

文章编号:1000-7032(2013)04-0416-05

EDTA 络合溶胶-凝胶法制备 $Y_2O_2S:Eu^{3+}, Mg^{2+}, Ti^{4+}$ 红色长余辉材料

崔彩娥^{1,2}, 雷 星¹, 黄 平^{1*}, 王 磊¹, 杨 帆¹

(1. 太原理工大学 物理与光电工程学院, 山西 太原 030024; 2. 太原理工大学 测量控制技术研究所, 山西 太原 030024)

摘要: 采用 EDTA(乙二胺四乙酸)络合溶胶-凝胶法制备了 $Y_2O_2S:Eu^{3+}, Mg^{2+}, Ti^{4+}$ 粉体。采用 X 射线衍射仪、扫描电子显微镜和荧光分光光度计对不同温度合成的样品性能进行测试与表征。结果表明:当硫化温度低于 1 000 °C 时,样品为 Y_2O_3 与 Y_2O_2S 的混合相;当温度在 1 050 ~ 1 100 °C 时,样品为纯相的 Y_2O_2S ;当温度升高到 1 150 °C 时,再次出现 Y_2O_3 的相。硫化温度在 950 ~ 1 100 °C 时,产物的粒径为 50 ~ 300 nm。用波长为 330 nm 的紫外光激发样品时,626 nm 处的发射对应于 Eu^{3+} 的 $^5D_0-^7F_2$ 跃迁。硫化温度为 1 100 °C 时,样品的余辉时间最佳,为 95 min (≥ 1 mcd/m²)。相比于以乙酰丙酮为络合剂的溶胶-凝胶法,EDTA 络合溶胶-凝胶法制备的样品的发光性能具有较大提高。

关键词: 红色长余辉; $Y_2O_2S:Eu^{3+}, Mg^{2+}, Ti^{4+}$; 溶胶-凝胶法; EDTA

中图分类号: O482.31 文献标识码: A DOI:10.3788/fjxb20133404.0416

Synthesis of Red Long Lasting Phosphors $Y_2O_2S:Eu^{3+}, Mg^{2+}, Ti^{4+}$ by EDTA Complexing Sol-gel Method

CUI Cai-e^{1,2}, LEI Xing¹, HUANG Ping^{1*}, WANG Lei¹, YANG Fan¹

(1. College of Physics and Optoelectronics, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China;

2. Observation and Control Technology Research Institute, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

* Corresponding Author, E-mail: huangpinghuangka@163.com

Abstract: The red long-lasting phosphor $Y_2O_2S:Eu^{3+}, Mg^{2+}, Ti^{4+}$ was synthesized by sol-gel method using EDTA as complexing agent. XRD, SEM and spectra fluorophotometer technique were used to investigate the performance of samples synthesized at different temperatures. When the sulfuretted temperature is below 1 000 °C, the product is a mixture of Y_2O_3 and Y_2O_2S . The pure phase of Y_2O_2S is obtained when the temperature is 1 050 ~ 1 100 °C. When the temperature rises to 1 150 °C, the phase of Y_2O_3 appears again. When the temperature is 950 ~ 1 100 °C, the size of particle is about 50 ~ 300 nm. From the spectrum, the main emission peak lies at 626 nm under the 330 nm excitation, which is ascribed to the transition of Eu^{3+} from 5D_0 to 7F_2 . The optimal afterglow time of the sample is 95 min (≥ 1 mcd/m²) when the sulfurization temperature was 1 100 °C. Compared with sol-gel method using acetyl acetone as complexing agent, the afterglow properties of samples synthesized by sol-gel method using EDTA as complexing agent have been greatly improved.

Key words: red long-lasting; $Y_2O_2S:Eu^{3+}, Mg^{2+}, Ti^{4+}$; sol-gel method; EDTA

收稿日期: 2012-11-23; 修订日期: 2013-02-08

基金项目: 国家自然科学基金(51072128); 山西省攻关项目(20110321040-01); 山西省优秀青年学术带头人资助项目(20110001)

作者简介: 崔彩娥(1965-), 女, 山西太原人, 主要从事长余辉发光材料的研究。

E-mail: tytgejy@sina.com

1 引言

长余辉发光材料是一种光致发光材料,可以在紫外光、可见光的激发下将能量储存起来,再以光的形式把能量放出来。该类材料在道路标识、紧急照明、光学标记、安全指示灯等领域获得了广泛的应用^[1-3]。目前,绿色和蓝色长余辉材料已得到广泛的应用^[4-5],但红色长余辉材料的性能还达不到实际应用的要求,因此成为近期研究的焦点^[6-7]。目前发现的红色长余辉材料体系有钛酸盐^[8]、铝酸盐^[9]和硫氧化物等,而 $Y_2O_3:S:Eu^{3+},Mg^{2+},Ti^{4+}$ 是目前已发现的体系中余辉性能最好的。自1999年Murazaki发现以来,其合成方法得到了深入的研究^[11-13],通常是采用高温固相法^[11]、水热法^[14]、共沉淀法^[15]及溶胶-凝胶法(Sol-gel)^[16]。溶胶-凝胶法制备的产物分散均匀,尺寸为纳米级,因而成为研究的热点。

本课题组曾以乙酰丙酮(Hacac)为络合剂^[16],用溶胶-凝胶法制备了 $Y_2O_3:S:Eu^{3+},Mg^{2+},Ti^{4+}$ 。由于乙酰丙酮对金属离子的络合能力不强,导致形成的络合物不稳定,样品的合成温度高,余辉性能不理想。乙二胺四乙酸(EDTA)由于其配位原子能与大多数金属离子形成稳定的络合物,且能在碱性溶液中稳定存在,因而大大提高了对金属离子的络合能力,使这些离子相互分散、均匀混合,从而使得样品在形成过程中不易发生团聚,样品的合成温度降低。为此本文用EDTA络合溶胶-凝胶法制备了 $Y_2O_3:S:Eu^{3+},Mg^{2+},Ti^{4+}$ 纳米晶粒,并对其发光性能进行了研究。

2 实验

按照 $Y_2O_3:S:Eu_{0.06}^{3+},Mg_{0.02}^{2+},Ti_{0.02}^{4+}$ 的化学计量比称量 Y_2O_3 、 Eu_2O_3 、 $Mg(OH)_2 \cdot 4MgCO_3 \cdot 5H_2O$ 和钛酸丁酯,将 Y_2O_3 、 Eu_2O_3 和 $Mg(OH)_2 \cdot 4MgCO_3 \cdot 5H_2O$ 溶于稀硝酸中,得到金属硝酸盐溶液。按 $n(\text{金属离子}):n(\text{EDTA})=1:1.1$ 称取EDTA,将EDTA溶解到氨水溶液中形成EDTA氨水溶液。将EDTA氨水溶液与金属硝酸盐溶液混合,在80℃下搅拌至溶液澄清。再向该溶液中加入按上述化学计量比量取的钛酸丁酯,然后向溶液中缓慢滴加氨水至使钛酸丁酯完全溶解,继续在80℃下搅拌6h,即可得乳白色的湿凝胶。将湿凝胶放入烘干箱中,在160℃烘干5h得干凝

胶,将干凝胶在600℃煅烧2h,待自然冷却后可得到 $Y_2O_3:S:Eu^{3+},Mg^{2+},Ti^{4+}$ 前驱体。将装有前驱体的小坩埚置于混有碳粉和硫粉的大坩埚中,两坩埚分别加盖密封后放入马弗炉中,以6℃/min的升温速率分别升温至950~1150℃,恒温2h,自然冷却得到红色长余辉发光材料 $Y_2O_3:S:Eu^{3+},Mg^{2+},Ti^{4+}$ 粉体。

采用DX-2500X射线衍射仪测定样品的物相,辐射源为Cu靶K α 射线($\lambda=1.5405\text{ nm}$),管电压40kV,管电流100mA,扫描步长0.02°,测试范围为15°~75°。用扫描电子显微镜(S-4800)观测样品形貌。采用荧光分光光度计(F-280型)测试样品的激发和发射光谱。测试激发光谱时,激发狭缝为2nm,发射狭缝为10nm;测试发射光谱时,激发狭缝为10nm,发射狭缝为2nm。用照度计(ST-86LA型)配合秒表测量样品的余辉时间和余辉亮度($\geq 1\text{ mcd/m}^2$)。

3 结果与讨论

3.1 XRD分析

图1为不同烧结温度下样品的XRD图。将样品的XRD图与标准JCPDS卡对比发现:干凝胶在600℃生成立方相的 Y_2O_3 前驱体;烧结温度在950~1000℃时,样品的物相为 Y_2O_3 和 Y_2O_3S 的混合相;当温度达到1050~1100℃时,

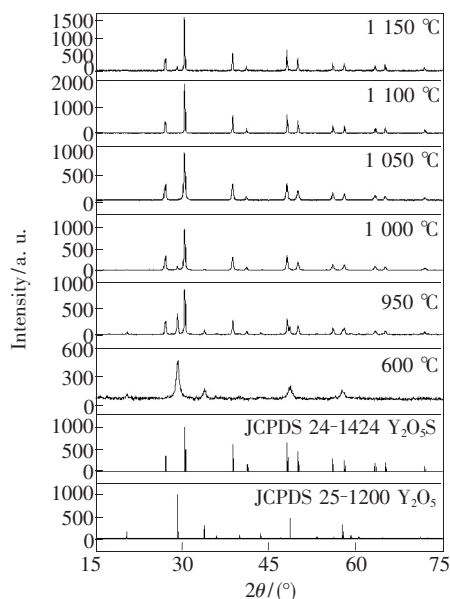


图1 不同烧结温度下 $Y_2O_3:S:Eu^{3+},Mg^{2+},Ti^{4+}$ 的XRD图

Fig. 1 The XRD patterns of $Y_2O_3:S:Eu^{3+},Mg^{2+},Ti^{4+}$ calcined at different temperatures

样品的物相为 Y_2O_2S 的纯相;当温度继续上升到 $1\ 150\ ^\circ\text{C}$ 时,又逐渐出现了 Y_2O_3 的峰,这是由于温度过高时,部分 Y_2O_2S 分解生成了 Y_2O_3 。可见, $1\ 050\sim 1\ 100\ ^\circ\text{C}$ 的烧结温度有利于样品生成 Y_2O_2S 。掺杂离子未改变 Y_2O_2S 的主晶格结构。以乙酰丙酮为络合剂的溶胶-凝胶法制备 $Y_2O_2S:Eu^{3+},Mg^{2+},Ti^{4+}$,在 $1\ 200\ ^\circ\text{C}$ 才生成纯相的 Y_2O_2S ^[16]。对比可知,采用 EDTA 络合溶胶-凝胶法制备 Y_2O_2S 纯相样品的反应温度降低了 $100\sim 150\ ^\circ\text{C}$ 。

3.2 SEM 分析

图 2 为不同烧结温度下 $Y_2O_2S:Eu^{3+},Mg^{2+},Ti^{4+}$ 晶粒的 SEM 图。从图中可以看出,当烧结温度为 $950\sim 1\ 150\ ^\circ\text{C}$ 时,样品均匀分散,且颗粒的大小随着温度的升高而逐渐变大。 $950\sim 1\ 100\ ^\circ\text{C}$,颗粒基本保持球状;当温度达到 $1\ 150\ ^\circ\text{C}$ 时,部分颗粒变成片状结构。烧结温度为 $950\ ^\circ\text{C}$ 时,纳米颗粒的直径大约在 $50\ \text{nm}$,且分散均匀;烧结温度在 $1\ 000\ ^\circ\text{C}$ 时,纳米颗粒的直径在 $100\ \text{nm}$ 左右;烧结温度在 $1\ 050\ ^\circ\text{C}$ 时,颗粒的直径约为 $200\ \text{nm}$;

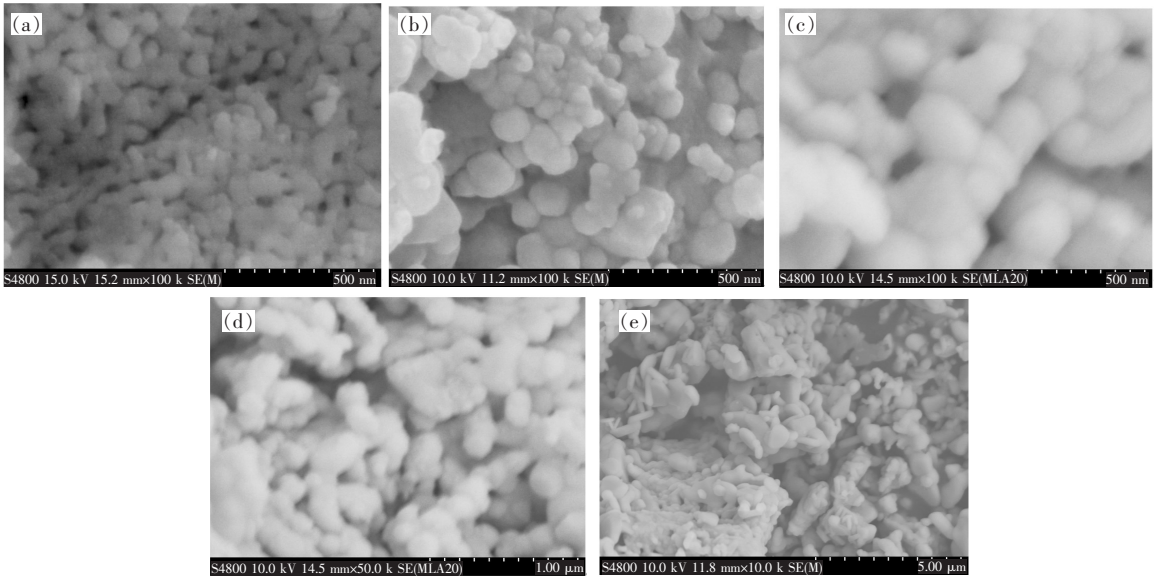


图 2 不同烧结温度下样品的 SEM 图。(a) $950\ ^\circ\text{C}$; (b) $1\ 000\ ^\circ\text{C}$; (c) $1\ 050\ ^\circ\text{C}$; (d) $1\ 100\ ^\circ\text{C}$; (e) $1\ 150\ ^\circ\text{C}$ 。

Fig. 2 The morphology of the samples calcined at $950\ ^\circ\text{C}$ (a), $1\ 000\ ^\circ\text{C}$ (b), $1\ 050\ ^\circ\text{C}$ (c), $1\ 100\ ^\circ\text{C}$ (d), and $1\ 150\ ^\circ\text{C}$ (e).

烧结温度在 $1\ 100\ ^\circ\text{C}$ 时,颗粒的直径约为 $300\ \text{nm}$;烧结温度在 $1\ 150\ ^\circ\text{C}$ 时,部分颗粒团聚成片状结构。

3.3 激发与发射光谱分析

图 3 为不同烧结温度下 $Y_2O_2S:Eu^{3+},Mg^{2+},Ti^{4+}$ 的激发光谱,监测波长为 $626\ \text{nm}$ 。在激发光谱中, $260\ \text{nm}$ 左右的激发峰对应 Eu^{3+} 的 $Eu^{3+}-O^{2-}$ 跃迁, $330\ \text{nm}$ 左右的激发峰对应 Eu^{3+} 的 $Eu^{3+}-S^{2-}$ 跃迁^[17]。图中另外 3 个相对弱的峰位于 $397, 469, 540\ \text{nm}$,它们都属于 Eu^{3+} 的 $4f-4f$ 的跃迁吸收。样品主激发峰的强度随着烧结温度的升高而增大,当温度达到 $1\ 150\ ^\circ\text{C}$ 时,激发峰的强度达到最大。从图中还可以看出,当温度逐渐降低时,主激发峰的位置向左发生了蓝移(从 $340\ \text{nm}$ 到 $330\ \text{nm}$, $264\ \text{nm}$ 到 $260\ \text{nm}$),这是由于量子尺寸效应引起的。当烧结温度较低时,样品的颗

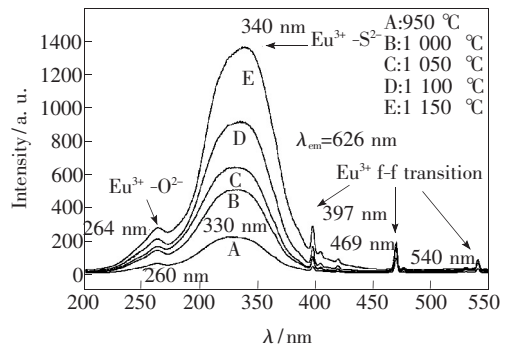


图 3 不同烧结温度下 $Y_2O_2S:Eu^{3+},Mg^{2+},Ti^{4+}$ 的激发光谱

Fig. 3 The excitation spectra of $Y_2O_2S:Eu^{3+},Mg^{2+},Ti^{4+}$ calcined at different temperatures

粒尺寸较小,使电子的能量较高,能量间隙较宽,因此只有激发峰向短波长的方向移动才能有更高的能量来激发^[18]。而在 $397, 469, 540\ \text{nm}$ 处的激

发峰没有发生蓝移或红移,说明量子尺寸效应只对 Eu^{3+} 的 $Eu^{3+}-O^{2-}$ 和 $Eu^{3+}-S^{2-}$ 跃迁有影响,对 Eu^{3+} 的 $4f-4f$ 跃迁没有影响。

图4为不同烧结温度下样品的发射光谱图,激发波长为330 nm。样品的发射峰较多,都对应于 Eu^{3+} 的 ${}^5D_0 \rightarrow {}^7F_j, {}^5D_1 \rightarrow {}^7F_j, {}^5D_2 \rightarrow {}^2F_j (j=1, 2, 3, 4)$ 跃迁,样品的主发射峰位于626 nm和616 nm处,对应于 ${}^5D_0 \rightarrow {}^7F_2$ 跃迁^[12]。从图中还可以看出,发射峰随着温度的升高而变大,在1150 °C时达到最大。在烧结温度较低时,发射峰的强度较小,这是因为在较低烧结温度下, Eu^{3+} 进入基质晶格中的固溶扩散程度较低,而且硫化后的产物混有少量的 $Y_2O_3:Eu^{3+}$,但此时在发射光谱中没有 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 的发射峰(611 nm),可能是因为 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 的激发光波长的范围为220~290 nm^[19],而实验中所用的激发波长为330 nm,超出了这个范围,从而不能有效地激发 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 。随着样品烧结温度的升高,样品为纯相的 Y_2O_2S ,同时烧结温度也能促进 Eu^{3+} 在基质晶格中的固溶扩散,发射峰的强度增大。因此,只有在合适的烧结温度下,才能有利于生成 $Y_2O_2S:Eu^{3+}, Mg^{2+}, Ti^{4+}$,而且也有利于 Eu^{3+} 进入基质晶格中充当发光中心。

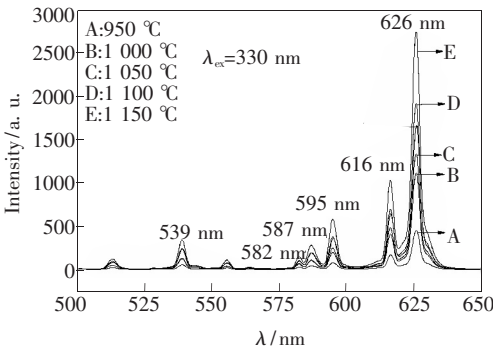


图4 不同烧结温度下 $Y_2O_2S:Eu^{3+}, Mg^{2+}, Ti^{4+}$ 的发射光谱

Fig.4 The excitation spectra of $Y_2O_2S:Eu^{3+}, Mg^{2+}, Ti^{4+}$ calcined at different temperatures

3.4 余辉性能

图5是在不同烧结温度下制备的 $Y_2O_2S:Eu^{3+}, Mg^{2+}, Ti^{4+}$ 的余辉时间图。可以看出,从950 °C到1100 °C,随着温度的升高,样品的余辉初始亮度和余辉时间逐渐增加;当温度升到1100 °C时,余辉初始亮度和余辉时间达到最大值,分别为5060 mcd/m^2 和95 min ($\geq 1 mcd/m^2$);温度继续升高,余辉初始强度和余辉时间都反而降低,

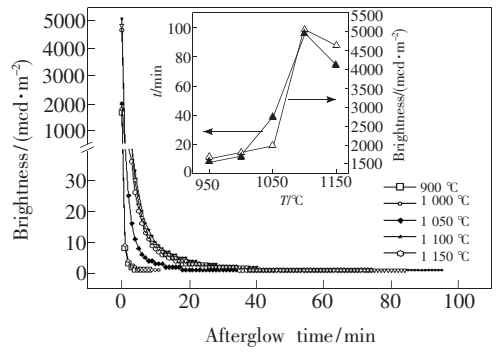


图5 不同烧结温度下 $Y_2O_2S:Eu^{3+}, Mg^{2+}, Ti^{4+}$ 的余辉时间(插图表示不同烧结温度下的初始亮度和余辉时间)

Fig.5 The afterglow decay curves of $Y_2O_2S:Eu^{3+}, Mg^{2+}, Ti^{4+}$ calcined at different temperatures (the inset picture shows the initial intensity and afterglow time with different calcination temperatures)

这是因为温度过高时,部分 $Y_2O_2S:Eu^{3+}, Mg^{2+}, Ti^{4+}$ 分解生成 $Y_2O_3:Eu^{3+}, Mg^{2+}, Ti^{4+}$ 。从文献^[16]的图6中可以看出,以乙酰丙酮为络合剂在1200 °C制备样品的余辉时间最佳,为40 min。以乙酰丙酮为络合剂制备样品,合成温度较高,余辉性能不够理想。而EDTA对金属离子的络合能较强,使金属离子混合更加均匀, Eu^{3+}, Mg^{2+} 和 Ti^{4+} 也能更好地扩散到基质晶格中,所以反应温度比以乙酰丙酮为络合剂制备样品的反应温度降低了100 °C左右,余辉时间也得到了很大的提高。

余辉的产生是由于掺杂离子在基质中形成了陷阱能级。掺杂的金属离子(M^{2+} 和 N^{4+})与 Y^{3+} 之间存在化合价差异,当掺杂离子 M^{2+} 取代 Y^{3+} 时会产生间隙离子($3M^{2+} \rightarrow 2Y^{3+}$),形成空穴陷阱;同时, N^{4+} 取代 Y^{3+} 时会产生离子空穴位($3N^{4+} \rightarrow 4Y^{3+}$),形成电子陷阱。在紫外光的激发下,价带中(Y_2O_2S)的电子被激发到激发态,从而价带中会产生空穴。在激发态的电子回到基态的过程中,一部分电子被电子陷阱捕获,价带中的空穴被空穴陷阱捕获。当紫外光停止激发后,被捕获的电子和空穴在热扰动作用下分别回到发光中心的激发态和基态,通过电子和空穴的复合产生余辉现象。

4 结 论

采用EDTA络合溶胶-凝胶法制备了 $Y_2O_2S:Eu^{3+}, Mg^{2+}, Ti^{4+}$ 红色长余辉发光材料。烧结温度为1050~1100 °C时,生成了纯相的 Y_2O_2S 。从950 °C到1100 °C,球状颗粒粒径随着烧结温

度的升高逐渐增大;而当温度升至 1 150 °C 时,部分球状颗粒变成了片状。样品的主激发峰随着烧结温度的降低而发生蓝移;用波长为 330 nm 的紫外光激发样品,不同烧结温度下样品的主发射峰(626 nm 和 616 nm)位置不发生变化,对应 Eu^{3+} 的 $^5\text{D}_0$ - $^7\text{F}_2$ 跃迁。当烧结温度为 1 100 °C

时,样品的余辉时间为 95 min,表现出最好的余辉性能。相比于以乙酰丙酮为络合剂,EDTA 络合溶胶-凝胶法制备的 $\text{Y}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Eu}^{3+},\text{Mg}^{2+},\text{Ti}^{4+}$ 红色长余辉发光材料合成温度降低了 100 °C,样品的分散性和均匀性很好,余辉性能也有很大提高。

参 考 文 献:

- [1] Yang Q, Liu Y L, Sha L, *et al.* Surface treatment of $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+},\text{Dy}^{3+}$ phosphors by comustion method [J]. *Chin. J. Lumin.* (发光学报), 2011, 32(9):864-868 (in Chinese).
- [2] Zeng H H, Zhou X M, Zhang L, *et al.* Synthesis and luminescence properties of a novel red long lasting phosphor $\text{Y}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Eu}^{3+},\text{Si}^{4+},\text{Zn}^{2+}$ [J]. *J. Alloys. Compd.*, 2008, 460(1):704-707.
- [3] Georgobiani A N, Gutan V B, Demin V I, *et al.* Luminescence and optical-memory model of $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+},\text{Dy}^{3+}$ and $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}:\text{Eu}^{2+},\text{Dy}^{3+}$ [J]. *Inorg. Mater.*, 2009, 45(11):1289-1294.
- [4] Deng J T, Feng W L, Zeng C, *et al.* Synthesis and luminescent properties of afterglow materials $\text{CaAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+},\text{Gd}^{3+}$ [J]. *Chin. J. Lumin.* (发光学报), 2012, 33(12):1315-1318 (in Chinese).
- [5] Gong Y, Wang M X, Ren J B, *et al.* Color Tunbale silicate long-lasting afterglow phosphors: $\text{Ba}_4(\text{Si}_3\text{O}_8)_2:\text{Eu}^{2+},\text{Ce}^{3+},\text{Dy}^{3+}$ [J]. *Chin. J. Lumin.* (发光学报), 2012, 33(9):973-978 (in Chinese).
- [6] Cui C E, Li J, Huang P, *et al.* Effect of different excitation monitoring wavelengths on emission spectrum of red long afterglow phosphor $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6:\text{Eu}^{2+},\text{Dy}^{3+}$ [J]. *Spectroscopy and Spectral Analysis* (光谱学与光谱分析), 2012, 32(1):65-68 (in Chinese).
- [7] Jiang Z Y, Liu X H, Jiao S H, *et al.* Combustion synthesis of nanocrystalline $\text{Y}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Eu}^{3+},\text{Mg}^{2+},\text{Ti}^{4+}$ red long-lasting phosphors using mixture fuel of thiourea and citric acid [J]. *Adv. Mater.*, 2013, 652/653/654(4):669-672.
- [8] Huang P, Wu Y Q, Cui C E, *et al.* Enhancement of luminescence and afterglow in $\text{Ca}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{TiO}_3:\text{Pr}^{3+}$ by Nb^{5+} substitution for Ti^{4+} [J]. *J. Rare Earths*, 2012, 30(2):100-104.
- [9] Xu C, Lu D Q, Jiang H F. Influence of different auxiliary activators doping on spectral properties of $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6:\text{Eu}^{2+}$ phosphors [J]. *Adv. Mater.*, 2012, 601(1):54-58.
- [10] Murazaki Y, Arai K, Ichinomiya K. A new long persistence red phosphor [J]. *Rare Earths Jpn.*, 1999, 35(1):41-45.
- [11] Deng S Q, Xue Z P, Liu Y L, *et al.* Synthesis and characterization of $\text{Y}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Eu}^{3+},\text{Mg}^{2+},\text{Ti}^{4+}$ hollow nanospheres *via* a template-free route [J]. *J. Alloys Compd.*, 2012, 542(1):207-212.
- [12] Ai P F, Li W Y, Xiao L Y, *et al.* Monodisperse nanospheres of yttrium oxysulfide: Synthesis, characterization, and luminescent properties [J]. *Ceram. Int.*, 2010, 36(7):2169-2174.
- [13] Li W Y, Liu Y L, Ai P F. Synthesis and luminescence properties of red long-lasting phosphor $\text{Y}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Eu}^{3+},\text{Mg}^{2+},\text{Ti}^{4+}$ nanoparticles [J]. *Mater. Chem. Phys.*, 2010, 119(1):52-56.
- [14] Ai P F, Liu Y L, Li W Y, *et al.* Synthesis and luminescent characterization of $\text{Y}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Eu}^{3+},\text{Mg}^{2+},\text{Ti}^{4+}$ nanotubes [J]. *Physica B*, 2010, 405(16):3360-3364.
- [15] Pu Y, Zhu D C, Ma M X, *et al.* Coprecipitation synthesis and luminescence properties of $(\text{Y}_{1-x-y},\text{Gd}_y)_2\text{O}_3:x\text{Eu}^{3+}$ red phosphors [J]. *Chin. J. Lumin.* (发光学报), 2012, 33(3):247-252 (in Chinese).
- [16] Cui C E, Liu D, Huang P, *et al.* Synthesis and luminescence properties of red long afterglow phosphor $\text{Y}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Eu}^{3+},\text{Mg}^{2+},\text{Ti}^{4+}$ by sol-gel process [J]. *J. Chin Ceram. Soc.* (硅酸盐学报), 2012, 40(9):1351-1355 (in Chinese).
- [17] Li W Y, Liu Y L, Ai P F, *et al.* Synthesis and characterization of $\text{Y}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Eu}^{3+},\text{Mg}^{2+},\text{Ti}^{4+}$ nanorods *via* a solvothermal routine [J]. *J. Rare Earths*, 2009, 27(6):895-899.
- [18] Peng T Y, Liu H J, Yang H P, *et al.* Synthesis of $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu},\text{Dy}$ phosphor nanometer powders by sol-gel processes and its optical properties [J]. *Mate. Chem. Phys.*, 2004, 85(1):68-72.
- [19] Hyoung S Y, Won B I, Sung W K, *et al.* Continuous nano-coating of $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$ phosphor shell on SiO_2 core particles and its photoluminescence properties [J]. *J. Lumin.*, 2010, 130(1):153-156.