



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102898148 A

(43) 申请公布日 2013. 01. 30

(21) 申请号 201210395067. 0

(22) 申请日 2012. 10. 17

(71) 申请人 西南科技大学

地址 621000 四川省绵阳市涪城区青龙大道
中段 59 号

(72) 发明人 曹林洪 马飞

(74) 专利代理机构 成都惠迪专利事务所 51215

代理人 刘勋

(51) Int. Cl.

C04B 35/626 (2006. 01)

C04B 35/50 (2006. 01)

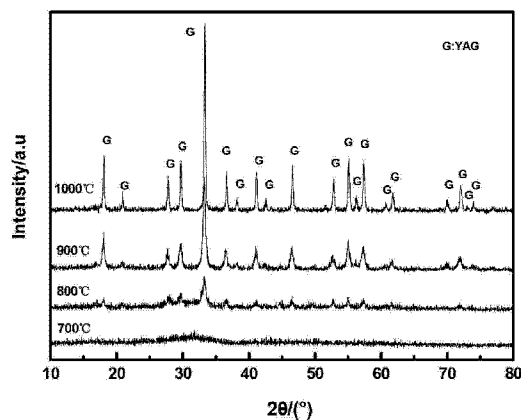
权利要求书 1 页 说明书 5 页 附图 4 页

(54) 发明名称

钇铝石榴石纳米粉体的制备方法

(57) 摘要

钇铝石榴石纳米粉体的制备方法, 涉及材料技术。本发明包括下述步骤: 1) 配置 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 水溶液、 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 水溶液和 NH_4HCO_3 水溶液; 2) 分别量取等体积钇和铝的硝酸盐溶液混合均匀; 3) 量取与步骤 2) 中铝的硝酸盐溶液等体积的 NH_4HCO_3 溶液, 并加入占总原料质量比 0.1~1.0wt% 的十二烷基苯磺酸做分散剂, 搅拌均匀后待用; 4) 将步骤 3) 获得的混合沉淀剂溶液一次性注入步骤 2) 的混合原料溶液中, 在注入的同时伴以剧烈搅拌; 5) 将步骤 4) 获得的反应溶液继续剧烈搅拌 2~6h, 陈化形成乳白色胶状沉淀溶液; 6) 超声处理; 7) 真空抽滤, 冲洗; 8) 干燥, 研磨过筛; 9) 煅烧。本发明减少了工艺控制参量, 从而简化了工艺操作流程, 提高了效率。



1. 钇铝石榴石纳米粉体的制备方法,其特征在于,包括下述步骤:

1)以分析纯的 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 NH_4HCO_3 为原料,分别配置 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 水溶液、 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 水溶液和 NH_4HCO_3 水溶液,其中钇和铝的硝酸盐溶液浓度符合 $[\text{Y}^{3+}]:[\text{Al}^{3+}]=3:5$,且浓度分别为 $[\text{Y}^{3+}]=0.03\sim 0.15\text{mol/L}$ 、 $[\text{Al}^{3+}]=0.05\sim 0.25\text{mol/L}$, $[\text{NH}_4\text{HCO}_3]=1.00\sim 2.00\text{mol/L}$;

2)分别量取等体积钇和铝的硝酸盐溶液混合均匀,密封后在 $0\sim 100^\circ\text{C}$ 下搅拌至恒温,并维持搅拌状态待用;

3)量取与步骤2)中铝的硝酸盐溶液等体积的 NH_4HCO_3 溶液,并加入占总原料质量比 $0.1\sim 1.0\text{wt}\%$ 的十二烷基苯磺酸做分散剂,搅拌均匀后待用;

4)将步骤3)获得的混合沉淀剂溶液一次性注入步骤2)的混合原料溶液中,在注入的同时伴以剧烈搅拌;

5)将步骤4)获得的反应溶液继续剧烈搅拌 $2\sim 6\text{h}$,陈化形成乳白色胶状沉淀溶液;

6)将步骤5)获得的乳白色胶状沉淀溶液超声处理 $1\sim 3\text{h}$;

7)将步骤6)获得的沉淀真空抽滤,并用去离子水和乙醇各冲洗 $2\sim 5$ 次;

8)将步骤7)获得的沉淀在 80°C 条件下干燥 $12\sim 24\text{h}$ 后,研磨过筛待用;

9)将步骤8)所获得YAG前驱体粉体在空气气氛中于 $700\sim 1200^\circ\text{C}$ 之间煅烧 $2\sim 6\text{h}$,得到所需YAG纳米粉体。

2. 如权利要求1所述的钇铝石榴石纳米粉体的制备方法,其特征在于,所述步骤1)中,三种溶液的浓度分别为:

$[\text{Y}^{3+}]=0.09\text{mol/L}$ 、 $[\text{Al}^{3+}]=0.15\text{mol/L}$, $[\text{NH}_4\text{HCO}_3]=1.00\sim 2.00\text{mol/L}$ 。

3. 如权利要求1所述的钇铝石榴石纳米粉体的制备方法,其特征在于,所述步骤1)中,三种溶液为去离子水溶液。

钇铝石榴石纳米粉体的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及材料技术。

背景技术

[0002] 钇铝石榴石（简称 YAG，化学式为 $Y_3Al_5O_{12}$ ），属于立方晶系，由于其光学均匀性好、在可见光和红外光波段具有良好的透光性、物理化学性能稳定等特点，被广泛应用于激光和发光基质材料等领域。以 YAG 纳米粉体为原料制备的 YAG 透明陶瓷，具有与 YAG 单晶相媲美的优异光学性能，且相比于单晶，具有掺杂浓度高且均匀性好，生产成本低，形状自由度大等优点，有可能替代单晶成为下一代激光基质材料。同时， Eu^{3+} 、 Ce^{3+} 和 Tb^{3+} 等离子掺杂的 YAG 粉体也是性能优异的荧光粉材料，在阴极射线管、LED 等领域有着广泛的应用前景。此外，YAG 还具有很强的高温体积稳定性，且是已知的抗高温蠕变最好的氧化物材料之一，因而是一种非常有前途的高温结构材料。

[0003] 高纯、颗粒大小均匀、分散性好的类球形 YAG 纳米粉体，有助于提高荧光粉的发光特性及发光效率；在功能陶瓷制备方面，有助于烧结过程中气孔的排除，减少第二相和缺陷的生成，从而提高陶瓷的透光性；在结构陶瓷制备方面，能够使陶瓷在较低的温度下实现致密化，从而有效抑制晶粒长大，获得均匀细致的显微结构。因此，制备出性能优良的 YAG 粉体，是实现其在应用方面获得高性能至关重要的一步。

[0004] 国内外制备 YAG 粉体的方法主要有固相法、水热法、燃烧法、溶胶凝胶法、沉淀法等。固相法通常需要将原料反复球磨和长时间在 1600°C 左右煅烧以消除 $YAM(Y_4Al_2O_9)$ 和 $YAP(YAlO_9)$ 中间相，因此该法合成温度高，容易引入杂质，粉体颗粒大且团聚严重；水热法产量低、纯度差，且对设备等条件要求严格；燃烧法很容易在燃烧过程中引入碳元素，使产物纯度不高，此外由于燃烧过程的剧烈性和爆炸性，导致产物颗粒的形状和大小难以控制；溶胶凝胶法一般需要醇盐作为原料，而醇盐毒性大、价格高、易造成环境污染，不适合大规模生产；沉淀法是液相化学反应合成金属氧化物及其化合物粉体材料最普通的方法，由于其在离子状态下混合，可以比机械混合法更均匀，并且减少掺入杂质的机会，使精确控制化学计算较容易，而且颗粒形貌可以根据反应条件进行控制，因而其是一种经济适用、有效的粉体制备方法。

[0005] 沉淀法主要包括均相沉淀法和共沉淀法。均相沉淀法是利用沉淀剂在溶液中缓慢的生成而实现均匀沉淀，一般使用尿素为沉淀剂在升温后水解产生 OH^- 生成沉淀。张华山等以铝和钇的硝酸盐溶液为原料，尿素为沉淀剂，其中尿素用量为浓度比 $[urea]/[M^{3+}] = 150:1$ ， $(NH_4)_2SO_4$ 与聚乙二醇为分散剂，正硅酸乙酯为添加剂，在 95°C 的水浴中生成沉淀，最后通过共沸等工艺制备出 YAG 前驱体，在 1200°C 煅烧 2h 获得纯相 YAG 纳米粉体（功能材料，2004，增刊（35）：2774 - 2777）。该方法虽实现了反应物原子尺寸的均匀混合，但合成时间长，耗能大，要求高的尿素浓度与混合金属离子浓度比，煅烧温度也偏高，效力低且易造成环境污染，不适宜工业生产。共沉淀法又分为正滴定和反滴定两种方式，但无论是采用正滴定还是反滴定方式，在反应过程中都需精确控制滴加速度，以及及时检测反应

的终止 pH 值,对这些条件的精确控制是获得性能良好的 YAG 粉体的关键(无机材料学报,2001,16(4):630-634;硅酸盐学报,2003,31(5):490-493;功能材料,2006,37(1):66-69;JAlloys Compd,2010,503:525-528)。

[0006] 中国专利 03112160.8 公开的工艺是利用铝和钇的无机盐为原料,以 NH_4HCO_3 或 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 为沉淀剂,采用正滴定方式,同时控制合适 pH,先制备出铝和钇的水合物,经洗涤后加入适量分散剂和晶形控制剂并分散于有机溶剂的水溶液中,然后在密闭容器内加热至一定温度合成 YAG 纳米微粉。

[0007] 中国专利 200510110760.9 公开的工艺是以 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 和 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$ 为原料, NH_4HCO_3 为沉淀剂,采用反滴定方式,控制滴速 $\leq 3\text{mL/min}$,沉淀体系 $\text{pH} \geq 7.8$ 获得沉淀,经抽滤、洗涤、烘干后,采用分段升温的煅烧方式获得 YAG 纳米粉。

[0008] 中国专利 201010186604.1 公开工艺是将金属离子混合溶液以 $2 \sim 5\text{mL/min}$ 滴加到沉淀剂 NH_4HCO_3 或 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 中,在 pH 值 $8 \sim 10$ 下搅拌得沉淀物,经抽滤、洗涤、烘干得前驱体,前驱体再经预烧和煅烧过程,在 1100°C 获得纯 YAG 相。

[0009] 以上文章和专利中,采用共沉淀法制备 YAG 粉体的过程中,都需要精确控制滴加速度及 pH 值等参量,且还需要辅助一些特殊的工艺来获得 YAG 粉体,工艺复杂,需控制变量多,不利于 YAG 粉体的工业化生产。如果能够简化工艺流程,减少控制参量,不仅可以大大降低生产成本,提升效率,而且还有助于提高产品的稳定性,使其更有利于实现工业化批量生产。

发明内容

[0010] 本发明所要解决的技术问题是,提供一种钇铝石榴石纳米粉体的制备方法,制备的 YAG 粉体具有良好的稳定性。

[0011] 本发明解决所述技术问题采用的技术方案是,

[0012] 钇铝石榴石纳米粉体的制备方法,其特征在于,包括下述步骤:

[0013] 1) 以分析纯的 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 NH_4HCO_3 为原料,分别配置 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 水溶液、 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 水溶液和 NH_4HCO_3 水溶液,其中钇和铝的硝酸盐溶液浓度符合 $[\text{Y}^{3+}]:[\text{Al}^{3+}]=3:5$,且浓度分别为 $[\text{Y}^{3+}]=0.03 \sim 0.15\text{mol/L}$ 、 $[\text{Al}^{3+}]=0.05 \sim 0.25\text{mol/L}$, $[\text{NH}_4\text{HCO}_3]=1.00 \sim 2.00\text{mol/L}$;

[0014] 2) 分别量取等体积钇和铝的硝酸盐溶液混合均匀,密封后在 $0 \sim 100^\circ\text{C}$ 下搅拌至恒温,并维持搅拌状态待用;

[0015] 3) 量取与步骤 2) 中铝的硝酸盐溶液等体积的 NH_4HCO_3 溶液,并加入占总原料质量比 $0.1 \sim 1.0\text{wt}\%$ 的十二烷基苯磺酸做分散剂,搅拌均匀后待用;“总原料质量”是指步骤 1) 中分析纯的 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 NH_4HCO_3 的质量之和。

[0016] 4) 将步骤 3) 获得的混合沉淀剂溶液一次性注入步骤 2) 的混合原料溶液中,在注入的同时伴以剧烈搅拌;

[0017] 5) 将步骤 4) 获得的反应溶液继续剧烈搅拌 $2 \sim 6\text{h}$,陈化形成乳白色胶状沉淀溶液;

[0018] 6) 将步骤 5) 获得的乳白色胶状沉淀溶液超声处理 $1 \sim 3\text{h}$;

[0019] 7) 将步骤 6) 获得的沉淀真空抽滤,并用去离子水和乙醇各冲洗 $2 \sim 5$ 次;

[0020] 8) 将步骤 7) 获得的沉淀在 80°C 条件下干燥 $12 \sim 24\text{h}$ 后,研磨过筛待用;

[0021] 9) 将步骤 8) 所获得 YAG 前驱体粉体在空气气氛中于 700~1200℃之间煅烧 2~6h, 得到所需 YAG 纳米粉体。

[0022] 进一步的, 步骤 1) 中, 三种溶液的浓度分别为: $[Y^{3+}] = 0.09\text{mol/L}$ 、 $[Al^{3+}] = 0.15\text{mol/L}$, $[NH_4HCO_3] = 1.00 \sim 2.00\text{mol/L}$ 。

[0023] 三种溶液为去离子水溶液。

[0024] 本发明的有益效果在于:

[0025] 1) 减少了工艺控制参量, 从而简化了工艺操作流程, 提高了效率;

[0026] 2) 由于反应处于较低的水浴环境中, 降低了环境温度变化对实验的影响, 加之工艺控制参数减少, 从而有助于提升产品的稳定性;

[0027] 3) 本工艺制备的 YAG 前驱体在 800℃煅烧即获得 YAG 结晶相, 在 900℃煅烧获得纯相 YAG, 降低了粉体的烧结温度;

[0028] 4) 该工艺简单易操作, 无须真空干燥、冷冻干燥等特殊设备, 且原料均为分

[0029] 析纯, 成本低且易获取, 对环境污染小, 符合工业化生产要求。

附图说明

[0030] 图 1 是实施例 3 所制备前驱体在不同温度下煅烧 2h 所获产物的 XRD 图谱;

[0031] 图 2 是实施例 1、实施例 2、实施例 3、实施例 4 在 800℃下煅烧 2h 所获产物的 XRD 图谱;

[0032] 图 3 是实施例 1、实施例 2、实施例 3、实施例 4 在 900℃下煅烧 2h 所获产物的 XRD 图谱;

[0033] 图 4 是实施例 3 所制备前驱体在 800℃、900℃、1000℃下煅烧 2h 所获 YAG 纳米粉体 SEM 图。

具体实施方式

[0034] 本发明是对传统共沉淀法制备 YAG 粉体工艺的改进, 通过对工艺条件的优化改进, 将共沉淀法的加料方式由滴加改为了—次性注入, 省去对滴加速度及 pH 值等参量的监控, 同时整个反应体系处于较低的水浴环境中, 不仅有利于获得性能优异的纳米粉体, 还大大降低了环境温度变化对实验的影响, 从而保证了产品的稳定性。并且通过该方法制备的 YAG 前驱体在 800℃煅烧即获得 YAG 结晶相, 在 900℃煅烧获得纯相 YAG。

[0035] 本发明采用的技术方案步骤如下:

[0036] 1) 以分析纯的 $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 、 $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ 和 NH_4HCO_3 为原料, 分别精确称取一定质量的 $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 、 $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ 和 NH_4HCO_3 用去离子水配制成溶液, 其中钇和铝的硝酸盐溶液浓度严格按 $[Y^{3+}]:[Al^{3+}] = 3:5$, 且他们的浓度分别为 $[Y^{3+}] = 0.03 \sim 0.15\text{mol/L}$ 、 $[Al^{3+}] = 0.05 \sim 0.25\text{mol/L}$, $[NH_4HCO_3] = 1.00 \sim 2.00\text{mol/L}$;

[0037] 2) 分别量取等体积钇和铝的硝酸盐溶液混合均匀, 密封后在 0~100℃下搅拌至恒温, 并维持搅拌状态待用;

[0038] 3) 量取与步骤 2) 等体积 NH_4HCO_3 溶液, 并加入占总原料质量比 0.1~1.0wt% 的十二烷基苯磺酸 ($C_{18}H_{30}SO_3$) 做分散剂, 搅拌均匀后待用;

[0039] 4) 将步骤 3) 获得的混合沉淀剂溶液—次性注入步骤 2) 的混合原料溶液中, 在注

入的同时伴以剧烈搅拌；

[0040] 5) 将步骤4)获得的反应溶液继续剧烈搅拌 2~6h, 陈化形成乳白色胶状沉淀溶液；

[0041] 6) 将步骤5)获得的乳白色胶状沉淀溶液继续超声处理 1~3h；

[0042] 7) 将步骤6)获得的沉淀真空抽滤, 并用去离子水和乙醇各冲洗 2~5 次；

[0043] 8) 将步骤7)获得的沉淀在鼓风干燥箱中于 80℃条件下干燥 12~24h 后, 置于陶瓷研钵中研磨过筛待用；

[0044] 9) 将步骤8)所获得 YAG 前驱体粉体在空气气氛中于 700~1200℃之间煅烧 2~6h, 得到所需 YAG 纳米粉体。

[0045] 实施例 1

[0046] 精确称取一定质量的 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 NH_4HCO_3 用去离子水配制成溶液, 浓度分别为 $[\text{Y}^{3+}] = 0.09\text{mol/L}$ 、 $[\text{Al}^{3+}] = 0.15\text{mol/L}$ 、 $[\text{NH}_4\text{HCO}_3] = 1.92\text{mol/L}$ ；分别量取 250ml $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 、 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$ 溶液混合均匀, 密封后置于 0℃冰浴条件下搅拌预冷至恒温, 并维持搅拌状态待用；量取 250ml NH_4HCO_3 溶液, 并往其中加入占总原料质量比 0.1wt% 的十二烷基苯磺酸 ($\text{C}_{18}\text{H}_{30}\text{SO}_3$), 搅拌均匀后待用；将 NH_4HCO_3 与 $\text{C}_{18}\text{H}_{30}\text{SO}_3$ 的均混溶液一次性注入剧烈搅拌的钇和铝的硝酸盐均混溶液中, 密封后于冰浴中继续剧烈搅拌 4h, 陈化形成乳白色胶状沉淀溶液；将获得的乳白色胶状沉淀溶液继续超声处理 1h；将超声处理后的沉淀溶液真空抽滤, 并用去离子水和乙醇各冲洗 3 次；将获得的白色沉淀在鼓风干燥箱中于 80℃条件下干燥 12h；将干燥得到的 YAG 前驱体粉体置于陶瓷研钵中研磨过 200 目筛；将最终所获得 YAG 前驱体粉体在空气气氛中分别于 800℃、900℃煅烧 2h, 得到所需 YAG 纳米粉体。

[0047] 实施例 2

[0048] 精确称取一定质量的 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 NH_4HCO_3 用去离子水配制成溶液, 浓度分别为 $[\text{Y}^{3+}] = 0.09\text{mol/L}$ 、 $[\text{Al}^{3+}] = 0.15\text{mol/L}$ 、 $[\text{NH}_4\text{HCO}_3] = 1.92\text{mol/L}$ ；分别量取 250ml $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 、 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$ 溶液, 在室温 (约 25℃) 条件下密封后搅拌混合均匀, 并维持搅拌状态待用；量取 250ml NH_4HCO_3 溶液, 并往其中加入占总原料质量比 0.1wt% 的十二烷基苯磺酸 ($\text{C}_{18}\text{H}_{30}\text{SO}_3$), 搅拌均匀后待用；将 NH_4HCO_3 与 $\text{C}_{18}\text{H}_{30}\text{SO}_3$ 的均混溶液一次性注入剧烈搅拌的钇和铝的硝酸盐均混溶液中, 密封后继续剧烈搅拌 4h, 陈化形成乳白色胶状沉淀溶液；将获得的乳白色胶状沉淀溶液继续超声处理 1h；将超声处理后的沉淀溶液真空抽滤, 并用去离子水和乙醇各冲洗 3 次；将获得的白色沉淀在鼓风干燥箱中于 80℃条件下干燥 12h；将干燥得到的 YAG 前驱体粉体置于陶瓷研钵中研磨过 200 目筛；将最终所获得 YAG 前驱体粉体在空气气氛中分别于 800℃、900℃煅烧 2h, 得到所需 YAG 纳米粉体。

[0049] 实施例 3

[0050] 精确称取一定质量的 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 NH_4HCO_3 用去离子水配制成溶液, 浓度分别为 $[\text{Y}^{3+}] = 0.09\text{mol/L}$ 、 $[\text{Al}^{3+}] = 0.15\text{mol/L}$ 、 $[\text{NH}_4\text{HCO}_3] = 1.92\text{mol/L}$ ；分别量取 250ml $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 、 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$ 溶液混合均匀, 密封后置于 50℃水浴条件下搅拌预热至恒温, 并维持搅拌状态待用；量取 250ml NH_4HCO_3 溶液, 并往其中加入占总原料质量比 0.1wt% 的十二烷基苯磺酸 ($\text{C}_{18}\text{H}_{30}\text{SO}_3$), 搅拌均匀后待用；将 NH_4HCO_3 与 $\text{C}_{18}\text{H}_{30}\text{SO}_3$ 的均混溶液一次性注入剧烈搅拌的钇和铝的硝酸盐均混溶液中, 密封后于水浴中继续剧烈搅拌 4h, 陈化形成乳白色胶状沉淀溶液；将获得的乳白色胶状沉淀溶液继续超声处理 1h；将超声处理后的沉淀溶液真空抽滤, 并用去离子水和乙醇各冲洗 3 次；将获得的白色沉淀在鼓风干燥箱中于 80℃条件

下干燥 12h ;将干燥得到的 YAG 前驱体粉体置于陶瓷研钵中研磨过 200 目筛 ;将最终所获得 YAG 前驱体粉体在空气气氛中分别于 700℃、800℃、900℃、1000℃煅烧 2h,得到所需 YAG 纳米粉体。

[0051] 实施例 4

[0052] 精确称取一定质量的 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 NH_4HCO_3 用去离子水配制成溶液,浓度分别为 $[\text{Y}^{3+}]=0.09\text{mol/L}$ 、 $[\text{Al}^{3+}]=0.15\text{mol/L}$, $[\text{NH}_4\text{HCO}_3]=1.92\text{mol/L}$;分别量取 250ml $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 、 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$ 溶液混合均匀,密封后置于 75℃水浴条件下搅拌预热至恒温,并维持搅拌状态待用 ;量取 250ml NH_4HCO_3 溶液中,并往其中加入占总原料质量比 0.1wt%的十二烷基苯磺酸 ($\text{C}_{18}\text{H}_{30}\text{SO}_3$),搅拌均匀后待用 ;将 NH_4HCO_3 与 $\text{C}_{18}\text{H}_{30}\text{SO}_3$ 的均混溶液一次性注入剧烈搅拌的钇和铝的硝酸盐均混溶液中,密封后于水浴中继续剧烈搅拌 4h,陈化形成乳白色胶状沉淀溶液 ;将获得的乳白色胶状沉淀溶液继续超声处理 1h ;将超声处理后的沉淀溶液真空抽滤,并用去离子水和乙醇各冲洗 3 次 ;将获得的白色沉淀在鼓风干燥箱中于 80℃条件下干燥 12h ;将干燥得到的 YAG 前驱体粉体置于陶瓷研钵中研磨过 200 目筛 ;将最终所获得 YAG 前驱体粉体在空气气氛中分别于 800℃、900℃煅烧 2h,得到所需 YAG 纳米粉体。

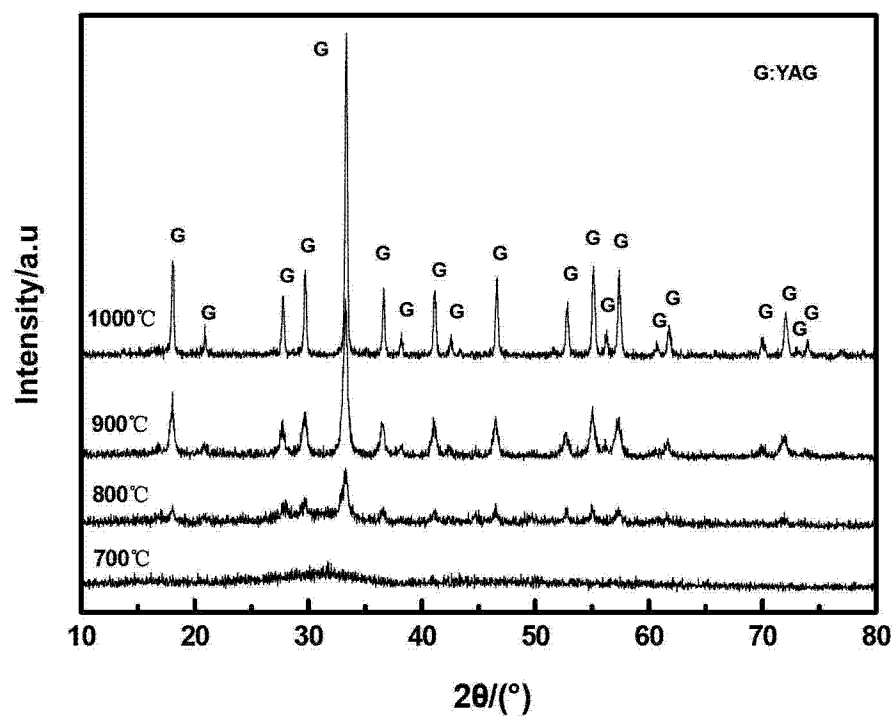


图 1

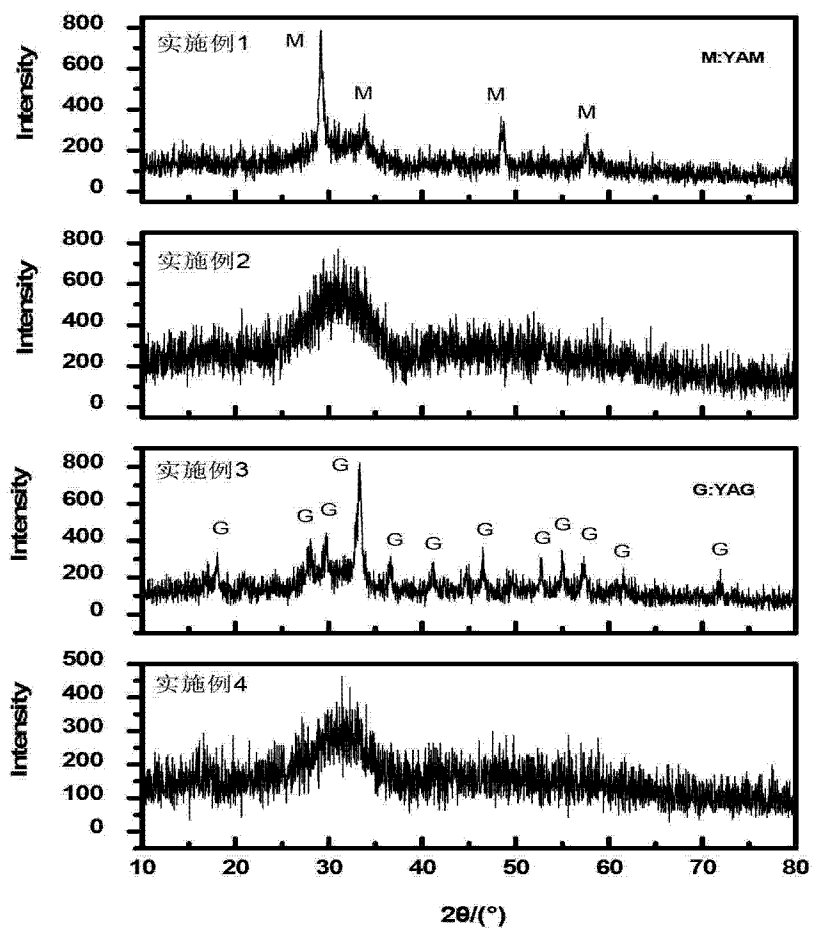


图 2

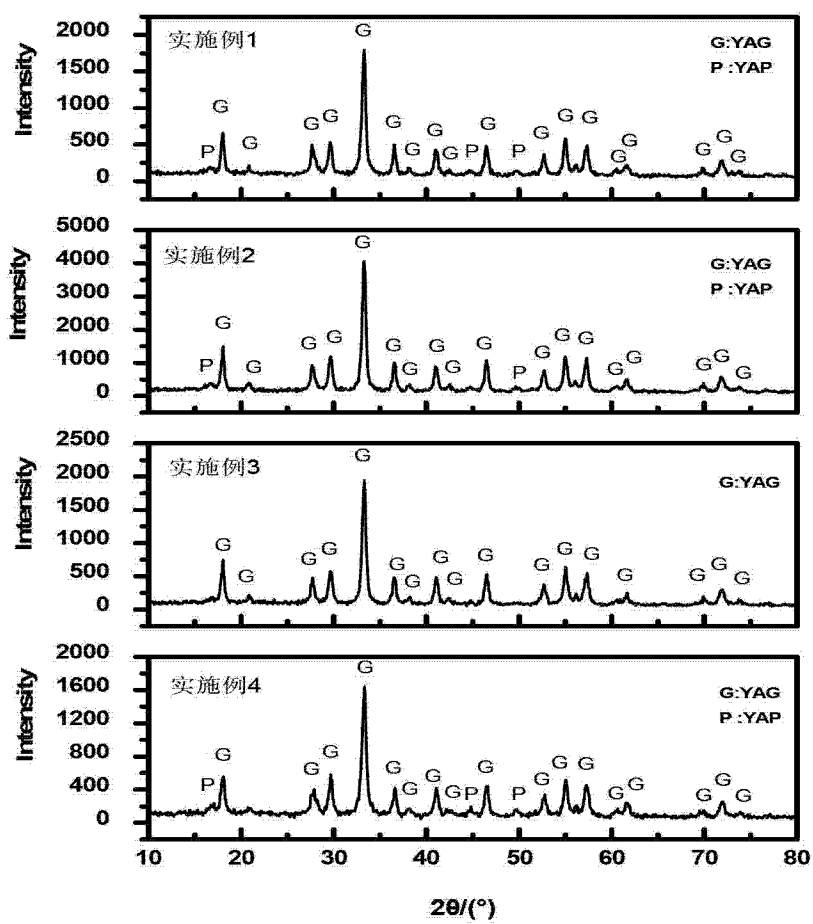


图 3

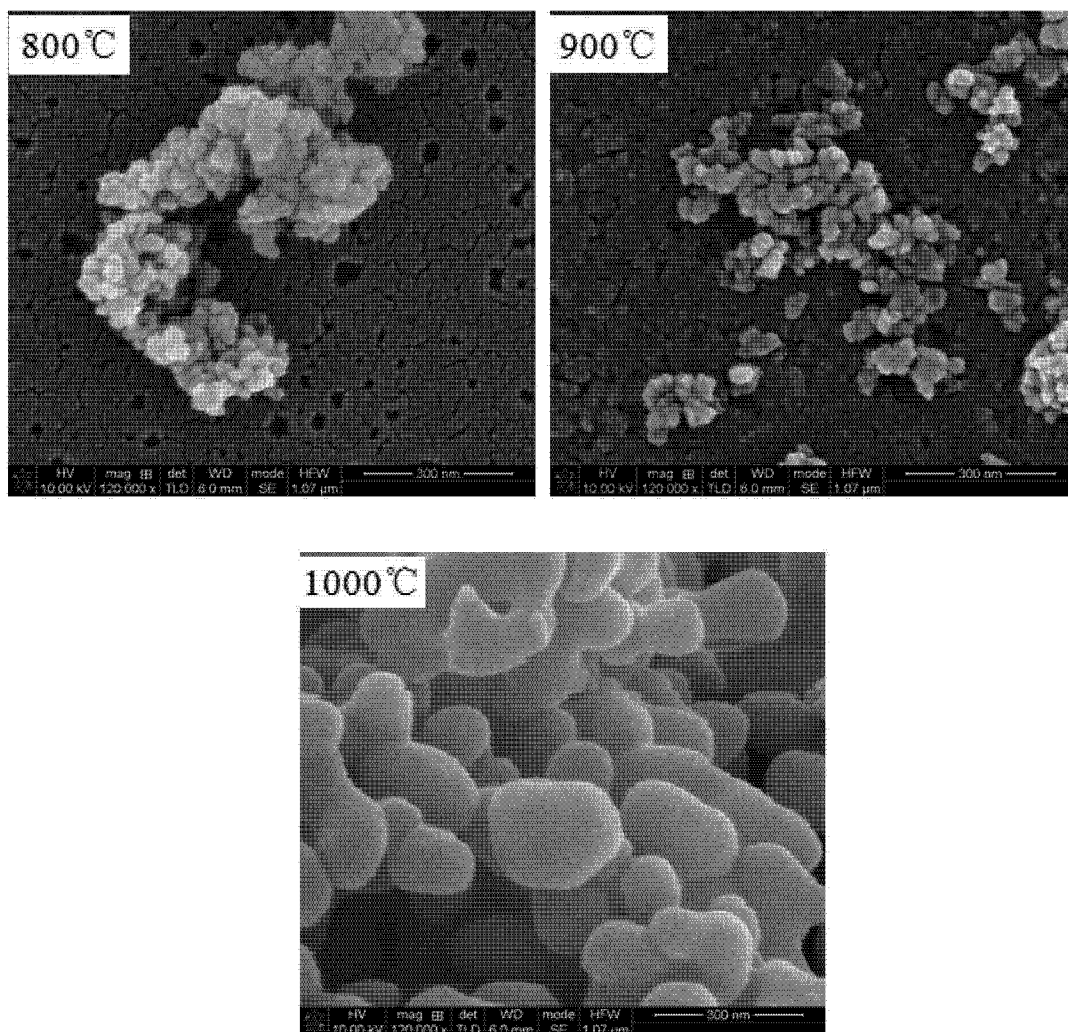


图 4