



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105860971 B

(45)授权公告日 2018.04.20

(21)申请号 201610258176.6

(22)申请日 2016.04.22

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 105860971 A

(43)申请公布日 2016.08.17

(73)专利权人 江苏师范大学
地址 221100 江苏省徐州市铜山新区上海
路101号

(72)发明人 乔学斌

(74)专利代理机构 徐州市淮海专利事务所
32205

代理人 华德明

(51)Int.Cl.
C09K 11/67(2006.01)

(56)对比文件
CN 101962542 A,2011.02.02,说明书第
[0011]段.

CN 101987957 A,2011.03.23,说明书第

[0011]段.

CN 101899299 A,2010.12.01,全文.

US 7314607 B1,2008.01.01,全文.

Margarita Kantcheva等

.Characterization of Zr6Nb2017
synthesized by a peroxo route as a novel
solid acid.《Catalysis Communications》
.2007,第9卷第874-879页.

Daling Lu等.Preparation and
characteristics of crystallized
mesoporous Zr6Nb2017.《Microporous and
Mesoporous Materials》.2004,第75卷第203-
208页.

Gao Sen-Pei等.Photoluminescence of
rare-earth ion (Eu³⁺, Tm³⁺, and Er³⁺)-
doped and co-doped ZnNb206 for solar
cells.《Chin.Phys.B》.2015,第24卷(第8期),第
087803-1-087803-6页.

审查员 黄轲轲

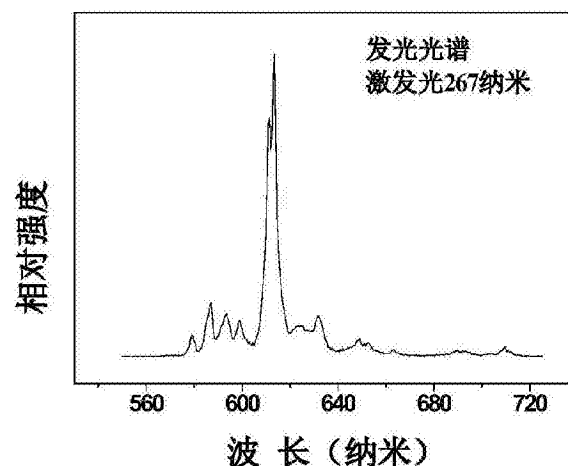
权利要求书2页 说明书5页 附图5页

(54)发明名称

一种稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉及其制
备方法

(57)摘要

本发明涉及一种稀土离子掺杂的铌酸锆荧
光粉及其制备方法,材料化学式为Zr₆Nb₂O₁₇:
xEu,其中x为Eu³⁺掺杂的摩尔百分数,0.0001≤x
≤0.5。本发明采用高温固相法或化学合成法,以
铌酸锆作为基质添加稀土离子制备得到。本发
明的稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉发光强度高、
稳定性好,可以吸收267纳米附近的紫外光,转
换发射出613纳米附近的红光,能够应用于LED
照明器件的制备;制备方法简单易于操作,也不
使用特殊气体保护,对生产条件和设备要求不
高,生产成本低,无废气废液排放,环境友好无
污染。



1. 一种稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉,其特征在于:所述材料的化学式为 $Zr_6Nb_2O_{17}:xEu$,其中 x 为 Eu^{3+} 掺杂的摩尔百分数, $0.0001 \leq x \leq 0.5$ 。

2. 一种如权利要求1所述的稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉的制备方法,其特征在于,采用高温固相法,包括如下步骤:

(1) 按化学式 $Zr_6Nb_2O_{17}:xEu$ 中的化学计量比,其中 $0.0001 \leq x \leq 0.5$,分别称取含有锆离子 Zr^{4+} 的化合物、含有铌离子 Nb^{5+} 的化合物、含有铕离子 Eu^{3+} 的化合物,研磨并混合均匀,得到混合物;

(2) 将步骤(1)得到的混合物在空气气氛下进行预煅烧,预煅烧温度为 $300 \sim 700^\circ C$,预煅烧时间为 $2 \sim 12$ 小时;

(3) 将步骤(2)得到的混合物自然冷却,研磨并混合均匀后,在空气气氛中煅烧,煅烧温度为 $700 \sim 1100^\circ C$,煅烧时间为 $2 \sim 12$ 小时;

(4) 将步骤(3)得到的混合物自然冷却,研磨并混合均匀后,在空气气氛中进行最终煅烧,煅烧温度为 $1100 \sim 1500^\circ C$,煅烧时间为 $2 \sim 12$ 小时,自然冷却到室温,即得到稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉。

3. 根据权利要求2所述的稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉的制备方法,其特征在于:步骤(2)的预煅烧温度为 $350 \sim 650^\circ C$,预煅烧时间为 $4 \sim 10$ 小时。

4. 根据权利要求2所述的稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉的制备方法,其特征在于:步骤(3)的煅烧温度为 $750 \sim 1050^\circ C$,煅烧时间为 $4 \sim 10$ 小时。

5. 根据权利要求2所述的稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉的制备方法,其特征在于:步骤(4)的煅烧温度为 $1150 \sim 1450^\circ C$,煅烧时间为 $4 \sim 10$ 小时。

6. 根据权利要求2所述的稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉的制备方法,其特征在于:所述的含有锆离子 Zr^{4+} 的化合物为氧化锆 ZrO_2 、硝酸锆 $Zr(NO_3)_4 \cdot 5H_2O$ 、氢氧化锆 $Zr(OH)_4$ 、氯化锆 $ZrCl_4$ 中的一种;所述的含有铌离子 Nb^{5+} 的化合物为五氧化二铌 Nb_2O_5 、氢氧化铌 $Nb(OH)_5$ 和氯化铌 $NbCl_5$ 中的一种;所述的含有铕离子 Eu^{3+} 的化合物为氧化铕 Eu_2O_3 、硝酸铕 $Eu(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ 、碳酸铕 $Eu_2(CO_3)_3$ 中的一种。

7. 一种如权利要求1所述的稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉的制备方法,其特征在于,采用化学合成法,包括如下步骤:

(1) 按化学式 $Zr_6Nb_2O_{17}:xEu$ 中化学计量比,其中 $0.0001 \leq x \leq 0.5$,分别称取含有锆离子 Zr^{4+} 的化合物、含有铌离子 Nb^{5+} 的化合物、含有铕离子 Eu^{3+} 的化合物,将它们分别溶解于稀硝酸溶液中,得到各自的透明溶液;按各反应物质量的 $0.5 \sim 2.0 wt\%$ 分别添加络合剂柠檬酸或草酸,在 $50 \sim 100^\circ C$ 的温度条件下搅拌均匀;

(2) 将步骤(1)得到的各种溶液缓慢混合,在 $50 \sim 100^\circ C$ 的温度条件下搅拌 $1 \sim 2$ 小时后,静置,烘干,得到蓬松的前驱体;

(3) 将前驱体置于马弗炉中煅烧,煅烧温度为 $1100 \sim 1400^\circ C$,煅烧时间为 $3 \sim 12$ 小时,自然冷却到室温,研磨均匀后得到一种粉末状荧光粉。

8. 根据权利要求7所述的稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉的制备方法,其特征在于:所述的含有锆离子 Zr^{4+} 的化合物为氧化锆 ZrO_2 、硝酸锆 $Zr(NO_3)_4 \cdot 5H_2O$ 、氢氧化锆 $Zr(OH)_4$ 、氯化锆 $ZrCl_4$ 中的一种;所述的含有铌离子 Nb^{5+} 的化合物为五氧化二铌 Nb_2O_5 、氢氧化铌 $Nb(OH)_5$ 和氯化铌 $NbCl_5$ 中的一种;所述的含有铕离子 Eu^{3+} 的化合物为氧化铕 Eu_2O_3 、硝酸铕 $Eu(NO_3)_3 \cdot$

6H₂O和碳酸铈Eu₂(CO₃)₃中的一种。

一种稀土离子掺杂的铈酸锆荧光粉及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种荧光材料及其制备方法,特别涉及一种稀土离子掺杂的铈酸锆荧光粉及其制备方法,属于无机发光材料领域。

背景技术

[0002] 随着全球环境问题加重,能源短缺,节能环保成为当前人们面临的重要课题。在普通照明发光领域,白光LED产品成为人们关注的重点。它是一种新型绿色环保照明产品,具有较高的电光效率、较小的体积、低功率、高寿命等优点,被认为是新一代照明光源,有着很好的发展趋势。

[0003] 白光LED产生白光主要有两条途径:第一种是将红、绿、蓝三种LED组合产生白光;第二种是用LED去激发光转换荧光粉混合形成白光,这种途径有两种实现方案,其中比较成熟的方法是蓝光LED芯片与YAG:Ce黄色荧光粉搭配来实现白光发射(美国专利5998925),但由于缺乏红色光,复合得到的白光为冷白光,因此,该方案仍需添加适当的红色荧光粉来提高其显色指数,另一种方案则是用近紫光LED芯片(390-410nm)与红/绿/蓝三基色荧光粉组合,因此红色荧光粉起着举足轻重的作用。而现有的红色荧光粉的有效激发范围多数在短波UV区域,在近紫外和蓝光下的激发效率低。因此,研制高效稳定的近紫外光、蓝光LED用红色荧光粉显得尤为重要。目前,市场上尚缺乏性能优异的可被近紫外光或蓝光LED芯片激发的红色荧光粉。

[0004] 目前,能够在发光强度和稳定性方面都达到应用要求的红色荧光粉还很少见。例如:有人试图将 $Y_2O_2S:Eu^{3+}$ 应用于WLED领域,然而,目前商用的红色荧光粉 $Y_2O_2S:Eu^{3+}$ 存在诸多缺点:在近紫外光激发下发光效率低,化学性能不稳定,容易分解,寿命短,硫元素的析出会对芯片造成腐蚀性影响,从而导致整个器件的失效。另外,在文献和专利报道中涉及的几类主要的可望用于LED的红色荧光粉还有: $Ca_3(VO_4)_2:Eu^{3+}$ 、 $YVO_4:Eu^{3+}$ 、 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 、 Bi^{3+} 、 $CaO:Eu^{3+}$ 、 $CaMoO_4:Eu^{3+}$ 、 $(Gd,Y,Eu)_2(MoO_4)_3:Sm^{3+}$ 、 $Ca_5(SiO_4)_2Cl_2:Eu^{2+}$ 、 $Sr_2Si_5N_8:Eu^{2+}$ 等。其中稀土激活的氮氧化物的稳定性高发光效率好而受到重视,如: $Sr_2Si_5N_8:Eu^{2+}$ 、 $SrSi_2O_2N_2:Eu^{2+}$,但这类材料的基质合成需要在高温(1600-1700℃)高氮气或氨气压力(10atm)下完成,对生产设备的要求非常苛刻。

[0005] 现阶段,关于铈酸盐为基质的荧光粉的文献报道和专利很少,中国发明专利CN201310089492.1报道了一种掺杂金属纳米粒子的铈酸盐发光材料及其制备方法,该发光材料可以应用于场发射器件。中国专利CN201310580990.6报道了一种铈共掺杂铝铈酸盐发光材料,该铈共掺杂铝铈酸盐发光材料制成的发光薄膜在490纳米和510纳米波长区都有很强的发光峰,能够应用于薄膜电致发光显示器中。

发明内容

[0006] 针对上述现有技术存在的问题,本发明的目的在于提供一种发光效果好、稳定性好,可以应用于LED照明器件制备的稀土离子掺杂的铈酸锆荧光粉;本发明的另一目的在于

提供一种制备简单、耗能少、生产成本低的稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉的制备方法。

[0007] 为实现上述目的,本发明采用的技术方案是:一种稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉,材料的化学式为 $Zr_6Nb_2O_{17}:xEu$,其中 x 为 Eu^{3+} 掺杂的摩尔百分数, $0.0001 \leq x \leq 0.5$ 。

[0008] 本发明还提供一种上述的稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉的制备方法,采用高温固相法,包括如下步骤:

[0009] (1) 按化学式 $Zr_6Nb_2O_{17}:xEu$ 中的化学计量比,其中 $0.0001 \leq x \leq 0.5$,分别称取含有锆离子 Zr^{4+} 的化合物、含有铌离子 Nb^{5+} 的化合物、含有铕离子 Eu^{3+} 的化合物,研磨并混合均匀,得到混合物;

[0010] (2) 将步骤(1)得到的混合物在空气气氛下进行预煅烧,预煅烧温度为 $300 \sim 700^\circ C$,预煅烧时间为 $2 \sim 12$ 小时;

[0011] (3) 将步骤(2)得到的混合物自然冷却,研磨并混合均匀后,在空气气氛中煅烧,煅烧温度为 $700 \sim 1100^\circ C$,煅烧时间为 $2 \sim 12$ 小时;

[0012] (4) 将步骤(3)得到的混合物自然冷却,研磨并混合均匀后,在空气气氛中进行最终煅烧,煅烧温度为 $1100 \sim 1500^\circ C$,煅烧时间为 $2 \sim 12$ 小时,自然冷却到室温,即得到稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉。

[0013] 作为上述方法的优选方案,步骤(2)的预煅烧温度为 $350 \sim 650^\circ C$,预煅烧时间为 $4 \sim 10$ 小时。

[0014] 作为上述方法的优选方案,步骤(3)的煅烧温度为 $750 \sim 1050^\circ C$,煅烧时间为 $4 \sim 10$ 小时。

[0015] 作为上述方法的优选方案,步骤(4)的煅烧温度为 $1150 \sim 1450^\circ C$,煅烧时间为 $4 \sim 10$ 小时。

[0016] 上述含有锆离子 Zr^{4+} 的化合物为氧化锆 ZrO_2 、硝酸锆 $Zr(NO_3)_4 \cdot 5H_2O$ 、氢氧化锆 $Zr(OH)_4$ 、氯化锆 $ZrCl_4$ 中的一种;所述的含有铌离子 Nb^{5+} 的化合物为五氧化二铌 Nb_2O_5 、氢氧化铌 $Nb(OH)_5$ 和氯化铌 $NbCl_5$ 中的一种;所述的含有铕离子 Eu^{3+} 的化合物为氧化铕 Eu_2O_3 、硝酸铕 $Eu(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ 、碳酸铕 $Eu_2(CO_3)_3$ 中的一种。

[0017] 本发明还同时提供另一种上述稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉的制备方法,采用化学合成法,包括如下步骤:

[0018] (1) 按化学式 $Zr_6Nb_2O_{17}:xEu$ 中化学计量比,其中 $0.0001 \leq x \leq 0.5$,分别称取含有锆离子 Zr^{4+} 的化合物、含有铌离子 Nb^{5+} 的化合物、含有铕离子 Eu^{3+} 的化合物,将它们分别溶解于稀硝酸溶液中,得到各自的透明溶液;按各反应物质量的 $0.5 \sim 2.0wt\%$ 分别添加络合剂柠檬酸或草酸,在 $50 \sim 100^\circ C$ 的温度条件下搅拌均匀;

[0019] (2) 将步骤(1)得到的各种溶液缓慢混合,在 $50 \sim 100^\circ C$ 的温度条件下搅拌 $1 \sim 2$ 小时后,静置,烘干,得到蓬松的前驱体;

[0020] (3) 将前驱体置于马弗炉中煅烧,煅烧温度为 $1100 \sim 1400^\circ C$,煅烧时间为 $3 \sim 12$ 小时,自然冷却到室温,研磨均匀后得到一种粉末状荧光粉。

[0021] 优选的,所述含有锆离子 Zr^{4+} 的化合物为氧化锆 ZrO_2 、硝酸锆 $Zr(NO_3)_4 \cdot 5H_2O$ 、氢氧化锆 $Zr(OH)_4$ 、氯化锆 $ZrCl_4$ 中的一种;所述的含有铌离子 Nb^{5+} 的化合物为五氧化二铌 Nb_2O_5 、氢氧化铌 $Nb(OH)_5$ 和氯化铌 $NbCl_5$ 中的一种;所述的含有铕离子 Eu^{3+} 的化合物为氧化铕 Eu_2O_3 、硝酸铕 $Eu(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ 和碳酸铕 $Eu_2(CO_3)_3$ 中的一种。

[0022] 与现有技术方案相比,本发明技术方案优点在于:本发明的稀土离子掺杂的铌酸锆荧光粉发光强度高、稳定性好,可以吸收267纳米附近的紫外光,转换发射出613纳米附近的红光,能够应用于LED照明器件的制备;制备方法简单易于操作,也不使用特殊气体保护,对生产条件和设备要求不高,生产成本低,无废气废液排放,环境友好无污染。

附图说明

- [0023] 图1是本发明实施例1制备样品的X射线粉末衍射图谱;
[0024] 图2是本发明实施例1制备样品在613纳米波长监控下的激发光谱图;
[0025] 图3是本发明实施例1制备样品在267纳米波长激发下的发光光谱图;
[0026] 图4是本发明实施例1制备样品的发光衰减曲线;
[0027] 图5是本发明实施例1制备样品的扫描电镜显微照片;
[0028] 图6是本发明实施例5制备样品的X射线粉末衍射图谱;
[0029] 图7是本发明实施例5制备样品在613纳米波长监控下的激发光谱图;
[0030] 图8是本发明实施例5制备样品在267纳米波长激发下的发光光谱图;
[0031] 图9是本发明实施例5制备样品的发光衰减曲线;
[0032] 图10是本发明实施例5制备样品的扫描电镜显微照片。

具体实施方式

[0033] 下面结合附图和实施例对本发明作进一步描述。

[0034] 实施例1

[0035] 根据化学式 $Zr_6Nb_2O_{17}:0.0001Eu$ 称取氧化锆 $ZrO_2:7.392$ 克,氧化铕 $Eu_2O_3:0.001$ 克,五氧化二铌 $Nb_2O_5:2.658$ 克,在玛瑙研钵中加入适量的丙酮混合研磨均匀后,在空气气氛中进行预煅烧,在 $350^\circ C$ 下煅烧4小时随炉冷却后,取出样品将预煅烧的原料再次用相同的方法充分混合研磨均匀,在空气气氛中再次煅烧, $750^\circ C$ 下煅烧4小时,冷却至室温,取出样品。再次混合研磨均匀,在空气气氛之中, $1150^\circ C$ 下最终煅烧4小时,冷却至室温,取出后充分研磨即得到样品。

[0036] 参见图1,是本实施例技术方案制备样品的X射线粉末衍射图谱;XRD测试结果显示,所制备的样品结晶度较好,为单一的纯相材料。

[0037] 参见图2,是按本实施例技术方案制备的样品在613纳米波长光监控下的激发光谱,测试结果显示样品可以吸收267纳米附近的紫外光。

[0038] 图3是按本实施例技术方案制备的样品在267纳米波长光激发下的发射光谱图,测试结果显示,样品在267纳米附近光的激发下发射出中心波长在613纳米的光,所制得材料能够有效的将紫外光转换为发射红光。

[0039] 参见图4,是本发明实施例1制备样品的发光衰减曲线,计算可得衰减时间为1.899毫秒。

[0040] 参见图5,是本发明实施例1制备样品的扫描电镜显微照片,所得样品粒度分散均匀,其平均粒径为1.69微米。

[0041] 实施例2

[0042] 根据化学式 $Zr_6Nb_2O_{17}:0.01Eu$ 称取硝酸锆 $Zr(NO_3)_4 \cdot 5H_2O:6.433$ 克,碳酸铕 Eu_2

(CO₃)₃:0.004克,氢氧化铌Nb(OH)₅:0.890克,在玛瑙研钵中加入适量的丙酮混合研磨均匀后,在空气气氛中进行预煅烧,在300℃下预煅烧2小时随炉冷却后,取出样品将预煅烧的原料再次用相同的方法充分混合研磨均匀,在空气气氛中再次煅烧,700℃下煅烧2小时,冷却至室温,取出样品。再次混合研磨均匀,在空气气氛之中,1100℃下最终煅烧2小时,冷却至室温,取出后充分研磨即得到样品。

[0043] 本实施例技术方案制备样品的X射线粉末衍射图谱、激发光谱图、荧光光谱图、发光衰减曲线、扫描电镜显微照片与实施例1中制备的样品一致。

[0044] 实施例3

[0045] 根据化学式Zr₆Nb₂O₁₇:0.01Eu称取氢氧化锆Zr(OH)₄:3.153克,硝酸铕Eu(NO₃)₃·6H₂O:0.089克,氯化铌NbCl₅:1.801克,在玛瑙研钵中加入适量的丙酮混合研磨均匀后,在空气气氛中进行预煅烧,在700℃下预煅烧12小时随炉冷却后,取出样品将预煅烧的原料再次用相同的方法充分混合研磨均匀,在空气气氛中再次煅烧,1100℃下煅烧12小时,冷却至室温,取出样品。再次研磨均匀,在空气气氛之中,1500℃下最终煅烧12小时,冷却至室温,取出后充分研磨即得到样品。

[0046] 本实施例技术方案制备样品的X射线粉末衍射图谱、激发光谱图、荧光光谱图、发光衰减曲线、扫描电镜显微照片与实施例1中制备的样品一致。

[0047] 实施例4

[0048] 根据化学式Zr₆Nb₂O₁₇:0.1Eu称取氯化锆ZrCl₄:4.198克,氧化铕Eu₂O₃:0.352克,五氧化二铌Nb₂O₅:0.886克,在玛瑙研钵中加入适量的丙酮混合研磨均匀后,在空气气氛中进行预煅烧,在650℃下预煅烧10小时随炉冷却后,取出样品将预煅烧的原料再次用相同的方法充分混合研磨均匀,在空气气氛中再次煅烧,1050℃下煅烧10小时,冷却至室温,取出样品。再次混合研磨均匀,在空气气氛之中,1450℃下最终煅烧10小时,冷却至室温,取出后充分研磨即得到样品。

[0049] 本实施例技术方案制备样品的X射线粉末衍射图谱、激发光谱图、荧光光谱图、发光衰减曲线、扫描电镜显微照片与实施例1中制备的样品一致。

[0050] 实施例5

[0051] 根据化学式Zr₆Nb₂O₁₇:0.2Eu称取氧化锆ZrO₂:1.183克,碳酸铕Eu₂(CO₃)₃:0.581克,氢氧化铌Nb(OH)₅:0.712克,以及分别称取以上各药品质量的1.8wt%的柠檬酸。将称取的氧化锆ZrO₂,碳酸铕Eu₂(CO₃)₃,氢氧化铌Nb(OH)₅分别加入稀硝酸溶液中直至完全溶解,再加入称取的柠檬酸在50℃条件下磁力搅拌一段时间得到澄清溶液。最终将上述溶液混合搅拌1.5小时,得到的混合溶液放置烘箱中,设定温度为80℃,烘12小时后,自然冷却,得到前驱体。将前驱体置于马弗炉中煅烧,煅烧温度为1100℃,煅烧时间为3小时,冷却至室温,取出并充分研磨即得到样品。

[0052] 参见附图6,是本实施例技术方案制备样品的X射线粉末衍射图谱,结果显示,制得的样品结晶性好,无杂相。

[0053] 参见附图7,是按本实施例技术方案制备的样品在613纳米波长监控下的激发光谱,测试结果显示样品可以吸收267纳米附近的紫外光。

[0054] 附图8是按本实施例技术方案制备的样品在267纳米波长激发下的发射光谱图,所制得材料有效的将紫外光转换发射红光。

[0055] 参见附图9,是本发明实施例5制备样品的发光衰减曲线,计算可得衰减时间为1.951毫秒。

[0056] 参见附图10,是本实施例技术方案制备样品的扫描电镜显微照片,结果显示,制得的样品颗粒更为细小,其平均粒径为0.11微米。

[0057] 实施例6

[0058] 根据化学式 $Zr_6Nb_2O_{17}:0.3Eu$ 称取硝酸锆 $Zr(NO_3)_4 \cdot 5H_2O$:3.606克,硝酸铈 $Eu(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$:1.606克,氯化铌 $NbCl_5$:1.081克,以及分别称取以上各药品质量的2.0wt%的柠檬酸。将称取的硝酸锆 $Zr(NO_3)_4 \cdot 5H_2O$ 、硝酸铈 $Eu(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ 、氯化铌 $NbCl_5$ 溶解于适量的稀硝酸中,并加入称量的柠檬酸在100℃条件下磁力搅拌一段时间得到澄清溶液。最终将上述溶液混合搅拌1小时,得到的混合溶液放置烘箱中,设定温度为80℃,烘12小时后,自然冷却,得到前驱体。将前驱体置于马弗炉中煅烧,煅烧温度为1200℃,煅烧时间为6小时,冷却至室温,取出并充分研磨即得到样品。

[0059] 本实施例技术方案制备样品的X射线粉末衍射图谱、激发光谱图、荧光光谱图、发光衰减曲线、扫描电镜显微照片与实施例5中制备的样品一致。

[0060] 实施例7

[0061] 根据化学式 $Zr_6Nb_2O_{17}:0.4Eu$ 称取氢氧化锆 $Zr(OH)_4$:1.147克,氧化铈 Eu_2O_3 :0.845克,五氧化二铌 Nb_2O_5 :0.532克,以及分别称取以上各药品质量的0.5wt%的草酸。将称取的氢氧化锆 $Zr(OH)_4$ 、氧化铈 Eu_2O_3 、五氧化二铌 Nb_2O_5 分别溶解于适量的稀硝酸中,并加入称取的柠檬酸在80℃条件下磁力搅拌一段时间得到澄清溶液。最终将上述溶液混合搅拌1.5小时,得到的混合溶液放置烘箱中,设定温度为80℃,烘12小时后,自然冷却,得到前驱体。将前驱体置于马弗炉中煅烧,煅烧温度为1300℃,煅烧时间为9小时,冷却至室温,取出并充分研磨即得到样品。

[0062] 本实施例技术方案制备样品的X射线粉末衍射图谱、激发光谱图、荧光光谱图、发光衰减曲线、扫描电镜显微照片与实施例5中制备的样品一致。

[0063] 实施例8

[0064] 根据化学式 $Zr_6Nb_2O_{17}:0.5Eu$ 中各元素的化学计量比,分别称取氯化锆 $ZrCl_4$:1.399克,碳酸铈 $Eu_2(CO_3)_3$:1.452克,氢氧化铌 $Nb(OH)_5$:0.712克,以及分别称取以上各药品质量的1.8wt%的柠檬酸。将称取的氯化锆 $ZrCl_4$ 、碳酸铈 $Eu_2(CO_3)_3$ 、氢氧化铌 $Nb(OH)_5$ 分别溶解于适量的稀硝酸中直至完全溶解,加入称取的柠檬酸在100℃条件下磁力搅拌一段时间得到澄清溶液,最终将上述溶液混合搅拌2小时,得到的混合溶液放置烘箱中,设定温度为80℃,烘12小时后,自然冷却,取出前驱体。将前驱体置于马弗炉中煅烧,煅烧温度1400℃,煅烧时间12小时,冷却至室温,取出并充分研磨即得到样品。

[0065] 本实施例技术方案制备样品的X射线粉末衍射图谱、激发光谱图、荧光光谱图、发光衰减曲线、扫描电镜显微照片与实施例5中制备的样品一致。

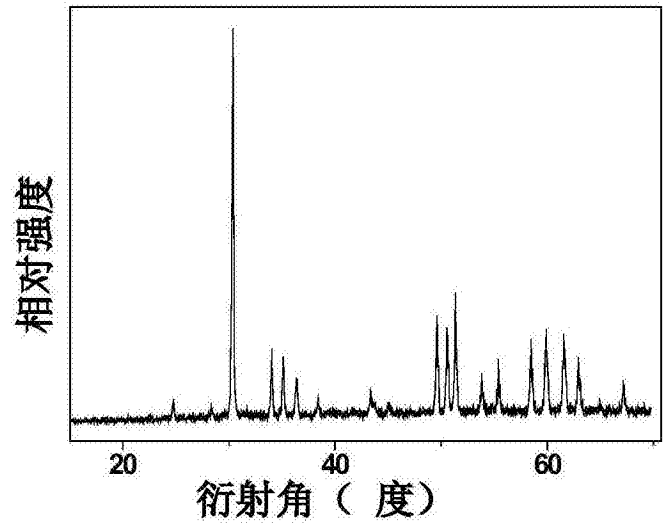


图1

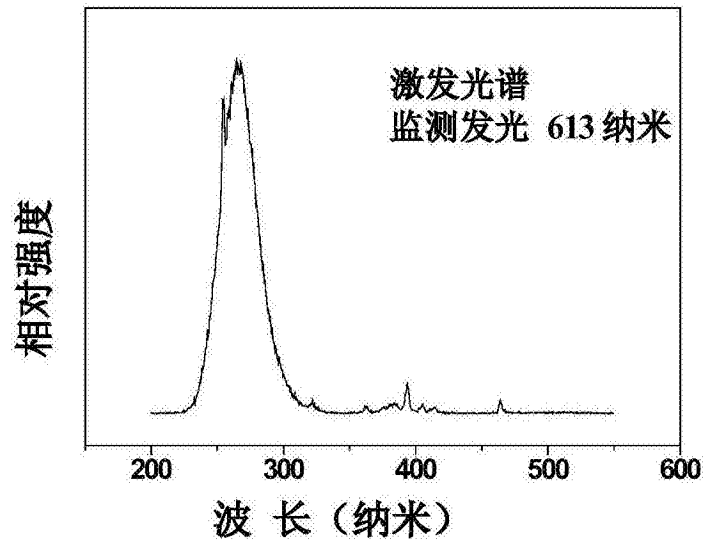


图2

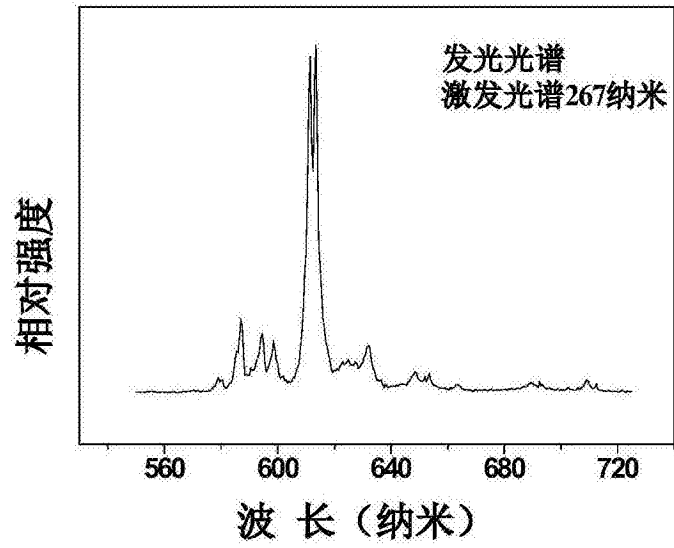


图3

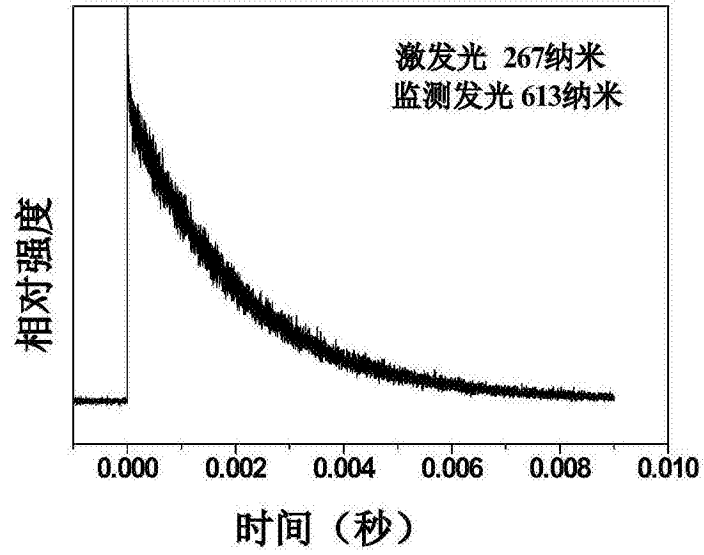


图4

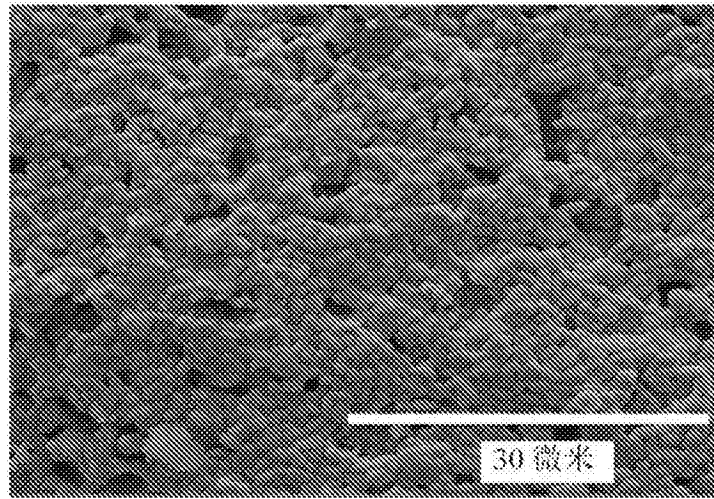


图5

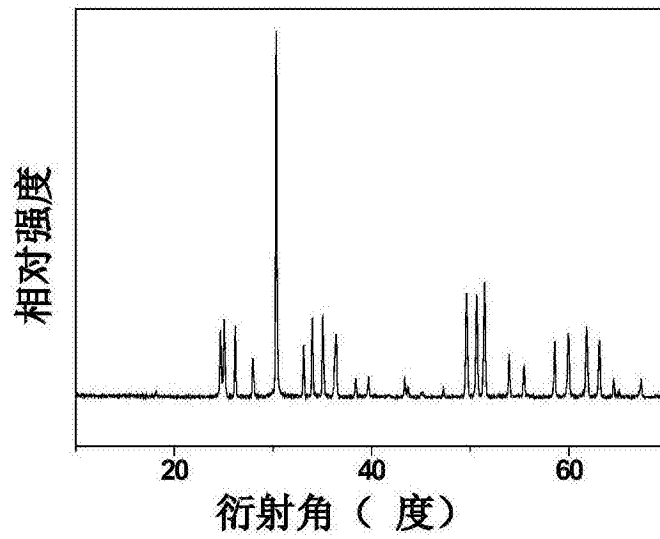


图6

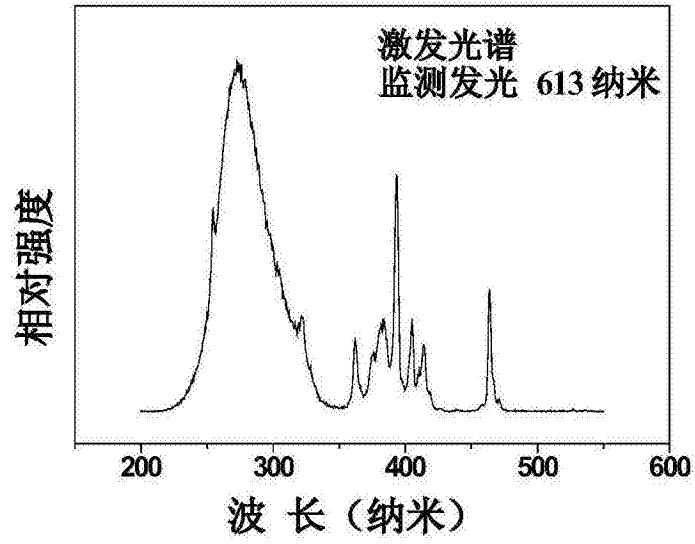


图7

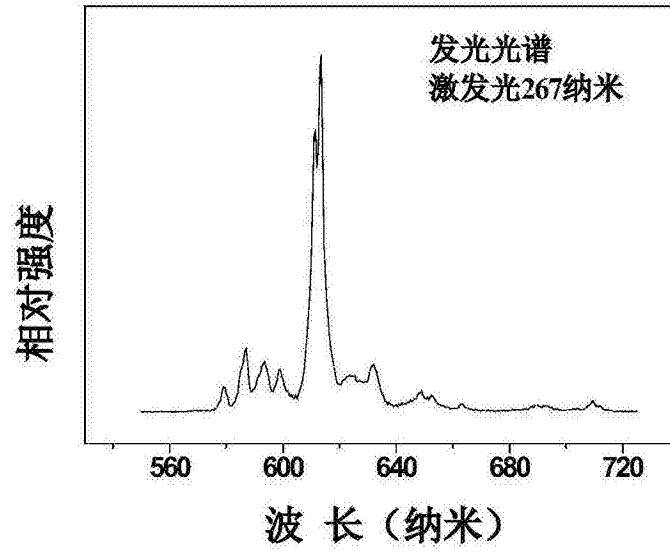


图8

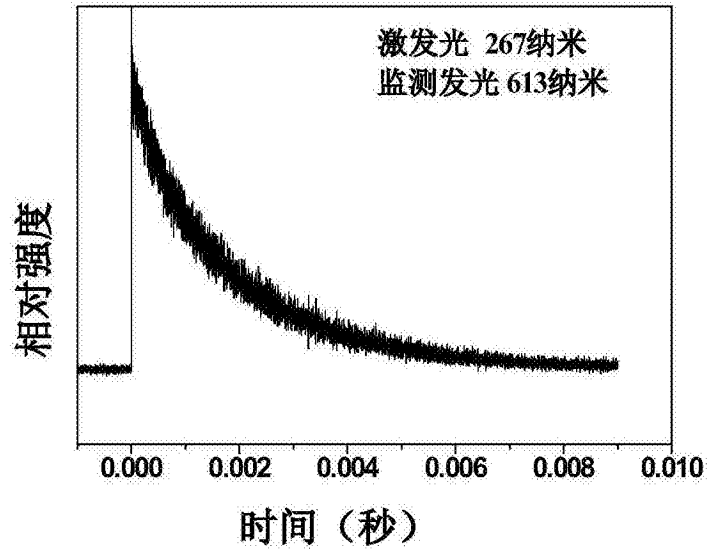


图9

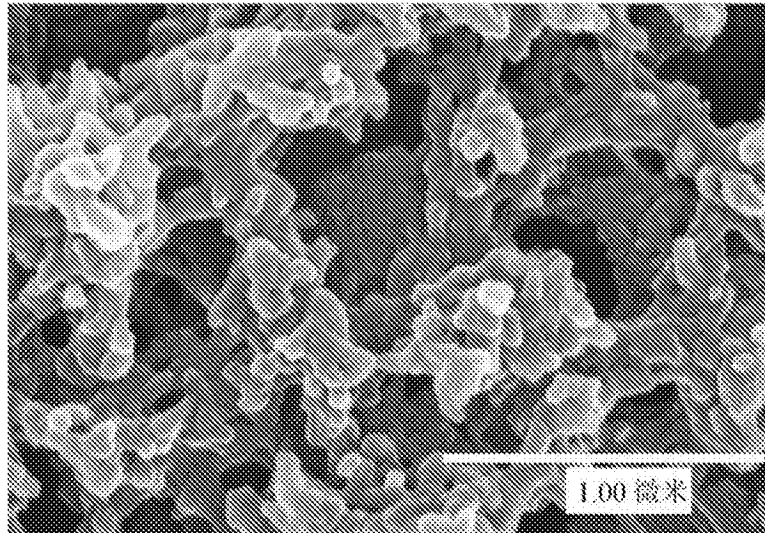


图10