

文章编号: 1000-7032(2009)02-0233-06

# Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> 纳米棒的微乳液-微波法 制备、表征与发光性能

庞 起<sup>1</sup>, 覃利琴<sup>2</sup>, 韩健鹏<sup>1</sup>, 石建新<sup>3</sup>, 龚孟濂<sup>3</sup>

(1. 玉林师范学院 化学与生物系, 广西 玉林 537000; 2. 广西师范大学化学 化工学院, 广西 桂林 541004;  
3. 光电材料与技术国家重点实验室 中山大学化学与化学工程学院, 广东 广州 510275)

**摘要:** 用简单的微乳液-微波法合成大小和形貌可控的 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> 纳米棒晶体。XRD 结果表明, 所制备样品为 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> 纯相, 属于体心立方晶系。TEM 结果表明, 随着水乳比  $\omega_0$  从 5 变化到 35 时, 粒子发光粉的形状由纳米颗粒状变为纳米棒, 纳米棒的直径约为 30~50 nm, 纳米棒长约为 200~300 nm。激发光谱和发射光谱分析表明, 最大的激发带是位于 254 nm 的 Eu<sup>3+</sup>-O<sup>2-</sup> 电荷迁移带。最大发射峰位于 611 nm, 属于 Eu<sup>3+</sup> 的特征发射。Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> 纳米发光粉的发光强度随着  $\omega_0$  的增加而增强。发光寿命分析表明 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> 纳米棒中 Eu<sup>3+</sup> 的发光寿命为 2.03 ms。在阴极射线发光真空装置中测得的 I-V 曲线表明 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> 纳米棒薄膜的启动电压仅 1 300 V。同时, 在 2 000 V 外加电压下可以清楚地观察到 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> 纳米棒的阴极射线发光为 Eu<sup>3+</sup> 离子的特征红光。

**关键词:** Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> 纳米棒; 微乳液-微波法; 光致发光

**中图分类号:** O482.31

**PACS:** 78.55.Hx

**PACC:** 3250F; 7855

**文献标识码:** A

## 1 引 言

立方 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> 是一种性能优异、广泛用于荧光灯、阴极射线管、场发射显示、电致发光显示和等离子体显示的红色发光粉。而且随着高分辨率、大屏幕平板电视的发展, 对纳米 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> 及其相关材料的研究倍受重视<sup>[1~17]</sup>。

Lee 等<sup>[11]</sup> 报道了微乳液制备 20~30 nm 的 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> 纳米微粒, 其低电压阴极射线发光强度大于体材料。预示纳米 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> 可成为 FED 的红色发光粉中具有应用潜力的发光材料。姚疆等<sup>[17]</sup>, 张慰萍等<sup>[5]</sup> 用燃烧合成法制备了立方相的纳米 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup>。近年来, 一维纳米结构材料(例如纳米线、纳米管、纳米棒)的合成引起了人们的极大兴趣<sup>[18~21]</sup>。这些至少有一维受到限制的体系为研究纳米材料的形态和维度对其光学、磁以及电子性质的影响提供了条件<sup>[22]</sup>。此外, 由于维度的减少而导致的优异性质可能使它们在一些领

域具有潜在的应用。Fang 等<sup>[23]</sup> 利用一种简易的水热合成方法, 从稀土氧化物开始, 通过简单水热过程制备稀土氢氧化物的一维纳米材料。然而, 由于缺乏对可控合成过程的普遍原理的理解, 合成指定的容易控制维度和尺寸的纳米结构材料依然是一个挑战。

本文使用新颖的微乳液-微波法合成颗粒尺寸及形貌可控的 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> 纳米棒, 讨论尺寸和形貌对发光性能的影响。对 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> 纳米发光粉阴极射线发光进行了初步的观测。用 X 射线粉末衍射仪(XRD)对合成的样品进行结构分析; 用透射电镜(TEM)观测粒子的大小和形貌; 用荧光分光光度计测定激发光谱、发射光谱和寿命。

## 2 实 验

### 2.1 试剂

环己烷(AR), 聚乙二醇辛基苯基醚(OP-10)(CP), 正丁醇(AR), 硝酸(AR), Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(99.9%)

收稿日期: 2008-08-25; 修订日期: 2008-11-24

基金项目: 广西自然科学基金(0640206); 广西教育厅科研项目(200505075); 广西高校百名中青年学科带头人资助计划(RC20060703019)资助项目

作者简介: 庞起(1975-), 女, 广西玉林人, 博士, 教授, 主要从事无机功能与纳米材料的研究。

E-mail: pqigx@163.com, Tel: (0775)2622316

(珠江冶炼厂),  $\text{Eu}_2\text{O}_3$  (99.9%) (珠江冶炼厂), 氨水 (AR),  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{In}_2\text{O}_3$ , 异丙醇, ITO 玻璃。

## 2.2 仪器与测试

JB-3 型定时恒温搅拌器(上海雷磁新泾仪器有限公司); TGL160 型超速离心机(上海安亭科学仪器厂); LG MS-2599SDTW 型微波炉(LG 电子天津电器有限公司); 马弗炉。用日本理学电机 D/Max-III A X 射线粉末衍射仪分析样品的结构( $\text{Cu K}\alpha = 0.154\ 03\ \text{nm}$ ); 用 JEM-2010(HR) 透射电子显微镜(日本株式会社)观测形貌; 用 AMINCD Bowman Series2 荧光光度计(美国 Spectronic 公司)测定激发光谱和发射光谱, FLS920 荧光分光光度计测定发光寿命。

在组装的阴极射线发光真空装置中, 以表面沉积有  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  纳米发光粉薄膜的 ITO 玻璃作为阳极, 钨丝作阴极, 在 2 mPa 真空下, 两电极之间施加直流偏压, 由 0, 100, 200, 300 V……逐步加到 5 000 V, 记录测得的电流和电压数值, 得到  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  纳米发光粉薄膜的  $I$ - $V$  曲线, 同时观察 ITO 玻璃表面  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  纳米发光粉薄膜发光情况。

## 2.3 纳米发光粉的合成

(1) 稀土硝酸盐溶液的配制: 称取一定量的  $\text{Y}_2\text{O}_3$  或  $\text{Eu}_2\text{O}_3$  置于 50 mL 的烧杯中, 加入一定量的蒸馏水, 搅拌使其充分混合, 慢慢滴加  $\text{HNO}_3$  (1:3 体积比), 加热至样品完全溶解, 继续加热至  $\text{pH} = 3.0 \sim 4.0$ , 然后转移至 50 mL 容量瓶中, 定容(浓度 0.50 mol/L)。

(2) 微乳液 A: 一定体积(3 mL, 10 mL 或 20 mL)的 0.50 mol·L<sup>-1</sup>的  $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$  和  $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3$  混合溶液( $\text{Eu}^{3+}$  掺杂浓度为 6%) / 20 mL OP 乳化剂 / 100 mL 环己烷 / 4 mL 异戊醇。

微乳液 B: 一定体积(3 mL, 10 mL 或 20 mL)的 25% 的氨水 / 20 mL OP 乳化剂 / 100 mL 环己烷 / 4 mL 异戊醇。

上述两种微乳液分别于室温磁力搅拌 15 min, 转速约为 3 000 r·min<sup>-1</sup>。

(3) 纳米颗粒和纳米棒的形成: 将微乳液 A 缓慢滴加到微乳液 B 中, 滴加完毕后继续搅拌 20 min, 放置 12 h, 离心分离下层絮状物, 所得的胶状物经用乙醇、水多次洗涤后, 80 °C 干燥 6 h。

(4) 将样品装入 15 mL 容积的刚玉坩埚, 置于家用微波炉(LG 公司)中, 微波频率为 2.45

GHz, 最大加热功率为 800 W(可调节), 加热 10 min, 冷却后, 取出, 研磨得到  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  的纳米发光粉。

(5) 加入 3 mL 的  $\text{Y}^{3+}$ ,  $\text{Eu}^{3+}$  混合溶液或浓氨水的 A 或 B 微乳液, 其  $n(\text{水}):n(\text{OP 乳化剂}) \omega_0 = 5$ , 样品记为 A1。加入 10 mL 的  $\text{Y}^{3+}$ ,  $\text{Eu}^{3+}$  混合溶液或浓氨水的 A 或 B 微乳液, 其  $n(\text{水}):n(\text{OP 乳化剂}) \omega_0 = 15$ , 样品记为 B1。加入 20 mL 的  $\text{Y}^{3+}$ ,  $\text{Eu}^{3+}$  混合溶液或浓氨水的 A 或 B 微乳液, 其  $n(\text{水}):n(\text{OP 乳化剂}) \omega_0 = 35$ , 样品记为 B2。

## 2.4 在 ITO 玻璃表面制备 $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$ 纳米发光粉薄膜

使用恒电压电泳沉积法<sup>[18]</sup>, 把样品 B2 (1.5 g/L),  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ( $1.0 \times 10^{-3}$  mol/L) 和  $\text{In}_2\text{O}_3$  (0.15 g/L) 置于计算量的异丙醇溶剂中, 超声振荡 30 min, 得到电解液。恒定 100 V 电压下, 在铂阳极和 ITO 玻璃阴极之间施加偏压电流一定时间(10 min),  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  纳米棒发光粉沉积在 ITO 玻璃表面。取出后先在 80 °C 下加热 30 min 除掉异丙醇, 接着在 450 °C 下热处理 30 min, 得到沉积在 ITO 玻璃表面的  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  纳米棒发光粉薄膜。

## 3 结果与讨论

### 3.1 XRD 分析

图 1 是样品 A1, B1 和 B2 的 XRD 图, 各样品的 XRD 谱线与  $(\text{Y}_{0.95}\text{Eu}_{0.05})_2\text{O}_3$  的卡片(PDF25-1011)相比较, 其  $d$  值和相对强度值的变化趋势与卡片值一致, 属于体心立方晶系; 谱线出现宽化现象, 是样品超微化的结果。利用 Sherrer 公式<sup>[24]</sup> 计算样品 A1 的颗粒度:

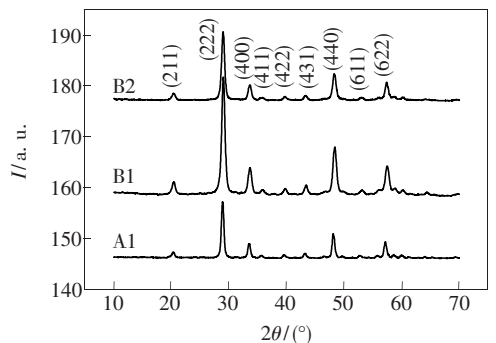


图 1 样品 A1, B1 和 B2 的 XRD 图

Fig. 1 XRD patterns of the samples A1, B1 and B2

$$D = K\lambda/\beta\cos\theta \quad (1)$$

式中,  $D$  为垂直晶面 (hkl) 的晶粒的平均厚度 (nm),  $K$  取 0.94,  $\lambda$  为 0.154 03 nm,  $\beta$  为衍射峰的半峰全宽 (rad),  $\theta$  为半衍射角 ( $^\circ$ ), 选取 (222) 晶面进行计算, 粒度约 17 nm。

### 3.2 透射电镜分析

图 2(a), (b) 是样品 A1, B1, (c) 和 (d) 是 B2 的透射电镜图。可见, A1 样品近似橄榄球状, 粒径大约 20 ~ 30 nm, 颗粒间出现轻微粘结。

B1 样品呈短纳米棒状, 直径约为 20 ~ 30 nm, 长约为 40 ~ 50 nm。B2 样品为纳米棒, 直径约为 30 ~ 50 nm, 纳米棒长约为 200 ~ 300 nm。(e) 是纳米棒的高分辨透射电镜图, 从图上可以看到, 纳米棒为单晶体。

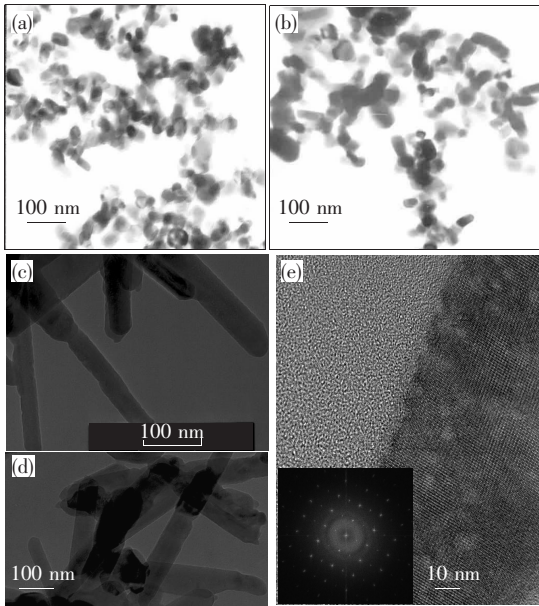


图 2 (a) 样品 A1, (b) B1 和 (e) B2 的透射电镜图, (d) 样品 B2 的高分辨透射电镜

Fig. 2 TEM images of  $Y_2O_3:Eu^{3+}$  samples (a) A1, (b) B1, (c) and (d) B2, (e) HRTEM of sample B2

### 3.3 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 纳米棒的形成机理

样品 A1, B1 和 B2 是固定其它的制备条件仅变化水和表面活性剂量的比  $\omega_0$  值。可见, 当  $\omega_0$  从 5 变化到 30 时, 粒子的形状发生了较大的变化, 从纳米颗粒状变为纳米棒。由此可见, 纳米棒的形成, 与其它样品的合成条件相比, 仅增大  $\omega_0$  值, 其它条件固定没变, 因此  $\omega_0$  值是关键。一般认为,  $\omega_0$  值变化可以影响微乳液中水核的大小, 水核的大小随着  $\omega_0$  值的增大而增大, 同时  $\omega_0$  值

的变化也影响了微乳液中界面膜强度。当  $\omega_0$  值较小时, 如  $\omega_0 = 5$  或 10, 水核主要为球状。且其界面上定向排列了较多的表面活性剂分子, 界面强度较强, 我们得到粒径较为均匀的纳米颗粒。而当  $\omega_0$  值增大至 15 时, 水核易变形成短棒, 当  $\omega_0 = 35$  时, 水核体积进一步增大, 其界面强度也进一步下降, 导致水核容易变形形成棒状。

### 3.4 发光光谱分析

图 3 是不同  $\omega_0$  值的样品 (A1:  $\omega_0 = 5$ , B1:  $\omega_0 = 15$ , B2:  $\omega_0 = 35$ ) 的激发和发射光谱。由图可见, 在 611 nm 监测下, 最大的激发带均位于 254 nm, 主要是  $Eu^{3+}-O^{2-}$  电荷迁移带。394 nm 和 466 nm 处的激发峰是  $Eu^{3+}$  的 4f 组态内的跃迁。在 254 nm 激发下, 几组发射峰分别对应于  ${}^5D_0-{}^7F_J$  ( $J=0, 1, 2, 3, 4$ ) 的跃迁。最大发射峰为 611 nm 红光发射, 半峰全宽 < 5 nm, 显示  $Eu^{3+}$  离子主要处在非对称中心格位, 属于  ${}^5D_0-{}^7F_2$  电偶极跃迁 (ED) 的特征发射, 表明  $Eu^{3+}$  处于立方晶格位置。三个样品的激发带及发光峰的位置几乎没有变化。然而发光强度有差别, 样品 B2 最强, 其次是 B1, A1 最弱。根据 TEM 结果, 样品随着  $\omega_0$  的增大,  $Y_2O_3:Eu^{3+}$  发光粉的颗粒增大; 发光粉的形貌从球状变为棒状。可见纳米棒的发光强度比纳米颗粒的强。

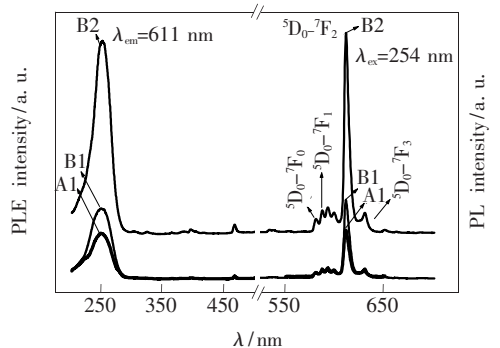


图 3 不同  $\omega_0$  值的样品 A1, B1, B2 激发 (左,  $\lambda_{em} = 611$  nm) 和光致发光光谱 (右,  $\lambda_{ex} = 254$  nm)

Fig. 3 Excitation (left,  $\lambda_{em} = 611$  nm) and emission spectra (right,  $\lambda_{ex} = 254$  nm) for  $Y_2O_3:Eu^{3+}$  samples A1, B1, B2 prepared with different  $\omega_0$  values

### 3.5 发光寿命分析

图 4 是样品 A1, B1, B2 中  $Eu^{3+}$  的  ${}^5D_0-{}^7F_2$  跃迁的衰减曲线, 利用单指数  $y = \exp(-x/t)$  曲线拟合后, 得到发光寿命分别为 1.99, 1.93, 2.03 ms。

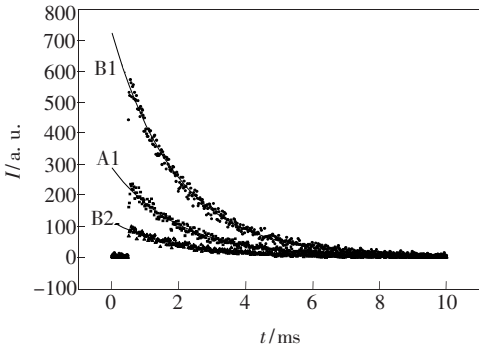


图 4 样品 A1, B1, B2 中  $\text{Eu}^{3+}$  的  ${}^5\text{D}_0$ - ${}^7\text{F}_2$  跃迁的发光衰减曲线 ( $\lambda_{\text{ex}} = 254 \text{ nm}$ )

Fig. 4 Fluorescence decay curves of  $\text{Eu}^{3+} {}^5\text{D}_0$ - ${}^7\text{F}_2$  transition in samples A1, B1, B2 ( $\lambda_{\text{ex}} = 254 \text{ nm}$ )

### 3.6 阴极射线发光观察

图 5 是  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  纳米棒发光粉沉积在 ITO

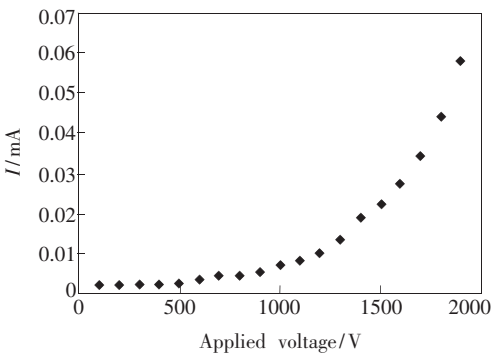


图 5  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  纳米发光粉薄膜的  $I$ - $V$  曲线

Fig. 5  $I$ - $V$  curve of cathodoluminescence for  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  nanophosphor film

玻璃表面形成薄膜阴极射线发光的  $I$ - $V$  曲线, 可见启动电压仅约为 1 300 V; 同时, 在 2 000 V 外加电压下即可以肉眼清楚地观察到  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  纳米发光粉的阴极射线发光为  $\text{Eu}^{3+}$  离子的特征红光, 与一般 CRT 商用  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  微米发光粉高于 10 000 V 的使用电压<sup>[25]</sup> 相比, 明显降低。

## 4 结 论

用一种新颖、简单的方法, 微乳液-微波法合成了不同形貌(纳米颗粒, 纳米棒)的纳米  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  发光粉。XRD 结果表明样品属于体心立方晶系, 谱线出现宽化现象, 是样品超微化的结果。TEM 结果表明, 当水与乳化剂量的比  $\omega_0$  从 5 变化到 35 时, 发光粉从纳米颗粒变为纳米棒。发光光谱分析表明: 在 611 nm 监测下, 最大的激发带位于 254 nm, 主要是  $\text{Eu}^{3+}-\text{O}^{2-}$  电荷迁移带; 在 254 nm 光激发下, 几组发射峰分别对应于  ${}^5\text{D}_0$ - ${}^7\text{F}_j$  ( $J=0, 1, 2, 3, 4$ ) 的跃迁, 最大发射峰为 611 nm 红光发射。纳米棒发光比纳米颗粒强。发光寿命分析表明纳米棒  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  中  $\text{Eu}^{3+}$  的发光寿命为 2.03 ms。  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  纳米棒发光粉阴极射线发光的  $I$ - $V$  曲线表明: 启动电压仅约为 1 300 V, 与一般 CRT 商用  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  微米发光粉高于 10 000 V 相比, 明显降低, 显示本法合成的  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  纳米棒发光粉具有一定的优点。

**致谢:** 感谢香港浸会大学物理系谢国伟教授提供阴极射线发光检测设备

## 参 考 文 献:

- [1] Hong K S, Meltzer R S, Feofilov S P, *et al.* Comparison of dynamics of  $\text{Eu}^{3+}$  in different  $\text{Y}_2\text{O}_3$  nanostructure materials and with sol-gel produced  $\text{SiO}_2$  glass [J]. *J. Luminescence*, 1999, **83/84**:393-398.
- [2] Tao Y, Zhao G, Zhang W, *et al.* Combustion synthesis and photoluminescence of nanocrystalline  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}$  phosphors [J]. *Mater. Res. Bull.*, 1997, **32**(5):501-506.
- [3] Jung Kyeong Youl, Lee Chang Hee, Kang Yun Chan, *et al.* Effect of surface area and crystallite size on luminescent intensity of  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}$  phosphor prepared by spraypyrolysis [J]. *Materials Lett.*, 2005, **59**(19-20):2451-2456.
- [4] Nelson J A, Brant E L, Wagner M J. Nanocrystalline  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}$  phosphors prepared by alkali reduction [J]. *Chem. Mater.*, 2003, **15**(3):688-693.
- [5] Zhang Weiping, Yin Min. Preparation and properties of nanometric scale luminescent materials doped by rare earth [J]. *Chin. J. Lumin.* (发光学报), 2000, **21**(4):314-319 (in Chinese).
- [6] Sharma P K, Jilavi M H, Nass R, *et al.* Tailoring the particle size from  $\mu\text{m}$ →nm scale by using a surface modifier and their size effect on the fluorescence properties of europium doped yttria [J]. *J. Luminescence*, 1999, **82**(3):187-193.
- [7] Lee Chang Hee, Jung Kyung Youl, Choi Joong Gill, *et al.* Nano-sized  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  phosphor particles prepared by spray pyrolysis [J]. *Materials Science and Engineering B*, 2005, **116**(1):59-63.

- [ 8 ] Williams D K, Bihari B, Tissue B M, *et al.* Preparation and fluorescence spectroscopy of bulk monoclinic  $\text{Eu}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$  and comparison to  $\text{Eu}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$  nanocrystals [J]. *J. Phys. Chem. B*, 1998, **102**(6):916-920.
- [ 9 ] Ihara M, Igarashi T, Kusunoki T, *et al.* Preparation and characterization of rare earth activators doped nanocrystal phosphors [J]. *J. Electrochemical Society*, 2000, **147**(6):2355-2357.
- [ 10 ] Vu Nguyen, Anh Tran Kim, Yi Gyu-Chul, *et al.* Photoluminescence and cathodoluminescence properties of  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  nanophosphors prepared by combustion synthesis [J]. *J. Luminescence*, 2007, **122-123**:776-779.
- [ 11 ] Lee M H, Oh S G, Yi S C, *et al.* Characterization of Eu-doped  $\text{Y}_2\text{O}_3$  nanoparticles prepared in nonionic reverse microemulsions in relation to their application for field emission display [J]. *J. Electrochemical Society*, 2000, **147**(8):3139-3142.
- [ 12 ] Bai Xue, Song Hongwei, Yu Lixin, *et al.* Luminescent properties of pure cubic phase  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  nanotubes/nanowires prepared by a hydrothermal method [J]. *J. Phys. Chem. B*, 2005, **109**(32):15236-15242.
- [ 13 ] Shon Sang Ho, Kwak Min-Gi, Park Jong-Ho. Synthesis and properties of luminescent  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  (15% ~ 25%) nanocrystal [J]. *Solid State Communications*, 2004, **130**(3-4):199-201.
- [ 14 ] Li Xia, Li Qiang, Xia Zhiguo, *et al.* Growth and characterization of single-crystal  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  nanobelts prepared with a simple technique [J]. *Crystal Growth & Design*, 2006, **16**(10):2193-2196.
- [ 15 ] Popovici Elisabeth-Jeanne, Muresan Laura, Amalia Hristea, *et al.* Synthesis and characterisation of europium activated yttrium oxide fine powders [J]. *J. Alloys and Compounds*, 2007, **434-435**:809-812.
- [ 16 ] Pang Qi, Shi Jianxin, Liu Yu, *et al.* A novel approach for preparation of  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  nanoparticles by microemulsion/microwave heating [J]. *Materials Science and Engineering B*, 2003, **103**(1):57-61.
- [ 17 ] Yao Jiang, Sun Lingdong, Cheng Qian, *et al.* Synthesis and optical properties of nanosized rare earth composite oxides  $\text{RE}_2\text{O}_3:\text{Eu}$  ( $\text{RE} = \text{Y}, \text{Gd}$ ) [J]. *J. Chin. Rare Earth Soc.* (中国稀土学报), 2001, **19**(5):426-429 (in Chinese).
- [ 18 ] Iijima S. Helical microtubules of graphitic carbon [J]. *Nature*, 1991, **354**(6348):56-58.
- [ 19 ] Zhang Z, Blom D A, Gai Z, *et al.* High-yield solvothermal formation of magnetic CoPt alloy nanowires [J]. *J. Am. Chem. Soc.*, 2003, **125**(25):7528-7529.
- [ 20 ] Goldberger J, He R, Zhang Y F, *et al.* Single-crystal gallium nitride nanotubes [J]. *Nature*, 2003, **422**(6932):599-602.
- [ 21 ] Song Hongwei. Recent development on rare earth doped oxide nanocrystals [J]. *Chin. J. Lumin.* (发光学报), 2008, **29**(6):921-936 (in Chinese).
- [ 22 ] Wang Z L. Characterizing the structure and properties of individual wire-like nanoentities [J]. *Adv. Mater.*, 2000, **12**(17):1295-1298.
- [ 23 ] Fang Y P, Xu A W, Song R Q, *et al.* Systematic synthesis and characterization of single-crystal lanthanide orthophosphate nanowires [J]. *J. Am. Chem. Soc.*, 2003, **125**(51):16025-16034.
- [ 24 ] Li W, Feng T, Mao D S, *et al.* A FED prototype using patterned DLC thin films as the cathode [J]. *J. Modern Phys. B*, 2002, **16**(6-7):993-997.
- [ 25 ] Klug H, Alexander L. *X-ray Diffraction Procedures* [M]. New York: Wiley, 1962, 125.

## Synthesis, Characterization and Photoluminescence of $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$ Nanorods by the Combination of Microemulsion and Microwave Heating

PANG Qi<sup>1</sup>, QIN Li-qin<sup>2</sup>, HAN Jian-peng<sup>1</sup>, SHI Jian-xin<sup>3</sup>, GONG Meng-lian<sup>3</sup>

(1. Department of Chemistry and Biology, Yulin Normal University, Yulin 537000, China;

2. School of Chemistry and Chemical Engineering, Guangxi Normal University, Guilin 541004, China;

3. State Key Laboratory of Optoelectronic Materials and Technologies, School of Chemistry and Chemical Engineering, Sun Yat-sen University, Guangzhou 510275, China)

**Abstract:** Europium ( III )-doped yttrium oxide ( $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$ ) nanoparticles and nanorods were prepared by a

novel combination approach, microemulsion-microwave heating. X-ray diffraction (XRD) analysis confirmed the formation of  $Y_2O_3:Eu^{3+}$  phase. TEM results indicated that the synthesized samples show olive-ball-like morphology with 20 ~ 100 nm size or nanorod morphology about 30 ~ 50 nm in width and 200 ~ 300 nm in length. The nano- $Y_2O_3:Eu^{3+}$  samples emit much strong red light due to the  ${}^5D_0-{}^7F_2$  transitions of  $Eu^{3+}$  ions under near UV excitation, especially around 254 nm. The key excitation band at around 254 nm was originated from the  $Eu^{3+}-O^{2-}$  charge transfer. The PL intensity increases along with the increase in the particle size and the ratio of water to surfactant  $\omega_0$ . The fluorescence decay time of the  $Y_2O_3:Eu^{3+}$  nanorod is about 2.03 ms. The  $I-V$  curve of cathodoluminescence for the  $Y_2O_3:Eu^{3+}$  nanorod deposited on ITO glass showed that the startup voltage was only about 1 300 V.

**Key words:**  $Y_2O_3:Eu^{3+}$  nanorod; microemulsion-microwave heating; photoluminescence

**CLC number:** O482.31

**PACS:** 78.55.Hx

**PACC:** 3250F; 7855

**Document Code:** A