[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C09K 11/64 (2006.01)

[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200710055398.9

[43] 公开日 2007 年 9 月 5 日

[11] 公开号 CN 101029229A

[22] 申请日 2007.3.12
[21] 申请号 200710055398.9
[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所
地址 130022 吉林省长春市人民大街 5625 号
[72] 发明人 尤洪鹏 李 文 洪广言
[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司
代理人 马守忠

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

[54] 发明名称

一种真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体及其制备方法

[57] 摘要

本发明涉及一种真空紫外激发的铝酸盐绿色荧光体及其制备方法。所涉及的荧光体为锰激活的铝酸盐，其化学组成式为：$Ba_{0.956}Mg_{0.912-x}Mn_xAl_{10.088}O_{17}$其中，$0.05 \leqslant x \leqslant 0.3$。选择含有铝源、钡源、镁源、锰源的原材料，加入 0～8％摩尔助熔剂进行混合，在还原气体中于 1350～1700℃下灼烧 1－10 小时，冷却，得到所述一种真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体。本发明获得的绿色荧光体在 147nm 真空紫外线激发下，其荧光寿命相当而亮度高于 $BaAl_{12}O_{19}:Mn$。它可用较好地满足于彩色大屏幕等离子体平板显示器、稀有气体灯等显示与照明器件的应用；同时，本发明提供了制备该荧光体的制备方法，其步骤和条件简单，易于操作。

1．一种真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体，其特征在于化学组成式为：

$Ba_{0.956}Mg_{0.912-x}Mn_xAl_{10.088}O_{17}$，其中，$0.05 \le x \le 0.3$。

2．如权利要求 1 所述的一种真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体的制备方法，其特征在于：

所采用的原材料为氧化锰、可以转化为氧化锰的化合物碳酸锰和硫酸锰至少一种；氧化钡、可以转化为氧化钡的化合物氢氧化钡和碳酸钡至少一种；氧化镁、可以转化为氧化镁的化合物氢氧化镁和碳酸镁至少一种；氧化铝、可以转化为氧化铝的化合物碳酸铝和氢氧化铝至少一种；

助熔剂为硼酸、氯化钡、氟化铵、氟化铝、氟化镁和氟化钡至少一种；

按照所述的荧光体的化学组成式的化学成分比例，称量原材料，再加入助熔剂进行混合，所述的助熔剂的摩尔数与所述的荧光体的化学组成式的摩尔数的比为0～8%，用碳或石墨在空气中燃烧产生的还原气体为反应气氛，或用体积比为 1～10%：99～90 %的H_2和N_2混合气体的反应气氛，在温度为 1350～1700 °，灼烧 1～10 小时，冷却，去除碳，球磨分散后，过筛后洗涤，烘干，得到一种真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体。

一种真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体及其制备方法

技术领域

本发明涉及一种真空紫外激发的铝酸盐绿色荧光体及其制备方法。

背景技术

近年来，真空紫外射线激发下发光器件获得了广泛的应用，其机理是通过稀有气体 Xe、Ne-Xe、Ar 等放电产生的真空紫外射线激发荧光体发射可见光。真空紫外射线激发下发光器件有彩色大屏幕高清晰度等离子体平板显示器(PDP)、无汞荧光灯等，PDP 是利用真空紫外射线激发不同的荧光体产生红、绿、蓝三种不同颜色的光从而显示彩色图象，PDP 具有体积小、厚度薄及图象逼真，以及易制成大面积等平板显示的优点，它在高清晰度电视（HDTV）、计算机显示器等诸多方面已经获得应用。

目前用于 PDP 的高效绿色发光材料主要是 Zn_2SiO_4:Mn，这种发光材料具有发光效率高，色纯度好等优点，但它荧光寿命过长。因此，有待于发展新型高效的真空紫外射线激发的发光材料。

由于真空紫外射线激发下高效的绿色荧光体是三基色发光材料的重要组成部分，提高它的发光亮度具有重要意义。因此人们在发展高效绿色荧光体方面进行了大量的研究工作，并不断地有专利相继公开，如，美国专利 5725800 公开了一种真空紫外激发下高效绿色荧光体，它们的组成为 $La_{1-a-b}Tb_aCe_bPO_4$，尽管其具有较高的发光效率，但其色纯度不如掺杂 Mn^{2+}离子的荧光体。又如美国专利 US5868963 公开了一种真空紫外激发下高效绿色荧光体 $BaAl_{12}O_{19}$:Mn 的制备方法，

该荧光体的在真空紫外射线激发下具有与 Zn_2SiO_4:Mn 相当的发光效率，而荧光寿命相对较短，可用于等离子平板电视中。

发明内容

本发明的一个目的之一是提供一种真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体，其发光效率更高。

本发明涉及的荧光体为锰激活的铝酸盐，其化学组成式为：

$\mathbf{Ba_{0.956}Mg_{0.912-x}Mn_xAl_{10.088}O_{17}}$

其中，$0.05 \le x \le 0.3$。

本发明的另一个目的是提供一种真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体的制备方法。其步骤和条件如下：

本发明的制备方法所采用的原材料为氧化锰、可以转化为氧化锰的化合物碳酸锰和硫酸锰至少一种；氧化钡、可以转化为氧化钡的化合物氢氧化钡和碳酸钡至少一种；氧化镁、可以转化为氧化镁的化合物氢氧化镁和碳酸镁至少一种；氧化铝、可以转化为氧化铝的化合物碳酸铝和氢氧化铝至少一种；

助熔剂为硼酸、氯化钡、氟化铵、氟化铝、氟化镁和氟化钡至少一种；

按照所述的荧光体的化学组成式的化学成分比例，称量原材料，再加入助熔剂进行混合，所述的助熔剂的摩尔数与所述的荧光体的化学组成式的摩尔数的比为 0～8%，用碳或石墨在空气中燃烧产生的还原气体为反应气氛，或用体积比为 1～10%：99～90%的 H_2 和 N_2 混合气体的反应气氛，在温度为 1350～1700 °，灼烧 1～10 小时，冷却，去除碳，球磨分散后，过筛后洗涤，烘干，得到一种真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体。

本发明获得的绿色荧光体在 147nm 真空紫外线激发下，其荧光寿命相当而亮度高于 $\mathbf{BaAl_{12}O_{19}}$:**Mn**。它可用较好地满足于彩色大屏幕

等离子体平板显示器的应用；同时，本发明提供了制备该荧光体的的制备方法，其步骤和条件简单，易于操作。

附图说明

图 1 为荧光体产物的 X 射线衍射谱

图 2 为 147nm 真空紫外线激发下的荧光体的发射光谱

具体实施方式

实施例 1

称取 $BaCO_3$ 0.0956 摩尔， Al_2O_3 0.5044 摩尔，MgO 0.0812, $MnCO_3$ 0.01 摩尔，AlF_3 0.005 摩尔，利用球磨机进行充分研磨混合，放入氧化铝坩埚内，在原材料中覆盖一层碳或石墨，盖好坩埚盖，放入高温炉内，1450 ℃, 灼烧 5 小时，自然冷却后取出，去除碳，球磨分散后，过筛后洗涤，烘干，得到一种高效真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体。其发光亮度为 102(比较样品为商用 $BaAl_{12}O_{19}$:Mn，其发光亮度为 100，以下各实施例相同)。

实施例 2

称取 $BaCO_3$ 0.0956 摩尔， Al_2O_3 0.5044 摩尔，MgO 0.0812, $MnSO_4 \bullet H_2O$ 0.01 摩尔，NH_4F 0.008 摩尔，其它条件同实施例 1，得到一种高效真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体。所获得的荧光体在 147nm 激发下亮度为 103。

实施例 3

称取 $BaCO_3$ 0.0956 摩尔， Al_2O_3 0.5044 摩尔，MgO 0.0812, $MnCO_3$ 0.01 摩尔，$BaCl_2 \bullet 2H_2O$ 0.005 摩尔，其它条件同实施例 1，得到一种真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体。所获得的荧光体在 147nm 激发下亮度为 101。

实施例 4

称取 $BaCO_3$ 0.0956 摩尔， Al_2O_3 0.5044 摩尔，MgO 0.0712, $MnCO_3$ 0.02 摩尔，AlF_3 0.005 摩尔，其它条件同实施例 1，得到一种真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体。所获得的荧光体在 147nm 激发下亮度为 106。

实施例 5

称取 $BaCO_3$ 0.0956 摩尔， Al_2O_3 0.5044 摩尔，MgO 0.0612, $MnCO_3$

0.03 摩尔，BaF_2 0.006 摩尔，其它条件同实施例 1，得到一种真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体。所获得的荧光体在 147nm 激发下亮度为 105。

实施例 6　称取 $BaCO_3$ 0.0956 摩尔，Al_2O_3 0.5044 摩尔，MgO 0.0612, $MnCO_3$ 0.03 摩尔，MgF_2 0.006 摩尔，其它条件同实施例 1，得到一种高效真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体。所获得的荧光体在 147nm 激发下亮度为 104。

实施例 6

称取 $BaCO_3$ 0.0956 摩尔，Al_2O_3 0.5044 摩尔，MgO 0.0712, $MnCO_3$ 0.02 摩尔，AlF_3 0.003 摩尔，在氮气和氢气(含有 5%体积的氢气)的还原气氛下，1450 ℃灼烧 4 小时，取出，研碎，得到一种真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体。所得荧光体的发光亮度为 106。

实施例 7

称取 $BaCO_3$ 0.0956 摩尔，Al_2O_3 0.5044 摩尔，MgO 0.0712, $MnCO_3$ 0.02 摩尔，AlF_3 0.007 摩尔，在氮气和氢气(含有 10%体积的氢气)的还原气氛下，1350 ℃灼烧 10 小时，取出，研碎，得到一种真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体。所得荧光体的发光亮度为 102。

实施例 8

称取 $BaCO_3$ 0.0956 摩尔，Al_2O_3 0.5044 摩尔，MgO 0.0862, $MnCO_3$ 0.005 摩尔，AlF_3 0.001 摩尔，在氮气和氢气(含有 1%体积的氢气)的还原气氛下，1700 ℃灼烧 1 小时，取出，研碎，得到一种真空紫外线激发的铝酸盐绿色荧光体。所得荧光体的发光亮度为 101。

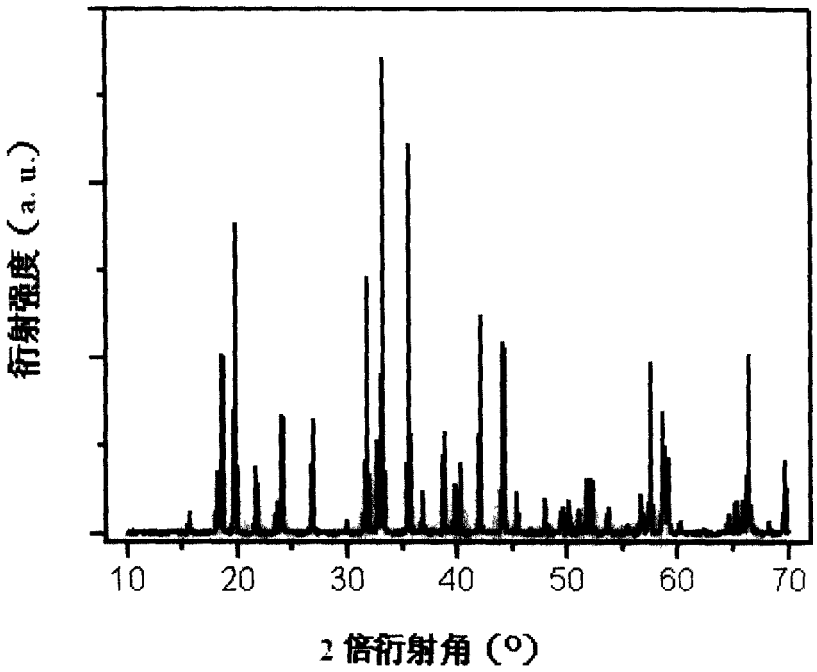
衍射强度（a. u.）
10
20
30
40
50
60
70
2 倍衍射角（°）

图 1

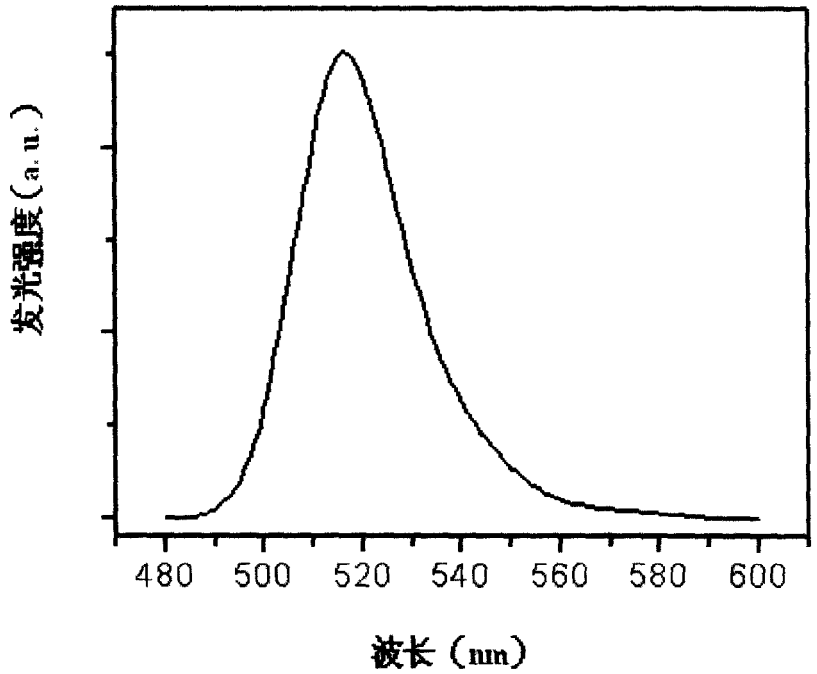
发光强度（a. u.）
480
500
520
540
560
580
600
波长（nm）

图 2