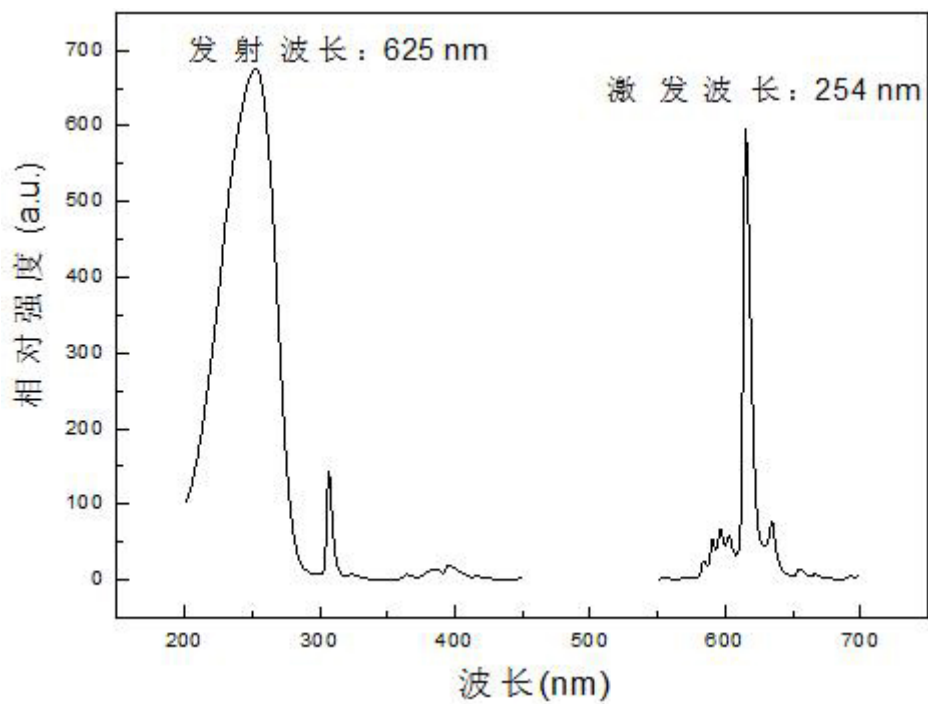


图 6