



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101717638 A

(43) 申请公布日 2010.06.02

(21) 申请号 200910217921.2

(22) 申请日 2009.11.26

(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 宋艳华 洪广言

(74) 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任
公司 22001

代理人 马守忠

(51) Int. Cl.

C09K 11/79 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 7 页 附图 2 页

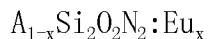
(54) 发明名称

一种场发射用荧光粉及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及场发射用荧光粉及其制备方法。该场发射用荧光粉的化学式为 $A_{1-x}Si_2O_2N_2:Eu_x$ ，其中， $0 < x \leq 0.2$ ；A 为 Ba 和 Sr 的至少一种，Ba 和 Sr 为任意摩尔比。选择碳酸盐、氮化物及氧化物为原料，并加入 0 ~ 5% 摩尔助熔剂进行混合，在还原气氛或氮气下于 1200℃ 烧结 2 小时，再在还原气氛或氮气下于 1500 ~ 1550℃ 烧结 2-6 小时，冷却得到场发射用荧光粉。本发明制备的场发射用荧光粉发射在 490 和 532 纳米之间可变化。荧光寿命为 0.50 和 0.77 微秒。发光量子效率达到 91%。与商用 ZnO : Zn 相比，具有更高的色纯度。

1. 场发射用荧光粉,其特征在于,其化学式为:



其中, $0 < x \leq 0.2$;A 为 Ba 和 Sr 的至少一种,Ba 和 Sr 为任意摩尔比。

2. 如权利要求 1 所述的场发射用荧光粉的制备方法,其特征在于,步骤和条件如下:

原料为含 A 的碳酸盐、含硅的氮化物及氧化物和含铕的氧化物,其中,A 为 Ba 和 Sr 的至少一种;

助熔剂为氯化铵、氟化铵和硼酸至少一种;

按化学式 $A_{1-x}Si_2O_2N_2:Eu_x$ 的化学计量比称取原料,再加入助熔剂进行混合;所述的助熔剂的摩尔数与化学式 $A_{1-x}Si_2O_2N_2:Eu_x$ 的总摩尔数的比为 $0 \sim 5\% : 1$,然后在还原气氛或氮气下于 1200°C 烧结 2 小时,再在还原气氛或氮气下于 $1500 \sim 1550^\circ\text{C}$ 烧结 2-6 小时,冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉;所述还原气氛为体积比为 $1 \sim 5\% : 99 \sim 95\%$ 的 H_2 和 N_2 混合气体。

一种场发射用荧光粉及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种场发射用荧光粉及其制备方法。

背景技术

[0002] 场发射显示器 (FED) 是一种新发展起来的平板显示器,其工作原理和传统的阴极射线管类似,是通过电子束轰击显示屏上的荧光粉而成像的。与其它的平板显示器 (FPD) 相比,FED 在亮度、视角、响应时间、工作温度范围、能耗等方面均具有潜在的优势。制备优良性能 FED 的关键因素之一是荧光粉的制备。目前采用的荧光材料主要是一些用于普通阴极射线管和投影电视显像管的荧光粉:蓝粉 $\text{ZnS:Ag, Cl, SrGa}_2\text{S}_4:\text{Ce}$ [参考文献 Zhang F. L., Yang S., Stoffers C., Appl. Phys. Lett., 72, 2226 (1998)], $\text{Y}_2\text{SiO}_5:\text{Ce}$ [参考文献 Lee R. Y., Kim S. W., J. Lumin., 93, 93 (2001)]; 绿粉 $\text{SrGa}_2\text{S}_4:\text{Eu}$ [参考文献 Yang S., Stoffers C. Zhang F., Appl. Phys. Lett., 72, 158 (1998)], $\text{ZnGa}_2\text{O}_4:\text{Mn}$ [参考文献 Kim J. Y., Jeon D. Y., Yu L., J. Electrochem. Soc. 147, 3559 (2000)]; 红粉 $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}$ [参考文献 Shea L. E., Materials Science Program [D]. San Diego, USA: University of California, 1997.], $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}$ [参考文献 Mays R., Measured data [Z]. Sandia, USA: Sandia National Laboratories, 1997]。硫化物系列有较高的发光亮度,而其稳定性较差,在低压大电流电子束轰击下容易分解产生硫,一方面使材料本身的性能衰退,另一方面硫对阴极电子发射针有严重的“毒化”作用。氧化物系列具有较高的稳定性,但其发光亮度不如硫化物系列。除红、绿、蓝粉外,青色荧光粉也逐渐成为研发热点。目前氮化物及氮氧化物荧光粉引起大家的关注。此系列荧光粉具有良好的化学和热稳定性,可被紫外或蓝光有效激发。可望在白光 LED 中获得应用,而它们作为场发射显示用荧光粉尚未见报道。

发明内容

[0003] 本发明的目的之一是提供一种场发射用荧光粉。其化学式为:

[0004] $\text{A}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}_x$

[0005] 其中, $0 < x \leq 0.2$; A 为 Ba 和 Sr 的至少一种, Ba 和 Sr 为任意摩尔比。

[0006] 本发明的目的之二是提供所述的场发射用荧光粉的制备方法,其步骤和条件如下:

[0007] 原料为含 A 的碳酸盐、含硅的氮化物及氧化物和含铕的氧化物,其中, A 为 Ba 和 Sr 的至少一种;

[0008] 助熔剂为氯化铵、氟化铵和硼酸至少一种;

[0009] 按化学式 $\text{A}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}_x$ 的化学计量比称取原料,再加入助熔剂进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,然后在还原气氛或氮气下于 1200°C 烧结 2 小时,再在还原气氛或氮气下于 $1500 \sim 1550^\circ\text{C}$ 烧结 2-6 小时,冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉;所述的还原气氛为体积比为 $1 \sim 5\% : 99 \sim 95\%$ 的 H_2 和 N_2 混合气体;所述的助熔剂的摩尔数与化学式 $\text{A}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}_x$ 的总摩尔数的比为 $0 \sim 5\% : 1$ 。

[0010] 有益效果：本发明制备的场发射用荧光粉发射在 490 和 532 纳米之间可变化。荧光寿命为 0.50 和 0.77 微秒（见图 2）。发光量子效率达到 91%。与商用 ZnO : Zn 相比，具有更高的色纯度（见图 3）。

附图说明

[0011] 图 1 是场发射用荧光粉的低压（激发电压：3.0kV）阴极射线光谱图。其中，曲线（a）是实施例 5 的场发射用荧光粉的（激发电压：3.0kV）阴极射线光谱图；曲线（b）是实施例 17 的场发射用荧光粉的（激发电压：3.0kV）阴极射线光谱图。

[0012] 图 2 曲线（A）是实施例 5 荧光寿命曲线，荧光寿命为 0.77 微秒；曲线（B）是实施例 17 的荧光寿命曲线，荧光寿命为 0.50 微秒。

[0013] 图 3 是 1 点是实施例 5 的场发射用荧光粉的色坐标，其中， $x = 0.14$ ； $y = 0.35$ ；2 点是实施例 17 的场发射用荧光粉的色坐标，其中， $x = 0.28$ ； $y = 0.57$ 。3 点是商用荧光粉 ZnO:Zn 的色坐标，其中， $x = 0.25$ ； $y = 0.45$ 。

具体实施方式

[0014] 实施例 1

[0015] 室温下，称取 BaCO₃ 0.5861 克，Si₃N₄ 0.2806 克，Eu₂O₃ 0.0053 克，进行充分研磨混合，放入刚玉坩锅内，放入高温炉内，在 N₂ 气氛下于 1200℃ 烧结 2 小时，再于 1500℃ N₂ 气氛下煅烧 2 小时，将所得产物冷却至室温，置于研钵中研磨均匀，得到场发射用荧光粉，其组成为 Ba_{0.99}Si₂O₂N₂:Eu²⁺_{0.01}。

[0016] 实施例 2

[0017] 室温下，称取 BaCO₃ 0.5802 克，Si₃N₄ 0.2806 克，Eu₂O₃ 0.0106 克，进行充分研磨混合，放入刚玉坩锅内，放入高温炉内，在 N₂ 气氛下于 1200℃ 烧结 2 小时，再于 1500℃ N₂ 气氛下煅烧 2 小时，将所得产物冷却至室温，置于研钵中研磨均匀，得到场发射用荧光粉，其组成为 Ba_{0.98}Si₂O₂N₂:Eu²⁺_{0.02}。

[0018] 实施例 3

[0019] 室温下，称取 BaCO₃ 0.5742 克，Si₃N₄ 0.2806 克，Eu₂O₃ 0.0158 克，进行充分研磨混合，放入刚玉坩锅内，放入高温炉内，在 N₂ 气氛下于 1200℃ 烧结 2 小时，再于 1500℃ N₂ 气氛下煅烧 2 小时，将所得产物冷却至室温，置于研钵中研磨均匀，得到场发射用荧光粉，其组成为 Ba_{0.97}Si₂O₂N₂:Eu²⁺_{0.03}。

[0020] 实施例 4

[0021] 室温下，称取 BaCO₃ 0.5683 克，Si₃N₄ 0.2806 克，Eu₂O₃ 0.0211 克，进行充分研磨混合，放入刚玉坩锅内，放入高温炉内，在 N₂ 气氛下于 1200℃ 烧结 2 小时，再于 1500℃ N₂ 气氛下煅烧 2 小时，将所得产物冷却至室温，置于研钵中研磨均匀，得到场发射用荧光粉，其组成为 Ba_{0.96}Si₂O₂N₂:Eu²⁺_{0.04}。

[0022] 实施例 5

[0023] 室温下，称取 BaCO₃ 0.5624 克，Si₃N₄ 0.2806 克，Eu₂O₃ 0.0264 克，进行充分研磨混合，放入刚玉坩锅内，放入高温炉内，在 N₂ 气氛下于 1200℃ 烧结 2 小时，再于 1500℃ N₂ 气氛下煅烧 2 小时，将所得产物冷却至室温，置于研钵中研磨均匀，得到场发射用荧光粉，其组

成为 $\text{Ba}_{0.95}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。

[0024] 实施例 6

[0025] 室温下,称取 BaCO_3 0.5565 克, Si_3N_4 0.2806 克, Eu_2O_3 0.0317 克,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在 N_2 气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1500°C N_2 气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Ba}_{0.94}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.06}$ 。

[0026] 实施例 7

[0027] 室温下,称取 BaCO_3 0.5506 克, Si_3N_4 0.2806 克, Eu_2O_3 0.0370 克,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在 N_2 气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1500°C N_2 气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Ba}_{0.93}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.07}$ 。

[0028] 实施例 8

[0029] 室温下,称取 BaCO_3 0.5446 克, Si_3N_4 0.2806 克, Eu_2O_3 0.0422 克,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在 N_2 气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1500°C N_2 气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Ba}_{0.92}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.08}$ 。

[0030] 实施例 9

[0031] 室温下,称取 BaCO_3 0.5387 克, Si_3N_4 0.2806 克, Eu_2O_3 0.0475 克,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在 N_2 气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1500°C N_2 气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Ba}_{0.91}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.09}$ 。

[0032] 实施例 10

[0033] 室温下,称取 BaCO_3 0.5328 克, Si_3N_4 0.2806 克, Eu_2O_3 0.0528 克,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在 N_2 气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1500°C N_2 气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Ba}_{0.90}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.10}$ 。

[0034] 实施例 11

[0035] 室温下,称取 BaCO_3 0.5624 克, Si_3N_4 0.2806 克, Eu_2O_3 0.0264 克,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1500°C 还原气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Ba}_{0.95}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 1% : 99% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0036] 实施例 12

[0037] 室温下,称取 BaCO_3 0.5624 克, Si_3N_4 0.2806 克, Eu_2O_3 0.0264 克,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1500°C 还原气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Ba}_{0.95}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0038] 实施例 13

[0039] 室温下,称取 BaCO_3 0.5624 克, Si_3N_4 0.2806 克, Eu_2O_3 0.0264 克,再加入助熔剂 NH_4Cl 0.0048 克进行充分研磨混合,所述助熔剂的摩尔数与所述荧光粉的化学组成式的总的摩尔数比为 3%,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1500°C 还原气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Ba}_{0.95}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0040] 实施例 14

[0041] 室温下,称取 BaCO_3 0.5624 克, Si_3N_4 0.2806 克, Eu_2O_3 0.0264 克, NH_4F 0.0033 克进行充分研磨混合,所述助熔剂的摩尔数与所述荧光粉的化学组成式的总的摩尔数比为 3%,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1500°C 还原气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Ba}_{0.95}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0042] 实施例 15

[0043] 室温下,称取 BaCO_3 0.5624 克, Si_3N_4 0.2806 克, Eu_2O_3 0.0264 克, H_3BO_3 0.0056 克进行充分研磨混合,所述助熔剂的摩尔数与所述荧光粉的化学组成式的总的摩尔数比为 3%,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1500°C 还原气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Ba}_{0.95}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0044] 实施例 16

[0045] 室温下,称取 BaCO_3 0.5624 克, SiO_2 0.0361 克, Si_3N_4 0.2520 克, Eu_2O_3 0.0264 克,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1500°C 还原气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Ba}_{0.95}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0046] 实施例 17

[0047] 室温下,称取 SrCO_3 0.7012 克, Si_3N_4 0.4770 克, Eu_2O_3 0.0440 克,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1550°C 还原气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Sr}_{0.95}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0048] 实施例 18

[0049] 室温下,称取 SrCO_3 0.6643 克, Si_3N_4 0.4770 克, Eu_2O_3 0.0880 克,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1550°C 还原气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Sr}_{0.90}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.10}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0050] 实施例 19

[0051] 室温下,称取 SrCO_3 0.5905 克, Si_3N_4 0.4770 克, Eu_2O_3 0.1760 克,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1550°C 还原气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Sr}_{0.80}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.20}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0052] 实施例 20

[0053] 室温下,称取 SrCO_3 0.7012 克, SiO_2 0.0601 克, Si_3N_4 0.4770 克, Eu_2O_3 0.0440 克,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1550°C 还原气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Sr}_{0.95}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0054] 实施例 21

[0055] 室温下,称取 SrCO_3 0.7012 克, Si_3N_4 0.4200 克, Eu_2O_3 0.0440 克, NH_4Cl 0.0081 克,所述助熔剂的摩尔数与所述荧光粉的化学组成式的总摩尔数比为 5%,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1550°C 还原气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Sr}_{0.95}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0056] 实施例 22

[0057] 室温下,称取 SrCO_3 0.7012 克, Si_3N_4 0.4200 克, Eu_2O_3 0.0440 克, NH_4F 0.0056 克,所述助熔剂的摩尔数与所述荧光粉的化学组成式的总摩尔数比为 3%,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1550°C 还原气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Sr}_{0.95}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0058] 实施例 23

[0059] 室温下,称取 SrCO_3 0.7012 克, Si_3N_4 0.4200 克, Eu_2O_3 0.0440 克, H_3BO_3 0.0093 克,所述助熔剂的摩尔数与所述荧光粉的化学组成式的总摩尔数比为 3%,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1550°C 还原气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Sr}_{0.95}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0060] 实施例 24

[0061] 室温下,称取 SrCO_3 0.3691 克, BaCO_3 0.4440 克, Si_3N_4 0.4200 克, Eu_2O_3 0.0440 克, H_3BO_3 0.0093 克,所述助熔剂的摩尔数与所述荧光粉的化学组成式的总摩尔数比为 3%,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1550°C 还原气氛下煅烧 2 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Sr}_{0.50}\text{Ba}_{0.45}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0062] 实施例 25

[0063] 室温下,称取 SrCO_3 0.3691 克, BaCO_3 0.4440 克, Si_3N_4 0.4200 克, Eu_2O_3 0.0440 克,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1550°C 还原气氛下煅烧 6 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Sr}_{0.50}\text{Ba}_{0.45}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0064] 实施例 26

[0065] 室温下,称取 SrCO_3 0.3691 克, BaCO_3 0.4440 克, Si_3N_4 0.4200 克, Eu_2O_3 0.0440 克, NH_4Cl 0.0048 克, NH_4F 0.0022 克,所述助熔剂的摩尔数与所述荧光粉的化学组成式的总摩尔数比为 5%,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1550°C 还原气氛下煅烧 6 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Sr}_{0.50}\text{Ba}_{0.45}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0066] 实施例 27

[0067] 室温下,称取 SrCO_3 0.3691 克, BaCO_3 0.4440 克, Si_3N_4 0.4200 克, Eu_2O_3 0.0440 克, NH_4Cl 0.0048 克, H_3BO_3 0.0037 克,所述助熔剂的摩尔数与所述荧光粉的化学组成式的总摩尔数比为 5%,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1550°C 还原气氛下煅烧 6 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Sr}_{0.50}\text{Ba}_{0.45}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0068] 实施例 28

[0069] 室温下,称取 SrCO_3 0.3691 克, BaCO_3 0.4440 克, Si_3N_4 0.4200 克, Eu_2O_3 0.0440 克, NH_4F 0.0033 克, H_3BO_3 0.0048 克,所述助熔剂的摩尔数与所述荧光粉的化学组成式的总摩尔数比为 5%,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1550°C 还原气氛下煅烧 6 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Sr}_{0.50}\text{Ba}_{0.45}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0070] 实施例 29

[0071] 室温下,称取 SrCO_3 0.3691 克, BaCO_3 0.4440 克, Si_3N_4 0.4200 克, Eu_2O_3 0.4770 克, NH_4Cl 0.0016 克, NH_4F 0.0033 克, H_3BO_3 0.0048 克,所述助熔剂的摩尔数与所述荧光粉的化学组成式的总摩尔数比为 5%,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1550°C 还原气氛下煅烧 6 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Sr}_{0.50}\text{Ba}_{0.45}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0072] 实施例 30

[0073] 室温下,称取 SrCO_3 0.0369 克, BaCO_3 0.8880 克, Si_3N_4 0.4200 克, Eu_2O_3 0.0440 克,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 1200°C 烧结 2 小时,再于 1550°C 还原气氛下煅烧 6 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $\text{Ba}_{0.90}\text{Sr}_{0.05}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为

5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0074] 实施例 31

[0075] 室温下,称取 $SrCO_3$ 0.6642 克, $BaCO_3$ 0.0493 克, Si_3N_4 0.4200 克, Eu_2O_3 0.0440 克, 进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 $1200^\circ C$ 烧结 2 小时,再于 $1550^\circ C$ 还原气氛下煅烧 6 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $Sr_{0.90}Ba_{0.05}Si_2O_2N_2:Eu^{2+}_{0.05}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

[0076] 实施例 32

[0077] 室温下,称取 $SrCO_3$ 0.5535 克, $BaCO_3$ 0.0493 克, Si_3N_4 0.4200 克, Eu_2O_3 0.1760 克,进行充分研磨混合,放入刚玉坩锅内,放入高温炉内,在还原气氛下于 $1200^\circ C$ 烧结 2 小时,再于 $1550^\circ C$ 还原气氛下煅烧 6 小时,将所得产物冷却至室温,置于研钵中研磨均匀,得到场发射用荧光粉,其组成为 $Sr_{0.75}Ba_{0.05}Si_2O_2N_2:Eu^{2+}_{0.20}$ 。所述还原气氛为体积比为 5% : 95% 的 H_2 和 N_2 混合气体为反应气氛。

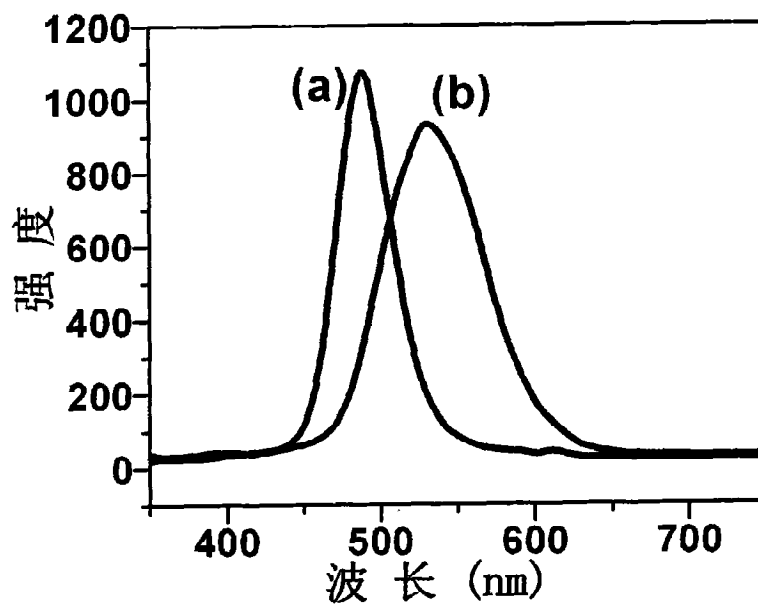


图 1

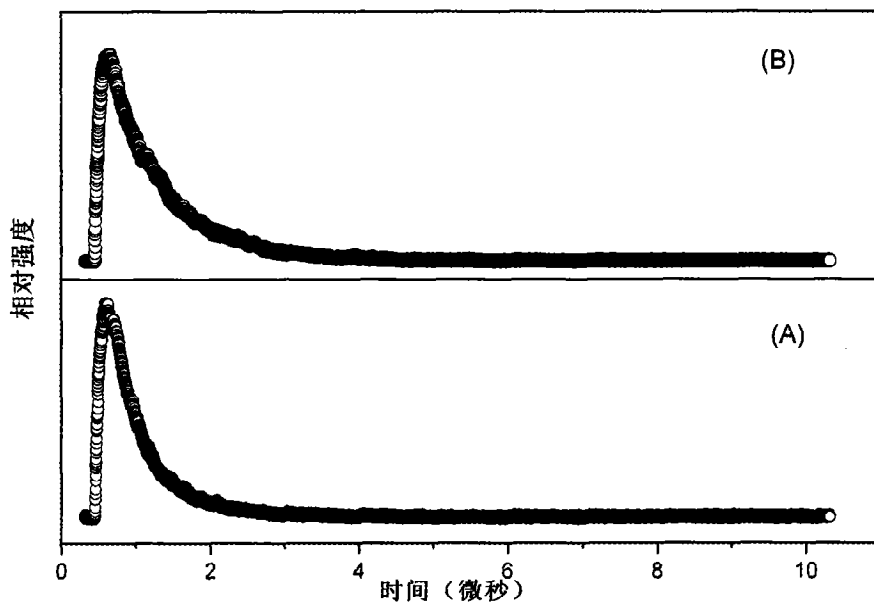


图 2

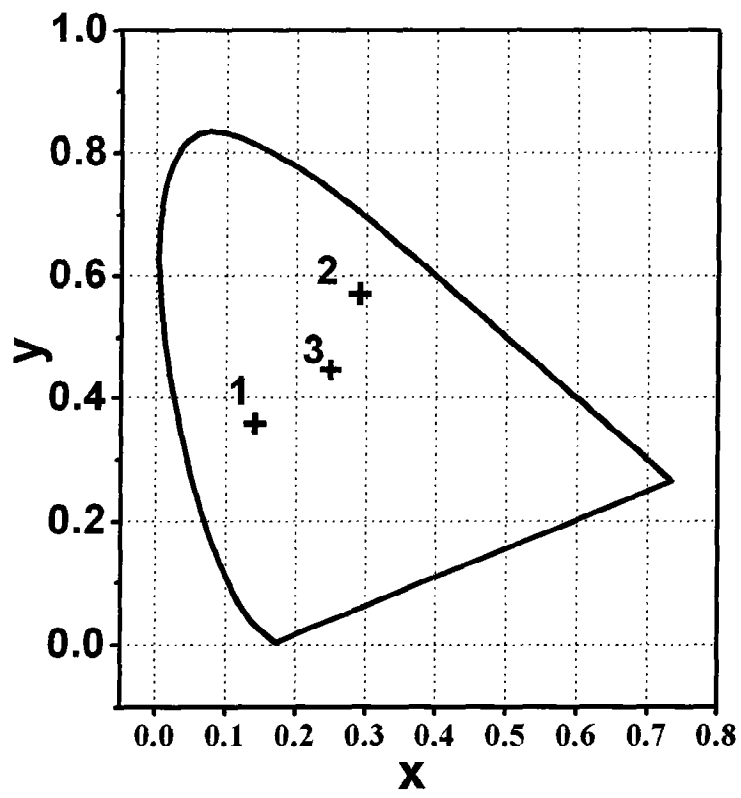


图 3