

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局



(43) 国际公布日
2018 年 3 月 15 日 (15.03.2018)

WIPO | PCT

(10) 国际公布号
WO 2018/045782 A1

(51) 国际专利分类号:
C04B 35/10 (2006.01) C04B 35/628 (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2017/086863

(22) 国际申请日: 2017 年 6 月 1 日 (01.06.2017)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:
201610812030.1 2016 年 9 月 9 日 (09.09.2016) CN

(71) 申请人: 深圳市绎立锐光科技开发有限公司 (APPOTRONICS CHINA CORPORATION) [CN/CN]; 中国广东省深圳南山区西丽镇茶光路深圳集成电路设计应用产业园 402、403、410-1、411 周艺, Guangdong 518055 (CN)。

(72) 发明人: 李乾(LI, Qian); 中国广东省深圳市南山区西丽镇茶光路深圳集成电路设计应用产业园 402、403、410-1、411 周艺, Guangdong 518055 (CN)。 陈雨叁(CHEN, Yusan); 中国广东省深圳市南山区西丽镇茶光路深圳集成电路设计应用产业园 402、403、410-1、411 周艺, Guangdong 518055 (CN)。 许颜正(XU, Yanzheng); 中国广东省深圳市南山区西丽镇茶光路深圳集成电路设计应用产业园 402、403、410-1、411 周艺, Guangdong 518055 (CN)。

(81) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS,

(54) Title: PREPARATION METHOD FOR CERAMIC COMPOSITE MATERIAL, CERAMIC COMPOSITE MATERIAL, AND LIGHT SOURCE APPARATUS

(54) 发明名称: 陶瓷复合材料的制备方法、陶瓷复合材料、光源装置

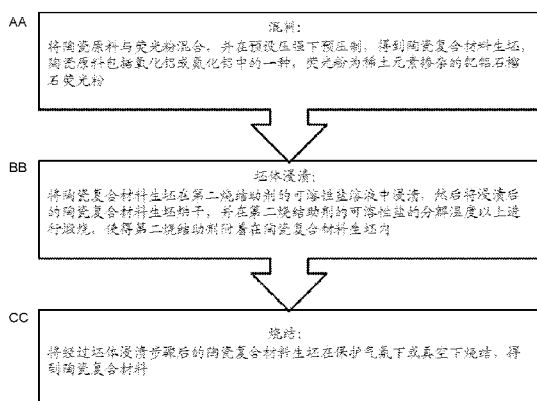


图 4

- AA Material mixing: mix ceramic raw material with fluorescent powder and prepress at preset pressure to produce ceramic composite material green body, ceramic raw material comprising either aluminum oxide or aluminum nitride, and fluorescent powder being garnet-structured fluorescent powder doped with rare earth element
- BB Green body soaking: soak ceramic composite material green body in soluble salt solution of second sintering additive, then dry soaked ceramic composite material green body, and sinter at temperature over decomposition temperature of soluble salt of second sintering additive, thus allowing second sintering additive to attach to interior of ceramic composite material green body
- CC Sintering: sinter in protective atmosphere or vacuum ceramic composite material green body having undergone green body soaking step, thus producing ceramic composite material

(57) Abstract: A preparation method for a ceramic composite material, comprising the following steps: material mixing: mixing a ceramic raw material with a fluorescent powder and prepressing at a preset pressure to produce a ceramic composite material green body, the ceramic raw material comprising either aluminum oxide or aluminum nitride, and the fluorescent powder being a garnet-structured fluorescent powder doped with a rare earth element; green body soaking: soaking the ceramic composite material green body in a soluble salt solution of a second sintering additive for 10-120 min, then drying the soaked ceramic composite material green body, and sintering at a temperature over the decomposition temperature of the soluble salt of the second sintering additive, thus allowing the second sintering additive to attach onto the interior of the ceramic composite material green body; and sintering: sintering in a protective atmosphere or vacuum the ceramic composite material green body having undergone the green body soaking step, thus producing the ceramic composite material.

(57) 摘要: 一种陶瓷复合材料的制备方法, 包括如下步骤: 混料: 将陶瓷原料与荧光粉混合, 并在预设压强下预压制, 得到陶瓷复合材料生坯, 陶瓷原料包括氧化铝或氮化铝中的一种, 荧光粉为稀土元素掺杂的石榴石结构的荧光粉; 坯体浸渍: 将陶瓷复合材料生坯在第二烧结助剂的可溶性盐溶液中浸渍 10~120min, 然后将浸渍后的陶瓷复合材料生坯烘干, 并在第二烧结助剂的可溶性盐的分解温度以上进行煅烧, 使得第二烧结助剂附着在陶瓷复合材料生坯内; 烧结: 将经过坯体浸渍步骤后的陶瓷复合材料生坯在保护气氛下或真空中烧结, 得到陶瓷复合材料。

JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR,
LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY,
MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT,
QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM,
ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US,
UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

(84) 指定国 (除另有指明，要求每一种可提供的地区
保护)：ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ,
NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM,
AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG,
CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU,
IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT,
RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI,
CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布：

— 包括国际检索报告 (条约第21条(3))。

陶瓷复合材料的制备方法及陶瓷复合材料、光源装置

5 技术领域

本发明涉及荧光陶瓷领域，特别是涉及一种陶瓷复合材料的制备方法及相关陶瓷复合材料、光源装置。

背景技术

10 蓝色激光激发荧光材料获得可见光的技术，随着激光显示技术的发展不断获得重视，当前的研究大方向主要是针对激光激发荧光粉的特性来开发新型的荧光材料(波长转换材料)，主要的要求是发光亮度高、能够承受大功率激光照射、光学转换效率高、导热性能高等特点。

15 随着技术需求的提高，传统的硅胶封装荧光粉技术和玻璃封装荧光粉技术已经不能满足高端产品需要。硅胶的承受温度往往不能超过200-250℃，长时间工作在高温环境下很容易老化，寿命不长；而且，硅胶封装和玻璃封装的材料热导率低，无法承受大功率甚至超大功率的激光照射。

20 由于陶瓷的导热性能和耐高温性能优异，成为下一代激光激发发光材料的研究重点。一般地，陶瓷的形成条件苛刻，需要热压烧结或者其他高压烧结的方式，才能获得高性能参数的陶瓷，但是这些方法的生产效率低、成本高，难以批量化生产。

发明内容

25 针对上述现有技术中荧光陶瓷的生产效率低、制作成本高的缺陷，本发明提供一种低成本、高效率的荧光陶瓷制备方法，包括如下步骤：

混料：将陶瓷原料与荧光粉混合，并在预设压强下预压制，得到陶瓷复合材料生坯，陶瓷原料包括氧化铝或氮化铝中的一种，荧光粉为稀土元素掺杂的石榴石结构的荧光粉；

30 坯体浸渍：将陶瓷复合材料生坯在第二烧结助剂的可溶性盐溶液中

浸渍，然后将浸渍后的陶瓷复合材料生坯烘干，并在第二烧结助剂的可溶性盐的分解温度以上进行煅烧，使得第二烧结助剂附着在陶瓷复合材料生坯内；

5 烧结：将经过坯体浸渍步骤后的陶瓷复合材料生坯在保护气氛下或真空下烧结，得到陶瓷复合材料。

优选地，陶瓷原料的平均粒径为 $0.05\sim 1\mu\text{m}$ ，荧光粉的平均粒径为 $10\sim 30\mu\text{m}$ 。

优选地，预设压强为 $5\sim 200\text{MPa}$ ，第二烧结助剂的可溶性盐溶液的浓度为 $1\sim 5\text{mol/L}$ 。

10 优选地，第二烧结助剂为氧化镁，第二烧结助剂的可溶性盐溶液为硝酸镁溶液；或者第二烧结助剂为氧化钇，第二烧结助剂的可溶性盐溶液为硝酸钇溶液；或者第二烧结助剂为氧化镁和氧化钇混合助剂，第二烧结助剂的可溶性盐溶液为硝酸镁和硝酸钇的混合溶液。

优选地，在烧结步骤之前，进行多次坯体浸渍步骤。

15 优选地，包括第一次坯体浸渍和第二次坯体浸渍；第一次坯体浸渍包括将陶瓷复合材料生坯在第二烧结助剂的可溶性盐溶液中浸渍，然后将浸渍后的陶瓷复合材料生坯烘干，并在第二烧结助剂的可溶性盐的分解温度以上进行煅烧，使得第二烧结助剂附着在陶瓷复合材料生坯内；第二次坯体浸渍包括将陶瓷复合材料生坯在第三烧结助剂的可溶性盐溶液中浸渍，然后将浸渍后的陶瓷复合材料生坯烘干，并在第三烧结助
20 剂的可溶性盐的分解温度以上进行煅烧，使得第三烧结助剂附着在陶瓷复合材料生坯内；第一次坯体浸渍与第二次坯体浸渍的先后顺序可互换；第二烧结助剂与第三烧结助剂为不同的烧结助剂。

25 优选地，第二烧结助剂为氧化镁，第三烧结助剂为氧化钇；或者第二烧结助剂为氧化钇，第三烧结助剂为氧化镁；或者第二烧结助剂为氧化镁和氧化钇混合助剂，第三烧结助剂为氧化钇或氧化镁；或者第二烧结助剂和第三烧结助剂分别为不同成分比例的氧化镁和氧化钇的混合助剂。

30 优选地，混料步骤中，将陶瓷原料与荧光粉混合的步骤包括，将陶瓷原料、荧光粉与研磨溶剂混合球磨。

优选地，混料步骤中，将陶瓷原料与荧光粉混合的步骤包括：将陶瓷原料、第一烧结助剂与荧光粉混合。

优选地，第一烧结助剂包括氧化镁、氧化铝、氧化钇、氟化钙和氟化镁中的至少一种。

5 优选地，将陶瓷原料、第一烧结助剂与荧光粉混合的步骤包括：将陶瓷原料、第一烧结助剂与研磨溶剂混合球磨，然后干燥并煅烧，得到混合粉末，然后将该混合粉末与所述荧光粉混合；或者，将陶瓷原料、第一烧结助剂与荧光粉混合的步骤包括：将陶瓷原料分散于非离子型表面活性剂水溶液，配置第一烧结助剂的可溶性盐溶液，将两溶液混合，
10 再加入沉淀剂水溶液，得到悬浊液，将该悬浊液固液分离，将其中的固体成分在第一烧结助剂的可溶性盐的分解温度以上进行煅烧，得到混合粉末，然后将该混合粉末与所述荧光粉混合。

优选地，沉淀剂为可溶性碳酸氢铵、双氧水或氨水溶液。

优选地，荧光粉为铈掺杂的钇铝石榴石荧光粉。

15 本发明还提供了一种陶瓷复合材料，由上述的制备方法制备得到，陶瓷复合材料包括作为基质的陶瓷体及作为发光中心的荧光粉，发光中心被封装于基质内，陶瓷体为氧化铝陶瓷或氮化铝陶瓷。

本发明还提供了一种光源装置，包括激发光源和上述陶瓷复合材料，陶瓷复合材料位于激发光源的出射光光路上。

20 与现有技术相比，本发明包括如下有益效果：通过将混料后得到的陶瓷复合材料生坯在烧结助剂的可溶性盐溶液中坯体浸渍，使得烧结助剂的可溶性盐残留在陶瓷复合材料生坯的内部空隙中，经过煅烧，增加了空隙中的烧结助剂含量，这促使了烧结过程中空隙附近的液相化，可以在不必热压烧结的情况下促进空隙周围的颗粒进行物质转移，有利于
25 消除气孔，提高生坯烧结后的相对密度。本发明的方法相对于热压烧结的方法，可以在一般的烧结炉中进行，大大降低了生产成本。

附图说明

图 1 为理想的陶瓷复合材料生坯的结构示意图；

30 图 2 为实际的陶瓷复合材料生坯的结构示意图；

图 3 为经坯体浸渍后的陶瓷复合材料生坯的结构示意图；

图 4 为本发明的制备方法的流程图。

具体实施方式

5 陶瓷的烧结致密化过程，主要由烧结过程中陶瓷体内部形成液相来推动。在发光陶瓷的制备中，主要通过添加烧结助剂，在热压烧结中形成液相，降低了烧结温度，提高了材料的致密度。然而，热压烧结需要特殊的烧结炉，成本高，不利于批量化生产。

10 在常压或者真空烧结中，原料粉体会被预先混制好，再使用模具预先压制成生坯，然后放入炉内烧结。通常的办法，都是将陶瓷粉末和烧结助剂尽可能均匀地混合起来，再填入模具中进行预压制。但是由于粉末流动性和填充性的问题，粉末在填入模具并受力被压制成型的过程中，粉末的堆砌程度是有差异的，理想的生坯，其各个部位的形貌都应该是相对均匀的，如图 1 所示，为理想的陶瓷复合材料生坯的结构示意图，陶瓷原料 Al_2O_3 颗粒分布在荧光粉颗粒的周围，烧结助剂 MgO 均匀地分布在它们之间。但是在实际的生坯中，其内部结构会更多地出现如图 2 那样的结构，图 2 为实际的陶瓷复合材料生坯的结构示意图，这是由于粉末在模具中受压移动时，受到压力不一致、颗粒间摩擦力不均匀和颗粒流动性不一致的影响，颗粒之间会形成如图 2 中的空隙。由于这些空隙的存在，生坯在常压或真空烧结过程中无法通过充分的物质转移来填充空隙，空隙最后会变成封闭的气孔或连通的孔隙，影响材料的性能。

25 本发明提供的制备方法，通过将预压制好的陶瓷复合材料生坯浸入烧结助剂的可溶性盐溶液中，使生坯内部的大空隙被烧结助剂的可溶性盐溶液填充，然后将生坯取出烘干，使空隙周围的烧结助剂含量获得提升。经过浸渍-烘干-煅烧-析出烧结助剂工艺后的生坯，其内部结构由图 2 的结构变为如图 3 的结构，图 3 为经坯体浸渍后的陶瓷复合材料生坯的结构示意图，增加了空隙中的烧结助剂量，在烧结过程中空隙附近的液相会更显著，可以促进空隙周围的颗粒进行物质转移，有利于消除气孔，提高烧结后的陶瓷复合材料的相对密度。

30

本发明的陶瓷复合材料为具有发光功能的复合材料，包括作为基质的陶瓷体及作为发光中心的荧光粉，其中，发光中心被封装于基质内。荧光粉为稀土元素掺杂的钇铝石榴石荧光粉，包括各种市场上出售的该类荧光粉；而陶瓷体基质由陶瓷原料制备得到，陶瓷原料包括氧化铝或氮化铝中的一种，其特点是折射率较低、导热效果好、透光性好。

本发明的制备方法，首先通过混料将荧光粉混合到陶瓷原料内，然后使陶瓷原料在烧结后形成连续的陶瓷，将荧光粉封装在陶瓷内。在制备过程中，荧光粉不参与反应发生变化，从而能够保持原有的发光性能。由于荧光粉和陶瓷原料的熔点接近，在制备过程中，当陶瓷原料进入液相时，荧光粉的原有结构容易遭到破坏，这样得到的陶瓷复合材料发光效率低。通过选择较小粒径的陶瓷原料粉末与大粒径的荧光粉的组合，可以在一定程度上降低陶瓷原料进入液相的温度，并确保荧光粉在制备过程中的稳定性。为了进一步降低陶瓷原料粉末进入液相的温度，本发明的制备方法额外增加了烧结助剂，该烧结助剂在热处理过程中率先进入液相，并促使陶瓷原料在更低温度下进入液相，起到了促进烧结的作用，不但提高了烧结体的导热和透光性能，同时还确保了尽可能多的荧光粉在热处理过程中没有受到过高温度的影响，得以保持物理结构、表面形貌稳定，从而使得制得的荧光陶瓷具备良好的发光效率。烧结助剂在高温下的高流动性还有助于净化晶界杂质，减少光在经过晶界时发生的散射，有助于提高陶瓷的透光性能。

本发明的构思基于如何将烧结助剂结合到陶瓷原料与荧光粉混合的陶瓷复合材料生坯的问题，提出坯体浸渍的方法步骤。

如图4的本发明制备方法的流程图所示，在本发明中，陶瓷复合材料的制备方法包括如下步骤：

混料：将陶瓷原料与荧光粉混合，并在预设压强下预压制，得到陶瓷复合材料生坯，所述陶瓷原料包括氧化铝或氮化铝中的一种，所述荧光粉为稀土元素掺杂的石榴石结构的荧光粉；

坯体浸渍：将所述陶瓷复合材料生坯在第二烧结助剂的可溶性盐溶液中浸渍10~120min，然后将浸渍后的陶瓷复合材料生坯烘干，并在所述第二烧结助剂的可溶性盐的分解温度以上进行煅烧，使得所述第二烧

结助剂附着在所述陶瓷复合材料生坯内；

烧结：将经过所述坯体浸渍步骤后的所述陶瓷复合材料生坯在保护气氛下或真空下烧结，得到陶瓷复合材料。

稀土元素掺杂的石榴石结构的荧光粉为稀土元素取代石榴石结构的晶体 ($A_3B_2(XO_4)_3$ ，其中 A、B、X 指代阳离子) 的元素得到的荧光粉。比如 Ce:Y₃Al₅O₁₂、Ce:Lu₃Al₅O₁₂、Ce:Gd₃Al₅O₁₂、Ce:Tb₃Al₅O₁₂、Ce:Y₃Ga₅O₁₂、Ce:Lu₃Ga₅O₁₂、Ce:Gd₃Ga₅O₁₂、Ce:Tb₃Ga₅O₁₂ 或 Eu:Y₃Al₅O₁₂ 等。优选地，荧光粉为铈掺杂的钇铝石榴石荧光粉。

其中，陶瓷原料的平均粒径为 0.05~1μm，荧光粉的平均粒径为 10~30μm，该粒径设置使得在烧结过程中，陶瓷原料进入液相并烧结得到陶瓷，而荧光粉不参与反应，保持原有的形貌和发光性能。

所述预设压强为 5~200MPa，通过预压制能够使得粉料成为片状的陶瓷复合材料生坯，不易在后续的步骤中被破坏。第二烧结助剂的可溶性盐溶液的浓度为 1~5mol/L，该高浓度下，浸渍进入陶瓷复合材料生坯的第二烧结助剂的可溶性盐能够尽可能的多，减少生坯浸渍步骤的次數。

下面对本发明陶瓷复合材料的制备方法进行详细描述。

<混料>

在本发明的实施方式中，混料步骤大致可分为两种方案，一种方案为只将陶瓷原料与荧光粉混合，另一种方案为将陶瓷原料、荧光粉和第一烧结助剂混合。

在第一种技术方案中，将陶瓷原料与荧光粉混合的步骤包括将陶瓷原料、荧光粉与研磨溶剂混合球磨。

首先称取一定量的陶瓷原料粉末，装入球磨罐，添加适量的研磨溶剂（如乙醇）、增稠剂和分散剂，然后进行球磨，得到粘稠悬浮状的浆料，再加入荧光粉，继续球磨，最终得到陶瓷原料-荧光粉浆料。本实施例采用二步球磨的方法，使得粒径较小、不易分散均匀的陶瓷原料粉能够先充分分散，然后再加入荧光粉球磨，避免了荧光粉过长时间的球磨，减少了该球磨过程对荧光粉的损害。当然，也可以直接将两者混合球磨以减少工序。

其次，将得到的陶瓷原料-荧光粉浆料进行干燥，得到干粉，然后将干粉进行煅烧，使干粉中的有机成分分解、挥发。由于陶瓷原料和荧光粉的熔点高、热稳定性好，除去有机物的温度不会对其结构造成影响；在该温度下，陶瓷原料和荧光粉也不会氧化，因此可以在有氧气氛（如空气）下进行煅烧。煅烧后得到高纯度的陶瓷原料-荧光粉粉料，对其造粒以增加热处理过程中粉末的流动性，有利于热处理前的压制成型，促使制备得到的荧光陶瓷致密而均匀。

然后，将陶瓷原料-荧光粉粉料称取适量，装入模具（如石墨模具、钢模具），在 5~200MPa 下预压制成型，得到陶瓷复合材料生坯。

在第二种技术方案的混料步骤中，将陶瓷原料与荧光粉混合的步骤包括，将陶瓷原料与第一烧结助剂混合得到混合粉末，然后将该混合粉末与荧光粉混合，也即将陶瓷原料、第一烧结助剂与荧光粉混合。

如上述坯体浸渍的概述，坯体浸渍的目的是在压制后得到的陶瓷复合材料生坯的空隙中填充烧结助剂，以达到在烧结过程中促进空隙周围的颗粒进行物质转移、消除气孔、提高烧结后的陶瓷复合材料的相对密度的效果。但是对于生坯的密压实部分，空隙位置的烧结助剂作用有限。

因此，在混料的第二种技术方案中，预先在坯体浸渍之前，在混料步骤中将第一烧结助剂掺入陶瓷复合材料中，相比于只在坯体浸渍步骤中添加烧结助剂，本技术方案不但可以预先将第一烧结助剂分散于陶瓷复合材料生坯内部，还可以减少后续坯体浸渍的次数。

在混料的第二种技术方案中，将陶瓷原料与第一烧结助剂混合得到混合粉末的步骤包括，将陶瓷原料、第一烧结助剂与研磨溶剂混合球磨，然后干燥并煅烧，得到混合粉末。具体地，首先称取一定量的陶瓷原料与第一烧结助剂装入球磨罐，加入研磨溶剂（如乙醇）、增稠剂和分散剂，进行第一次球磨，得到粘稠悬浮状浆料，然后干燥煅烧，去除研磨溶剂、增稠剂和分散剂，得到纯净的陶瓷原料-第一烧结助剂混合粉料。当然，混合方式不限于球磨。第一烧结助剂可选的包括氧化镁、氧化铝、氧化钇、氟化钙和氟化镁中的至少一种。

对于混料的第二种技术方案，还有其他的实施方式，例如将陶瓷原料分散于非离子型表面活性剂水溶液，配置第一烧结助剂的可溶性盐溶

液，将两溶液混合，再加入沉淀剂水溶液，得到悬浊液，将该悬浊液固液分离，将其中的固体成分在第一烧结助剂的可溶性盐的分解温度以上进行煅烧，得到混合粉末。

具体地，首先配置质量分数为 1~3% 的 PEG（聚乙二醇）水溶液，将陶瓷原料粉末与 PEG 水溶液混合，超声 1~3 小时，使得粉末在溶液中分散。然后配置第一烧结助剂（如 MgO）的可溶性盐溶液（如硝酸镁溶液），浓度为 0.01~1mol/L，将陶瓷原料粉末的 PEG 水溶液与第一烧结助剂的可溶性盐溶液混合并置于磁力搅拌器之上不断搅拌，得到混合液。以碳酸氢铵作为沉淀剂配制成 0.01~0.1mol/L 的水溶液，缓慢滴入被不断搅拌的混合液，直到将混合液的 pH 值控制在 8-10 左右，优选为 9-9.5。保持 pH 值后继续搅拌 1-5h，优选为 2-3h，获得共沉淀的复合粉体悬浊液。将悬浊液离心固液分离，对获得的固体成分多次水洗并干燥，将得到的粉末在第一烧结助剂的可溶性盐（即硝酸镁）的分解温度以上进行煅烧，得到陶瓷原料-第一烧结助剂的混合粉末。

第一烧结助剂可以是氧化镁、氧化钇、氧化铝，氧化镁对应的可溶性盐包括硝酸镁、硫酸镁、亚硫酸镁等任意可在高温下分解得到氧化镁的可溶性盐，氧化钇对应的可溶性盐包括硝酸钇、硫酸钇、亚硫酸钇等任意可在高温下分解得到氧化钇的可溶性盐，氧化铝对应的可溶性盐包括硝酸铝、硫酸铝等任意可在高温下分解得到氧化铝的可溶性盐。

沉淀剂除碳酸氢铵外，也可以是其他碳酸氢盐、双氧水、氨水等用于调节 pH 值的试剂。

在混料的第二种技术方案中，得到陶瓷原料-第一烧结助剂的混合粉末后，将其与荧光粉在球磨罐中混合，添加适量的乙醇作为研磨溶剂，用超低磨失率的氧化锆球进行球磨，球磨时间为 1-120min。球磨结束后，除去研磨溶剂等杂质，过筛造粒，得到陶瓷原料-第一烧结助剂-荧光粉的混合粉，在 5~200MPa 下预压制，得到陶瓷复合材料生坯。

<坯体浸渍>

坯体浸渍步骤包括，首先配置第二烧结助剂（如氧化镁）的可溶性盐溶液（如硝酸镁溶液），然后将陶瓷复合材料生坯浸入溶液中，使得溶液液面没过生坯的顶部，在溶液中浸渍 10~120min，使得溶液能够充

分进入生坯内部空隙。然后将浸渍后的陶瓷复合材料生坯取出，烘干，在第二烧结助剂的可溶性盐（硝酸镁）的分解温度以上（200~500℃）进行煅烧，使得生坯内部空隙中的第二烧结助剂的可溶性盐（硝酸镁）转变为不可溶的第二烧结助剂（氧化镁），附着在陶瓷复合材料生坯内。

5 第二烧结助剂的可溶性盐溶液优选的浓度为 1~5mol/L，该高浓度下，浸渍进入陶瓷复合材料生坯的第二烧结助剂的可溶性盐能够尽可能的多，提高了生坯浸渍的效率。

第二烧结助剂可以为氧化镁、氧化钇的单一烧结助剂，也可以为氧化镁与氧化钇的混合助剂，其对应的硝酸盐、硫酸盐、亚硫酸盐为浸渍所用的可溶性盐。第二烧结助剂可以与混料步骤中的第一烧结助剂相同，也可以不同。

在本发明中，理想状态下通过一次坯体浸渍即可达到在空隙中填充第二烧结助剂的效果，但是实际情况中，烧结助剂无法完全富集在空隙内，因此需要多次坯体浸渍步骤来达到预想的效果。多次的坯体浸渍，既可以在同一种烧结助剂的可溶性盐溶液中进行，也可以在不同种类的烧结助剂的可溶性盐溶液中进行。

在本发明的某些实施方式中，包括第一次坯体浸渍和第二次坯体浸渍。第一次坯体浸渍包括将陶瓷复合材料生坯在第二烧结助剂的可溶性盐溶液中浸渍，然后将浸渍后的陶瓷复合材料生坯烘干，并在第二烧结助剂的可溶性盐的分解温度以上进行煅烧，使得第二烧结助剂附着在陶瓷复合材料生坯内；第二次坯体浸渍包括将陶瓷复合材料生坯在第三烧结助剂的可溶性盐溶液中浸渍，然后将浸渍后的陶瓷复合材料生坯烘干，并在第三烧结助剂的可溶性盐的分解温度以上进行煅烧，使得第三烧结助剂附着在陶瓷复合材料生坯内。这里的第一次坯体浸渍和第二次坯体浸渍仅为区分分别采用两种不同的烧结助剂——第二烧结助剂和第三烧结助剂而设，因此第一次坯体浸渍和第二次坯体浸渍的先后顺序可以任意互换。

在本发明的实施方式中，优选地，第二烧结助剂为氧化钇，第三烧结助剂为氧化镁；更为复杂的方案中，还可以第二助剂为氧化钇与氧化镁的混合助剂，第三烧结助剂为氧化钇或氧化镁的一种；还可以第二烧

结助剂为氧化钇或氧化镁，第三烧结助剂为氧化镁和氧化钇混合助剂；还可以第二烧结助剂和第三烧结助剂分别为不同成分比例的氧化镁和氧化钇的混合助剂。

<烧结>

5 在烧结步骤中，将经过坯体浸渍后的陶瓷复合材料生坯放入烧结炉，在真空或保护性气氛（如氮气、氮氢混合气）下进行烧结，烧结温度为 1450~1700℃，保温时间为 1~10h，烧结完成后冷却，即得到陶瓷复合材料。在本发明中，由于采用坯体浸渍的方法使得生坯内的空隙填充了烧结助剂，该烧结助剂在烧结过程中率先进入液相，并促使陶瓷原料在更低温度下进入液相，起到了促进烧结的作用，不但提高了烧结体的导热和透光性能，同时还确保了尽可能多的荧光粉在烧结过程中没有受到过高温度的影响，得以保持物理结构、表面形貌稳定，从而使得制得的陶瓷复合材料具备良好的发光效率。

下面结合附图和实施方式对本发明实施例进行详细说明。

15 实施例一

混料：

原料选用高纯度超细氧化铝纳米粉末，粉末粒径为 0.05~1μm，优选为 0.06~0.2μm，配置质量分数为 1~3%的 PEG（聚乙二醇）水溶液，将适量的氧化铝纳米粉末与 PEG 水溶液混合，将氧化铝的 PEG 水溶液超声 1~3h 后备用。

按氧化镁与氧化铝的重量比为(0.01~2):100 的比例，称取一定数量的 $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ，将这些 $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ 平分成两份，分别配置成 a 和 b 两份浓度不等的硝酸盐溶液，其中 a 溶液浓度为 0.01~1mol/L，b 溶液为 1~5mol/L。

25 将氧化铝的 PEG 水溶液与 a 溶液混合，得到混合液，放置于磁力搅拌器之上不断搅拌，温度设置为 20-80℃，优选 40-60℃，转速为 100-300r/min。

以碳酸氢铵作为沉淀剂，配成约 0.01~0.1mol/L 的水溶液，缓慢滴入被不断搅拌的混合悬浮液，直到将混合悬浮液的 pH 值控制在 8-10 左右，优选为 9-9.5。合适的 pH 值对于氧化铝超细粉体颗粒的分散和解絮

凝非常重要，保持合适的 pH 值后继续搅拌 1-5h，优选为 2-3h，获得共沉淀的复合粉体悬浮液。

将悬浮液离心分离，对获得的粉体进行水洗 2-8 次，然后在 50-150℃ 真空干燥 1-10 个小时。

- 5 获得的干粉在 200-500℃ 下煅烧以去除杂质，保温 1-5h，之后随炉空冷，得到氧化铝-氧化镁混合粉末。

称取一定数量的氧化铝-氧化镁混合粉末，一定数量的荧光粉 Ce:YAG，将两种粉末装入聚四氟乙烯球磨罐中，添加适量的乙醇作为研磨溶剂，用超低磨失率的氧化锆球进行球磨，球磨时间为 1-120min，优选为 30-50min。球磨时间较短，是因为 YAG 荧光粉的颗粒较大，较易于分散，如果球磨时间过长，容易损坏 YAG 荧光粉的晶粒表面形态，影响发光性能。

球磨球磨结束后，采用真空恒温干燥获得干粉，之后过 80 目、150 目、200 目筛造粒，得到高流动性的原料粉。称取适量原料粉末装入钢模中，在 5~200MPa 压力下进行预压制，脱模后获得生坯。

坯体浸渍：

将生坯浸润入 b 溶液中，溶液液面要没过生坯样品的顶部。浸泡时间为 10min~120min，然后将浸泡后的生坯取出，80℃ 烘干后，进行 200-500℃ 的煅烧，使主要附着在生坯内部空隙中可溶性的硝酸镁转变为不可溶于水的氧化镁。浸润工艺重复多次，但每一次都必须煅烧以使硝酸镁转化。

烧结：

将经过浸润工艺的生坯样品，放入烧结炉，在真空或氮气/氮氢气气氛下进行烧结，烧结温度为 1450~1700℃，保温时间为 1-10h，烧结完成后，获得发光陶瓷复合材料 YAG-Al₂O₃-MgO。

实施例二

混料：

原料选用高纯度超细氧化铝纳米粉末，粉末粒径为 0.06-0.2μm，配置质量分数为 1~3% 的 PEG 水溶液，将适量的氧化铝纳米粉末与 PEG 水溶液混合，将溶液超声 1~3h 后备用。

按 MgO 与 Al_2O_3 的重量比为(0.01~2):100 的比例,称取一定数量的 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,配置成浓度为 0.01~1mol/L 的硝酸镁盐溶液,标为 a 溶液。

将 Al_2O_3 溶液与 a 溶液混合,得到混合悬浮液,放置于磁力搅拌器
5 之上不断搅拌,温度设置为 40-60℃,转速为 170-250r/min。

以碳酸氢铵作为沉淀剂,配成约 0.01~0.1mol/L 的水溶液,缓慢滴入被不断搅拌的混合悬浮液,直到将混合悬浮液的 pH 值控制在 9~9.5 左右,保持 pH 值后继续搅拌 2~3h,获得共沉淀的复合粉体悬浊液。

将悬浊液离心分离,对获得的固体进行水洗 2-8 次,然后在 50~150℃
10 真空干燥 1~10 个小时,得到干粉。

获得的干粉在 200~500℃下煅烧以去除杂质,保温 1~5h,之后随炉空冷,得到 Al_2O_3 - MgO 混合粉末。

称取一定数量的 Al_2O_3 - MgO 混合粉末和一定数量的荧光粉,将两种粉末装入聚四氟乙烯球磨罐中,添加适量的乙醇作为研磨溶剂,用超低
15 磨失率的氧化锆球进行球磨,球磨时间为 30-50min。

球磨球磨结束后,采用真空恒温干燥获得干粉,之后过 80 目、150 目、200 目筛造粒,得到高流动性的原料粉。称取适量原料粉末装入钢模中,在 5~200MPa 压力下进行预压制,脱模后获得生坯。

坯体浸渍:

称取一定数量的 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,配置成浓度为 1~5mol/L 的硝酸钇
20 盐溶液,标为 b 溶液。

将生坯浸润入 b 溶液,即硝酸钇盐溶液中,溶液液面要没过生坯样品的顶部。浸泡时间为 60min-90min,然后将浸泡后的生坯取出,80℃烘干后,进行 200~500℃的煅烧,使主要附着在生坯内部空隙中可溶性的
25 硝酸钇转变为不可溶于水的氧化钇。浸润工艺可根据需要重复多次,但每一次都必须煅烧以使硝酸镁转化。

烧结:

将经过浸渍工艺的生坯样品,放入烧结炉,在真空或氮氢混合气气氛下进行烧结,烧结温度为 1450~1700℃,保温时间为 1~10h,烧结完
30 成后,获得发光陶瓷复合材料。

实施例三

混料：

称取粒径为 $0.5\sim 1\mu\text{m}$ 的氮化铝，装入球磨罐中，添加适量的乙醇研磨溶剂，再加入研磨体，进行球磨。待球磨罐内的浆料成粘稠悬浮状时，
5 加入粒径为 $15\sim 25\mu\text{m}$ 的 Ce:YAG 荧光粉颗粒，继续球磨至荧光粉分布均匀，结束球磨。

然后将浆料取出，真空恒温干燥得到干粉，将干粉在马弗炉中煅烧，除去干粉中的有机成分，得到高纯度的氮化铝-荧光粉粉末。然后将该粉末过筛造粒，得到高流动性的氮化铝-荧光粉粉末。称取适量的氮化铝-
10 荧光粉粉末装入模具，在 50MPa 压强下进行压制成型，得到陶瓷复合材料生坯。

坯体浸渍：

称取一定数量的 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，分别配置成浓度为 $1\sim 5\text{mol/L}$ 的硝酸镁盐溶液——a 溶液和浓度为 $1\sim 5\text{mol/L}$ 的硝酸钇
15 盐溶液——b 溶液。

将生坯浸入 a 溶液，浸泡时间为 $60\text{min}\sim 90\text{min}$ ，然后将浸泡后的生坯取出， 80°C 烘干后，进行 $200\sim 500^\circ\text{C}$ 的煅烧，使主要附着在生坯内部空隙中可溶性的硝酸镁转变为不可溶于水的氧化镁。

然后将生坯浸入 b 溶液，浸泡时间为 $60\text{min}\sim 90\text{min}$ ，然后将浸泡后的
20 的生坯取出， 80°C 烘干后，进行 $200\sim 500^\circ\text{C}$ 的煅烧，使主要附着在生坯内部空隙中可溶性的硝酸钇转变为不可溶于水的氧化钇。

烧结：

将经过浸渍工艺的生坯样品，放入烧结炉，在真空气氛下进行烧结，烧结温度为 $1450\sim 1700^\circ\text{C}$ ，保温时间为 $1\sim 10\text{h}$ ，烧结完成后，获得发光
25 陶瓷复合材料。

实施例四

混料：

原料选用高纯度超细氧化铝纳米粉末，粉末粒径为 $0.08\sim 0.2\mu\text{m}$ ，选用高纯度超细纳米氧化钇粉末，粒径为 $0.05\sim 0.1\mu\text{m}$ ，选用高纯度超细纳
30 米氧化镁粉末，粒径为 $0.05\sim 0.1\mu\text{m}$ ，选用 Ce:YAG 荧光粉，粒径为

15-20 μm 。

称取一定数量的氧化铝粉末 (30wt%)、氧化钇粉末 (0.5wt%)、氧化镁粉末 (0.5wt%) 和 Ce:YAG 荧光粉粉末 (69wt%)。将氧化铝粉末、氧化钇粉末和氧化镁粉末装入聚四氟乙烯球磨罐中，添加适量的乙醇作为研磨溶剂，添加适量的陶瓷分散剂作为分散剂，用超低磨失率的氧化锆球进行第一次球磨，球磨时间为 24h。

第一次球磨结束后，添加 Ce:YAG 荧光粉到球磨罐中，进行第二次球磨，球磨时间为 40min。

两次球磨结束后，采用真空恒温干燥获得干粉。

10 干粉在马弗炉中进行 600 $^{\circ}\text{C}$ 的煅烧，除去粉末中的有机成分，时间为 2 小时。煅烧后的粉末过筛造粒，得到高流动性的荧光陶瓷前驱体粉末。称取适量荧光陶瓷前驱体粉末装入模具中，在 15MPa 压强下进行预压制，得到陶瓷复合材料生坯。

坯体浸渍：

15 称取一定数量的 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，配置成硝酸根浓度为 1~5mol/L 的硝酸镁硝酸钇混合溶液。

将生坯浸入混合溶液，浸泡时间为 60min~90min，然后将浸泡后的生坯取出，80 $^{\circ}\text{C}$ 烘干后，进行 200~500 $^{\circ}\text{C}$ 的煅烧，使主要附着在生坯内部空隙中硝酸镁和硝酸钇转变为不可溶于水的氧化镁和氧化钇。

20 将坯体浸渍步骤重复三次。

烧结：

将经过浸渍工艺的生坯样品，放入烧结炉，在氮氢混合气气氛下进行烧结，烧结温度为 1450~1700 $^{\circ}\text{C}$ ，保温时间为 1~10h，烧结完成后，获得发光陶瓷复合材料。

25 本发明还要求保护一种陶瓷复合材料，由上述的制备方法制备得到，该陶瓷复合材料包括作为基质的陶瓷体及作为发光中心的荧光粉，发光中心被封装于所述基质内，陶瓷体为氧化铝陶瓷或氮化铝陶瓷。进一步的，该荧光粉为铈掺杂的钇铝石榴石荧光粉。

30 本发明还涉及一种发光装置，该发光装置为波长转换色轮，上述陶瓷复合材料设置在波长转换色轮上。

本发明还涉及一种光源装置，包括激发光源和上述的陶瓷复合材料，其中陶瓷复合材料设置于激发光源的出射光光路上，用于吸收激发光并发射出受激光。该光源装置可以应用到汽车大灯、舞台灯等照明光源上，也可以作为投影机的光源用作图像显示。

5 本说明书中各个实施例采用递进的方式描述，每个实施例重点说明的都是与其他实施例的不同之处，各个实施例之间相同相似部分互相参见即可。

10 以上所述仅为本发明的实施方式，并非因此限制本发明的专利范围，凡是利用本发明说明书及附图内容所作的等效结构或等效流程变换，或直接或间接运用在其他相关的技术领域，均同理包括在本发明的专利保护范围内。

权利要求书

1、一种陶瓷复合材料的制备方法，其特征在于，包括如下步骤：

混料：将陶瓷原料与荧光粉混合，并在预设压强下预压制，得到陶
5 瓷复合材料生坯，所述陶瓷原料包括氧化铝或氮化铝中的一种，所述荧
光粉为稀土元素掺杂的石榴石结构的荧光粉；

坯体浸渍：将所述陶瓷复合材料生坯在第二烧结助剂的可溶性盐溶
液中浸渍 10~120min，然后将浸渍后的陶瓷复合材料生坯烘干，并在所
述第二烧结助剂的可溶性盐的分解温度以上进行煅烧，使得所述第二烧
10 结助剂附着在所述陶瓷复合材料生坯内；

烧结：将经过所述坯体浸渍步骤后的所述陶瓷复合材料生坯在保护
气氛下或真空下烧结。

2、根据权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于，所述陶瓷原料
的平均粒径为 0.05~1 μm ，所述荧光粉的平均粒径为 10~30 μm 。

15 3、根据权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于，所述预设压强
为 5~200MPa，所述第二烧结助剂的可溶性盐溶液的浓度为 1~5mol/L。

4、根据权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于，所述第二烧结
助剂为氧化镁，所述第二烧结助剂的可溶性盐溶液为硝酸镁溶液；或者

所述第二烧结助剂为氧化钇，所述第二烧结助剂的可溶性盐溶液为
20 硝酸钇溶液；或者

所述第二烧结助剂为氧化镁和氧化钇混合助剂，所述第二烧结助剂
的可溶性盐溶液为硝酸镁和硝酸钇的混合溶液。

5、根据权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于，在所述烧结步
骤之前，进行多次所述坯体浸渍步骤。

25 6、根据权利要求 5 所述的制备方法，其特征在于，包括第一次坯
体浸渍和第二次坯体浸渍；

所述第一次坯体浸渍包括将所述陶瓷复合材料生坯在第二烧结助
剂的可溶性盐溶液中浸渍，然后将浸渍后的陶瓷复合材料生坯烘干，并
在所述第二烧结助剂的可溶性盐的分解温度以上进行煅烧，使得所述第
30 二烧结助剂附着在所述陶瓷复合材料生坯内；

所述第二次坯体浸渍包括将所述陶瓷复合材料生坯在第三烧结助剂的可溶性盐溶液中浸渍，然后将浸渍后的陶瓷复合材料生坯烘干，并在所述第三烧结助剂的可溶性盐的分解温度以上进行煅烧，使得所述第三烧结助剂附着在所述陶瓷复合材料生坯内；

5 所述第二烧结助剂与所述第三烧结助剂为不同的烧结助剂。

7、根据权利要求 6 所述的制备方法，其特征在于，所述第二烧结助剂为氧化镁，所述第三烧结助剂为氧化钇；或者

所述第二烧结助剂为氧化钇，所述第三烧结助剂为氧化镁；或者

10 所述第二烧结助剂为氧化镁和氧化钇混合助剂，所述第三烧结助剂为氧化钇或氧化镁；或者

所述第二烧结助剂和所述第三烧结助剂分别为不同成分比例的氧化镁和氧化钇的混合助剂。

8、根据权利要求 1 至 7 中任一项所述的制备方法，其特征在于，所述混料步骤中，所述将陶瓷原料与荧光粉混合的步骤包括，将所述陶
15 瓷原料、所述荧光粉与研磨溶剂混合球磨。

9、根据权利要求 1 至 7 中任一项所述的制备方法，其特征在于，所述混料步骤中，所述将陶瓷原料与荧光粉混合的步骤包括：将所述陶瓷原料、第一烧结助剂与所述荧光粉混合。

10、根据权利要求 9 所述的制备方法，其特征在于，所述第一烧结
20 助剂包括氧化镁、氧化铝、氧化钇、氟化钙和氟化镁中的至少一种。

11、根据权利要求 9 所述的制备方法，其特征在于，所述将所述陶瓷原料、第一烧结助剂与所述荧光粉混合的步骤包括：将所述陶瓷原料、所述第一烧结助剂与研磨溶剂混合球磨，然后干燥并煅烧，得到混合粉末，然后将该混合粉末与所述荧光粉混合；或者，

25 所述将所述陶瓷原料、第一烧结助剂与所述荧光粉混合的步骤包括：将所述陶瓷原料分散于非离子型表面活性剂水溶液，配置所述第一烧结助剂的可溶性盐溶液，将两溶液混合，再加入沉淀剂水溶液，得到悬浊液，将该悬浊液固液分离，将其中的固体成分在所述第一烧结助剂的可溶性盐的分解温度以上进行煅烧，得到混合粉末，然后将该混合粉
30 末与所述荧光粉混合。

12、根据权利要求 11 所述的制备方法，其特征在于，所述沉淀剂为可溶性碳酸氢铵、双氧水或氨水溶液。

13、根据权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于，所述荧光粉为铈掺杂的钇铝石榴石荧光粉。

5 14、一种陶瓷复合材料，由权利要求 1 至 13 中任一项所述的制备方法制备得到，所述陶瓷复合材料包括作为基质的陶瓷体及作为发光中心的荧光粉，所述发光中心被封装于所述基质内，所述陶瓷体为氧化铝陶瓷或氮化铝陶瓷。

10 15、一种光源装置，包括激发光源和如权利要求 14 所述的陶瓷复合材料，所述陶瓷复合材料位于所述激发光源的出射光光路上。

说明书附图

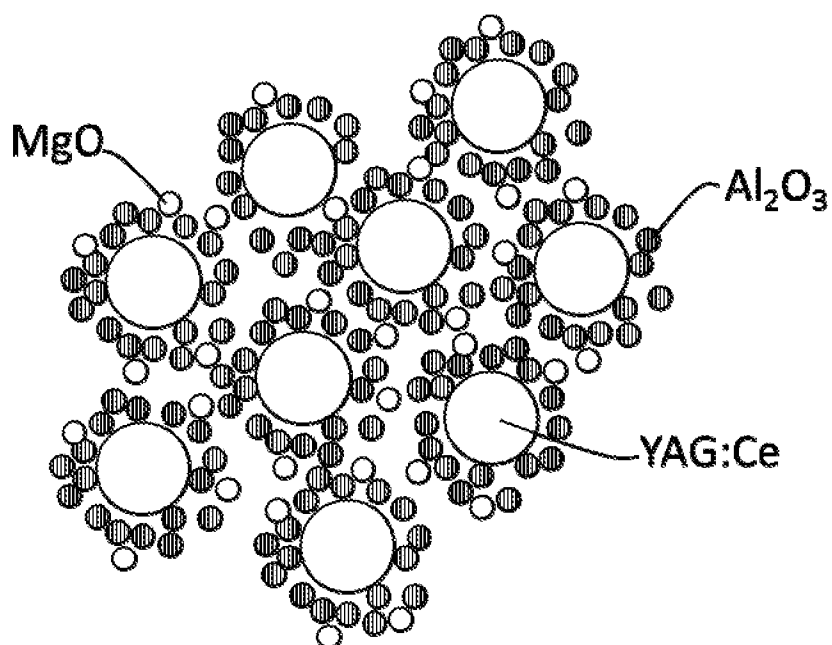


图 1

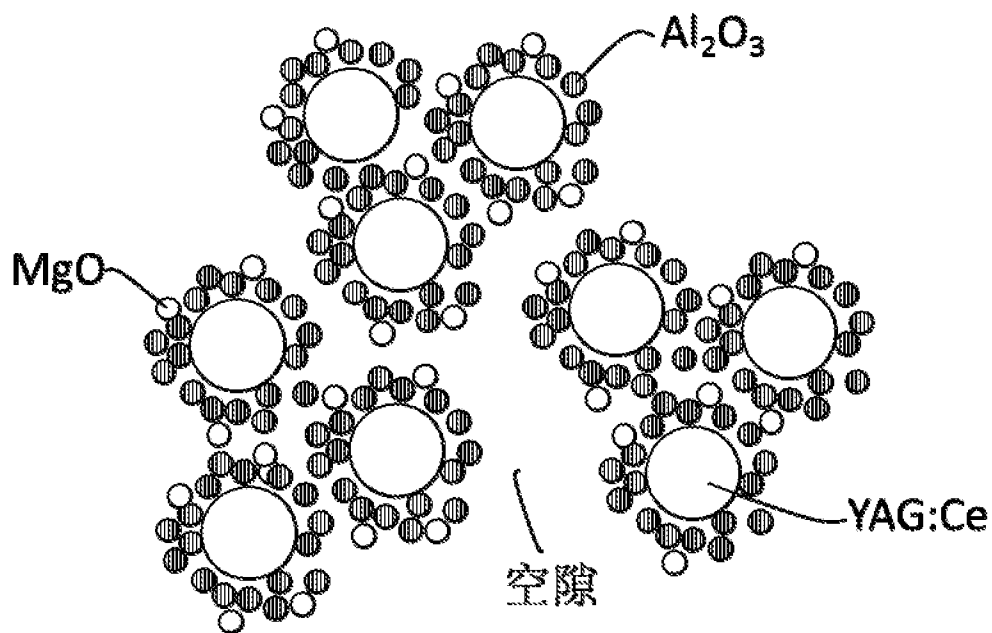


图 2

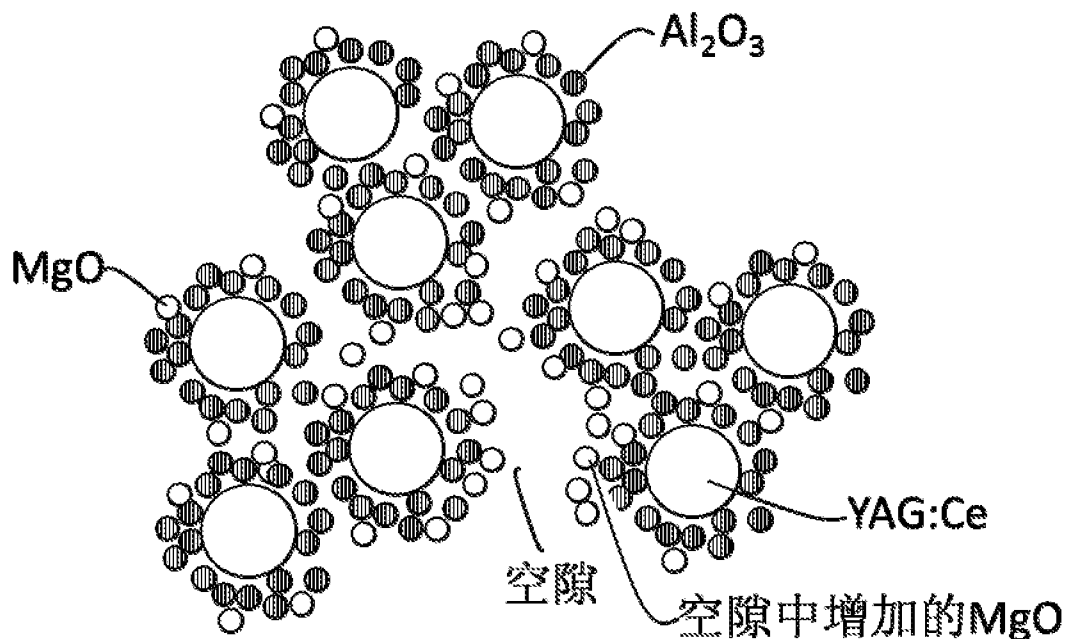


图 3

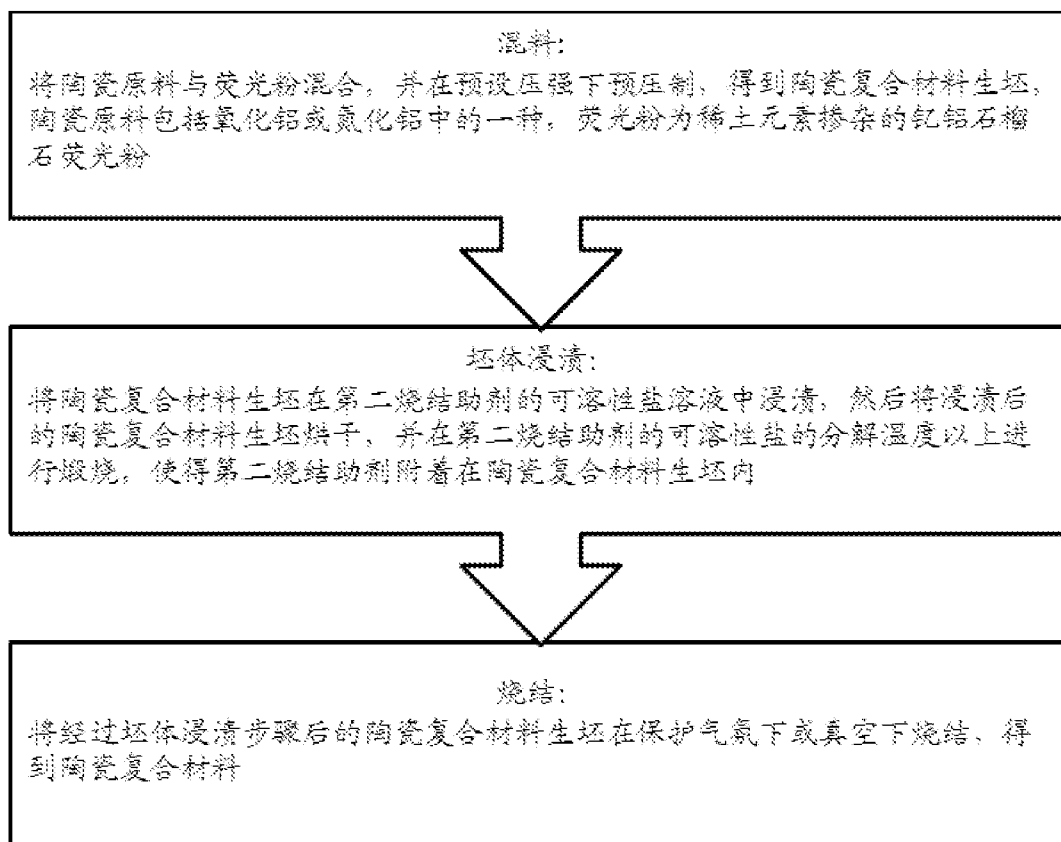


图 4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CN2017/086863

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C04B 35/10 (2006.01) i; C04B 35/628 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C04B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNXTX, VEN, CNKI: 陶瓷, 荧光粉, 烧结助剂, 陶瓷原料, 可溶性盐, 氧化铝, 氮化铝, 稀土, 掺杂, 石榴石, 荧光陶瓷, YAG, ceramic, phosphor, sintering aids, sintering assistant, ceramic raw materials, soluble salt, alumina, aluminum oxide, aluminum nitride, rare earth, doping, garnet, fluorescent ceramics

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	CN 104291796 A (SHANGHAI SANSI TECHNOLOGY CO., LTD. et al.), 21 January 2015 (21.01.2015), claims 1 and 2	1-15
Y	CN 102757237 A (AEROSPACE RESEARCH INSTITUTE OF MATERIALS & PROCESSING TECHNOLOGY et al.), 31 October 2012 (31.10.2012), claim 1	1-15

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date	“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	“&” document member of the same patent family
“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search 28 August 2017	Date of mailing of the international search report 13 September 2017
Name and mailing address of the ISA State Intellectual Property Office of the P. R. China No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao Haidian District, Beijing 100088, China Facsimile No. (86-10) 62019451	Authorized officer LI, Lianlian Telephone No. (86-10) 62084694

International application No.
PCT/CN2017/086863

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (July 2009)

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2017/086863

A. 主题的分类

C04B 35/10(2006.01)i; C04B 35/628(2006.01)i

按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类

B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

C04B

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))

CNTXT, VEN, CNKI: 陶瓷, 荧光粉, 烧结助剂, 陶瓷原料, 可溶性盐, 氧化铝, 氮化铝, 稀土, 掺杂, 石榴石, 荧光陶瓷, YAG, ceramic, phosphor, sintering aids, sintering assistant, ceramic raw materials, soluble salt, alumina, aluminum oxide, aluminum nitride, rare earth, doping, garnet, fluorescent ceramics

C. 相关文件

类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
Y	CN 104291796 A (上海三思电子工程有限公司等) 2015年 1月 21日 (2015 - 01 - 21) 权利要求1、2	1-15
Y	CN 102757237 A (航天材料及工艺研究所等) 2012年 10月 31日 (2012 - 10 - 31) 权利要求1	1-15

☐ 其余文件在C栏的续页中列出。☒ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型:

“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件 (如具体说明的)

“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件

“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性

“&” 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期

2017年 8月 28日

国际检索报告邮寄日期

2017年 9月 13日

ISA/CN的名称和邮寄地址

中华人民共和国国家知识产权局(ISA/CN)
中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088

传真号 (86-10)62019451

受权官员

李莲莲

电话号码 (86-10)62084694

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2017/086863

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)
CN	104291796	A	2015年 1月 21日	无			
CN	102757237	A	2012年 10月 31日	CN	102757237	B	2013年 11月 6日