



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102515777 B

(45) 授权公告日 2013.05.01

(21) 申请号 201110380180.7

CN 85106679 A, 1987.03.25, 权利要求 1.

(22) 申请日 2011.11.25

Ru Yang et al.. Redox hydrothermal synthesis of cerium phosphate microspheres with different architectures. 《CrystEngComm》. 2011, 第 13 卷第 7284-7292 页.

(73) 专利权人 东北大学

地址 110819 辽宁省沈阳市和平区文化路 3 号巷 11 号

审查员 吴紫平

(72) 发明人 孙旭东 惠宇 李晓东 李继光
霍地 刘绍红

(74) 专利代理机构 沈阳东大专利代理有限公司
21109

代理人 李在川

(51) Int. Cl.

C04B 35/626 (2006.01)

C04B 35/653 (2006.01)

C04B 35/10 (2006.01)

C04B 35/505 (2006.01)

C04B 35/44 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 87100121 A, 1987.08.05, 权利要求 1.

权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种光学透明陶瓷微球及其制备方法

(57) 摘要

本发明属于陶瓷材料制备技术领域,具体涉及一种光学透明陶瓷微球及其制备方法。选用原料陶瓷粉体与稀土氧化物粉体形成的混合粉体,或只选用原料陶瓷粉体,进行干压,然后经研磨和分离,选取其中 1-500 μm 的粉体,将其平铺在铜板上将铜板放置于激光切割机的工作平台上,采用激光以 50-200mm/s 的速度扫描整个铜板范围内的粉体 1-3 次,扫完成后收集铜板上的粉体即光学透明陶瓷微球。本发明制备的陶瓷微球致密度高,光学透明,不团聚,在压制过程中不易变形,摩擦力小,应力分布均匀。

1. 一种光学透明陶瓷微球的制备方法,其特征在于按照以下步骤进行:首先选取原料陶瓷粉体与稀土氧化物粉体混合成混合粉体,稀土氧化物粉体的掺杂量占原料陶瓷粉体与稀土氧化物粉体总摩尔量的 0.01%-10%,或者只选取原料陶瓷粉体,将混合粉体或原料陶瓷粉体于 200MPa 干压,然后在研钵中进行研磨,用分级筛进行分离,选取其中 1-500 μm 的混合粉体或陶瓷粉体平铺在铜板上,震荡铜板,使粉体呈单层平铺在铜板上,将铜板放置于激光切割机的工作平台上,用激光切割机激光扫描整个铜板范围内的粉体,扫描速度为 50 mm/s -200mm/s,扫描次数为 1-3 次,待扫描完成后,即获得直径为 1-500 μm ,在可见光区的透光率为 40-95% 的光学透明陶瓷微球。

2. 根据权利要求 1 所述的一种光学透明陶瓷微球的制备方法,其特征在于所述的稀土氧化物粉体为 Nd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Ho_2O_3 、 Er_2O_3 、 Sm_2O_3 、 Pr_2O_3 、 Ce_2O_3 或 Eu_2O_3 中的一种或至少两种以任意比例混合。

一种光学透明陶瓷微球及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于陶瓷材料制备技术领域,具体涉及一种光学透明陶瓷微球及其制备方法。

技术背景

[0002] 陶瓷材料制备领域技术的发展依赖于陶瓷粉体的制备和发展,目前的陶瓷粉体制备方法包括:固相法,液相法,溶胶凝胶法,喷雾热解法和微乳液法等,其制备粉体的原理归根结底是因团聚方式和程度不同而形成的二次颗粒,这种团聚的二次颗粒在压型的过程中易碎,易变形,因为颗粒之间的接触面积增加,摩擦力增大,造成应力分布不均匀,从而导致粉体形成的坯体密度不均匀,所有的密度不均匀将会在坯体烧结的过程中被放大,造成坯体表面形成大气孔甚至开裂;其次,这种二次颗粒内部存在大量的气孔和缺陷,致密度很低,在成型工程中,会降低坯体的密度。因此,如何避免陶瓷粉体在压型的过程中易碎,易变形和密度低等问题,是陶瓷粉体制备领域的重大难题。

发明内容

[0003] 本发明的目的是为了克服现有技术的不足之处,本发明提供一种光学透明陶瓷微球及其制备方法,达到制备的陶瓷微球致密度高,光学透明,不团聚,在压制过程中不易变形,摩擦力小,应力分布均匀。

[0004] 为实现上述目的,本发明采用的技术方案是:

[0005] 首先选取原料陶瓷粉体与稀土氧化物粉体混合成混合粉体,稀土氧化物粉体的掺杂量占原料陶瓷粉体与稀土氧化物粉体总摩尔量的 0.01%-10%,或者只选取原料陶瓷粉体,将混合粉体或原料陶瓷粉体于 200Mpa 干压,然后在研钵中进行研磨,用分级筛进行分离,选取其中 1-500 μm 的混合粉体或陶瓷粉体平铺在铜板上,震荡铜板,使粉体呈单层平铺在铜板上,将铜板放置于激光切割机的工作平台上,用激光切割机激光扫描整个铜板范围内的粉体,扫描速度为 50 mm/s -200mm/s,扫描次数为 1-3 次,待扫描完成后,即获得产品光学透明陶瓷微球。

[0006] 本发明制备的光学透明陶瓷微球直径为 1-500 μm ,在可见光区的透光率为 40-95%,并具有荧光特性。

[0007] 所述的稀土氧化物粉体为 Nd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Ho_2O_3 、 Er_2O_3 、 Sm_2O_3 、 Pr_2O_3 、 Ce_2O_3 或 Eu_2O_3 中的一种或至少两种以任意比例混合。

[0008] 利用本发明方法能制备原料为 Al_2O_3 、 Y_2O_3 、钇铝石榴石(YAG)和 YGO 晶体的陶瓷粉体的光学透明陶瓷微球,但并不局限于此,还可以制备其它各种氧化物的光学透明陶瓷微球。

[0009] 与现有技术相比,本发明的特点和有益效果是:

[0010] 本发明的光学透明陶瓷微球的制备方法因采用了激光扫描的方式,其原理不同于现行的任何陶瓷粉体及其制备方法,在激光扫描过程中,发生了物态变化,其基本原理包括

熔化,气孔排除和凝固三部分:

[0011] (1) 熔化过程:将陶瓷粉体用激光器熔化成小液滴,在液相状态下,球形是热力学最稳定的形状,激光器提供的热能足够逐个熔化陶瓷颗粒;

[0012] (2) 气孔排出过程:在液相状态下,液相中的气泡由于其自身的浮力大于重力,在浮力的作用下,上浮到液滴表面,从液滴中排出,在液相中排出气泡要比烧结过程中从固相中容易得多;

[0013] (3) 凝固过程:待气泡从液滴中排出后,激光焦点从陶瓷液滴上移走,停止加热,陶瓷液滴开始凝固,形成多晶透明的陶瓷微球。

[0014] 本发明制备的光学透明陶瓷微球光学透明,致密度高,不易团聚,在压制过程中不易变形,微球颗粒的接触面积小,相互之间的摩擦力小,应力分布均匀,其形成的陶瓷坯体密度均匀,在烧结过程中收缩均匀,不易开裂;

[0015] 本发明的方法制备的光学透明陶瓷微球因其光学透明,所以发射的荧光不易被散射损失掉,荧光特性大大优于传统的光学不透明粉体;

[0016] 本发明制备的光学透明陶瓷微球致密度高,相对于传统不透明陶瓷粉体,其形成的陶瓷坯体相对密度也更高;

[0017] 本发明制备的光学透明陶瓷微球当原料掺杂了稀土氧化物粉体时,具有荧光特性;

[0018] 本发明方法原理简单,相对于传统的制粉方法节约能源,污染小,制备的陶瓷微球直径、密度和可见光区透光率均可控。

附图说明

[0019] 图 1 是本发明实施例 1 制备的氧化铝透明陶瓷微球的光学显微镜图片;

[0020] 图 2 是本发明实施例 1 制备的氧化铝透明陶瓷微球的 SEM 图片。

具体实施方式

[0021] 本发明实施例所选用的激光切割机型号为:光岳 460,激光切割机的激光器为二氧化碳激光器,波长为 10.6 微米的中红外激光;

[0022] 本发明实施例所选用的原料陶瓷粉体和稀土氧化物粉体为市场购买的沈阳化学试剂有限公司生产的分析纯级粉体。

[0023] 实施例 1

[0024] 将原料氧化铝陶瓷粉体于 200Mpa 干下压,然后在研钵中进行研磨,用分级筛进行分离,选取其中 1-500 μm 的氧化铝陶瓷粉体,将其平铺在铜板上,手动震荡铜板,使氧化铝陶瓷粉体呈单层平铺在铜板上,将铜板放置于激光切割机的工作平台上,用激光的扫描整个铜板范围内的氧化铝陶瓷粉体,设置扫描速度为 50mm/s,扫描次数为 3 次,扫描完成后,收集铜板上的氧化铝陶瓷粉体即光学透明氧化铝陶瓷微球。

[0025] 本发明方法制备的光学透明氧化铝陶瓷微球直径在 1-500 μm 之间,在可见光区的透光率为 95%。

[0026] 将所得的光学透明氧化铝陶瓷微球用光学显微镜进行分析,图 1 即为氧化铝透明陶瓷微球的光学显微镜图片,图 2 为氧化铝透明陶瓷微球的 SEM 图片,从图 1 中可以看出:

本实施例制备的氧化铝光学陶瓷微球在可见光区透明,不易团聚,分散性好,粒度分布均匀,从图 2 中可以看出本实施例制备的氧化铝光学透明陶瓷微球致密度高,表面无孔隙裂纹,是不易团聚的一次颗粒。

[0027] 实施例 2

[0028] 将原料氧化钇陶瓷粉体与 Nd_2O_3 粉体混合, Nd_2O_3 粉体的掺杂量占原料氧化钇陶瓷粉体与 Nd_2O_3 粉体总摩尔量的 0.01%,将原料氧化钇陶瓷粉体与 Nd_2O_3 粉体的混合粉体于 200Mpa 干压,然后在研钵中进行研磨,用分级筛进行分离,选取其中 1-500 μm 的混合粉体,将其平铺在铜板上,手动震荡铜板,使混合粉体呈单层平铺在铜板上,将铜板放置于激光切割机的工作平台上,利用激光扫描整个铜板范围内的混合粉体,以 100mm/s 的扫描速度扫描 2 次扫描完成后,收集铜板上的粉体即光学透明氧化钇陶瓷微球。

[0029] 本发明方法制备的光学透明氧化钇陶瓷微球直径在 1-500 μm 之间,在可见光区的透光率为 85%,并具有荧光特性。

[0030] 实施例 3

[0031] 将原料 YAG 陶瓷粉体与 Yb_2O_3 和 Ho_2O_3 粉体混合, Yb_2O_3 和 Ho_2O_3 粉体的掺杂量占原料 YAG 陶瓷粉体与 Yb_2O_3 和 Ho_2O_3 粉体总摩尔量的 5%, Yb_2O_3 和 Ho_2O_3 粉体按照摩尔比 1:1 进行混合,将原料 YAG 陶瓷粉体与 Yb_2O_3 和 Ho_2O_3 粉体的混合粉体于 200Mpa 干压,然后在研钵中进行研磨,用分级筛进行分离,选取其中 1-500 μm 的混合粉体,将其平铺在铜板上,手动震荡铜板,使混合粉体呈单层平铺在铜板上,将铜板放置于激光切割机的工作平台上,利用激光扫描整个铜板范围内的混合粉体,以 150mm/s 的扫描速度扫描 2 次,扫描完成后,收集铜板上的粉体即光学透明 YAG 陶瓷微球。

[0032] 本发明方法制备的光学透明 YAG 陶瓷微球直径在 1-500 μm 之间,在可见光区的透光率为 60%,并具有荧光特性。

[0033] 实施例 4

[0034] 将原料 YGO 陶瓷粉体与 Ce_2O_3 粉体混合, Ce_2O_3 粉体的掺杂量占原料 YGO 陶瓷粉体与 Ce_2O_3 粉体总摩尔量的 10%,将原料陶瓷粉体与 Ce_2O_3 粉体的混合粉体于 200Mpa 干压,然后在研钵中进行研磨,用分级筛进行分离,选取其中 1-500 μm 的混合粉体,将其平铺在铜板上,手动震荡铜板,使混合粉体呈单层平铺在铜板上,将铜板放置于激光切割机的工作平台上,利用激光扫描整个铜板范围内的混合粉体,以 200mm/s 的扫描速度扫描 1 次,扫描完成后,收集铜板上的粉体即光学透明 YGO 陶瓷微球。

[0035] 本发明方法制备的光学透明 YGO 陶瓷微球直径在 1-500 μm 之间,在可见光区的透光率为 40%,并具有荧光特性。

[0036] 实施例 5

[0037] 将原料氧化铝陶瓷粉体与 Ho_2O_3 、 Er_2O_3 和 Sm_2O_3 粉体混合, Ho_2O_3 、 Er_2O_3 和 Sm_2O_3 粉体的掺杂量占原料氧化钇陶瓷粉体与 Ho_2O_3 、 Er_2O_3 和 Sm_2O_3 粉体总摩尔量的 3%, Ho_2O_3 、 Er_2O_3 和 Sm_2O_3 粉体以摩尔比 1:2:3 进行混合,将原料氧化钇陶瓷粉体与 Ho_2O_3 、 Er_2O_3 和 Sm_2O_3 粉体的混合粉体于 200Mpa 干压,然后在研钵中进行研磨,用分级筛进行分离,选取其中 1-500 μm 的混合粉体,将其平铺在铜板上,手动震荡铜板,使混合粉体呈单层平铺在铜板上,将铜板放置于激光切割机的工作平台上,利用激光扫描整个铜板范围内的混合粉体,以 100mm/s 的扫描速度扫描 2 次,扫描完成后,收集铜板上的粉体即光学透明氧化铝陶瓷微球。

[0038] 本发明方法制备的光学透明氧化铝陶瓷微球直径在 1-500 μm 之间,在可见光区的透光率为 40-95%,并具有荧光特性。

[0039] 实施例 6

[0040] 将原料氧化铝陶瓷粉体与 Er_2O_3 粉体混合, Er_2O_3 粉体的掺杂量占原料氧化钇陶瓷粉体与 Er_2O_3 粉体总摩尔量的 8%,将原料氧化钇陶瓷粉体与 Er_2O_3 粉体的混合粉体于 200Mpa 干压,然后在研钵中进行研磨,用分级筛进行分离,选取其中 1-500 μm 的混合粉体,将其平铺在铜板上,手动震荡铜板,使混合粉体呈单层平铺在铜板上,将铜板放置于激光切割机的工作平台上,利用激光扫描整个铜板范围内的混合粉体,以 100mm/s 的扫描速度扫描 2 次,扫描完成后,收集铜板上的粉体即光学透明氧化铝陶瓷微球。

[0041] 本发明方法制备的光学透明氧化铝陶瓷微球直径在 1-500 μm 之间,在可见光区的透光率为 90%,并具有荧光特性。

[0042] 实施例 7

[0043] 将原料氧化铝陶瓷粉体与 Ce_2O_3 、 Sm_2O_3 、 Pr_2O_3 和 Eu_2O_3 粉体混合, Ce_2O_3 、 Sm_2O_3 、 Pr_2O_3 和 Eu_2O_3 粉体的掺杂量占原料氧化钇陶瓷粉体与 Ce_2O_3 、 Sm_2O_3 、 Pr_2O_3 和 Eu_2O_3 粉体总摩尔量的 1%, Ce_2O_3 、 Sm_2O_3 、 Pr_2O_3 和 Eu_2O_3 粉体以摩尔比 1:1:1:1 混合,将原料氧化钇陶瓷粉体与 Ce_2O_3 、 Sm_2O_3 、 Pr_2O_3 和 Eu_2O_3 粉体的混合粉体于 200Mpa 干压,然后在研钵中进行研磨,用分级筛进行分离,选取其中 1-500 μm 的混合粉体,将其平铺在铜板上,手动震荡铜板,使混合粉体呈单层平铺在铜板上,将铜板放置于激光切割机的工作平台上;在激光切割机的控制软件中设置激光扫描整个铜板范围内的混合粉体,以 100mm/s 的扫描速度扫描 2 次,扫描完成后,收集铜板上的粉体即光学透明氧化铝陶瓷微球。

[0044] 本发明方法制备的光学透明氧化铝陶瓷微球直径在 1-500 μm 之间,在可见光区的透光率为 80%,并具有荧光特性。

[0045] 实施例 8

[0046] 将原料氧化铝陶瓷粉体与 Pr_2O_3 粉体混合, Pr_2O_3 粉体的掺杂量占原料氧化钇陶瓷粉体与 Pr_2O_3 粉体总摩尔量的 5%,将原料氧化钇陶瓷粉体与 Pr_2O_3 粉体的混合粉体于 200Mpa 干压,然后在研钵中进行研磨,用分级筛进行分离,选取其中 1-500 μm 的混合粉体,将其平铺在铜板上,手动震荡铜板,使混合粉体呈单层平铺在铜板上,将铜板放置于激光切割机的工作平台上;在激光切割机的控制软件中设置激光扫描整个铜板范围内的混合粉体,以 100mm/s 的扫描速度扫描 2 次,扫描完成后,收集铜板上的粉体即光学透明氧化铝陶瓷微球。

[0047] 本发明方法制备的光学透明氧化铝陶瓷微球直径在 1-500 μm 之间,在可见光区的透光率为 80%,并具有荧光特性。

[0048] 实施例 9

[0049] 将原料氧化铝陶瓷粉体与 Eu_2O_3 粉体混合, Eu_2O_3 粉体的掺杂量占原料氧化钇陶瓷粉体与 Eu_2O_3 粉体总摩尔量的 9%,将原料氧化钇陶瓷粉体与 Eu_2O_3 粉体的混合粉体于 200Mpa 干压,然后在研钵中进行研磨,用分级筛进行分离,选取其中 1-500 μm 的混合粉体,将其平铺在铜板上,手动震荡铜板,使混合粉体呈单层平铺在铜板上,将铜板放置于激光切割机的工作平台上;在激光切割机的控制软件中设置激光扫描整个铜板范围内的混合粉体,以 100mm/s 的扫描速度扫描 2 次,扫描完成后,收集铜板上的粉体即光学透明氧化铝陶瓷微

球。

[0050] 本发明方法制备的光学透明氧化铝陶瓷微球直径在 1-500 μm 之间,在可见光区的透光率为 80%,并具有荧光特性。

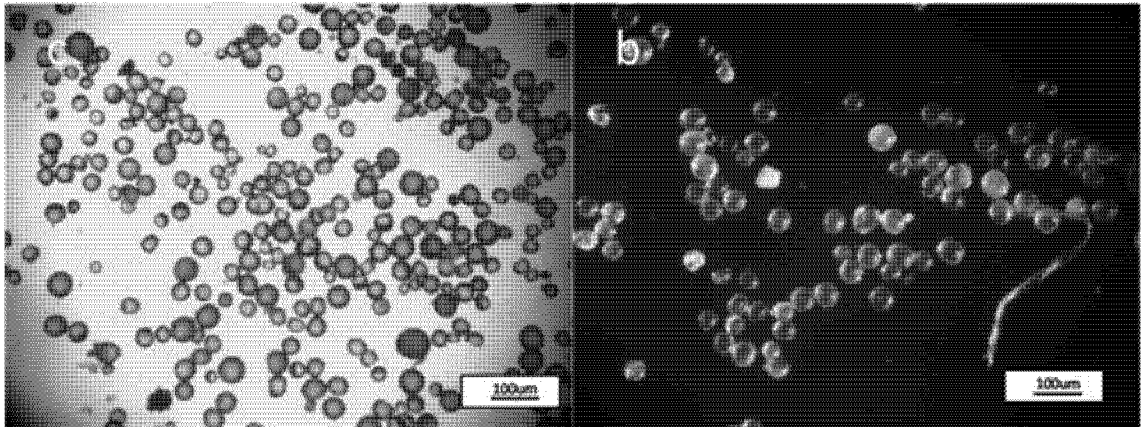


图 1

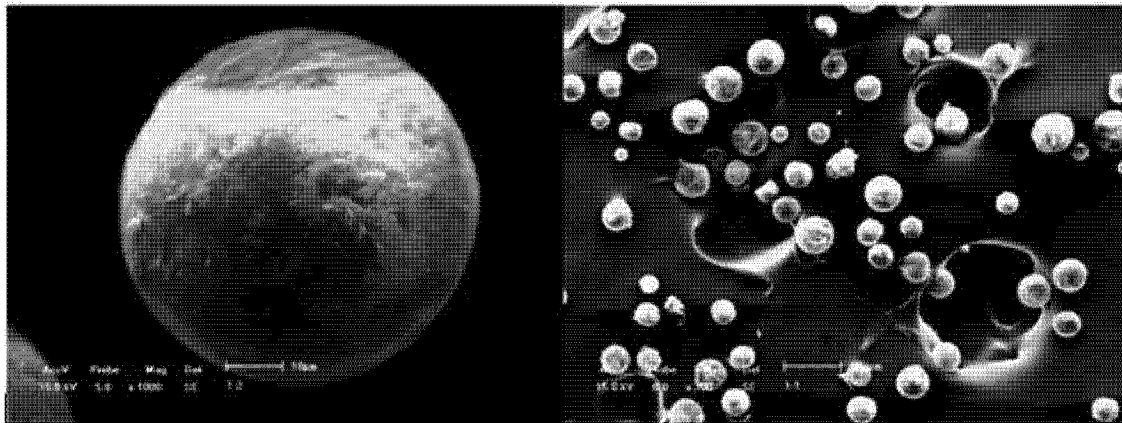


图 2