



[12] 发明专利申请公开说明书

[21]申请号 95104913.5

[51]Int.Cl⁶

[43]公开日 1996年11月13日

C09K 11/81

[22]申请日 95.5.10
[71]申请人 中国科学院长春应用化学研究所
地址 130022吉林省长春市斯大林大街109号
[72]发明人 石春山 叶泽人 高勇
吴鄂 尤洪鹏

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 单基双掺稀土三基色荧光材料的制备

[57]摘要

本发明属于单基双掺稀土三基色荧光材料的制备。

本发明利用稀土离子的电子组态具有共轭性，在一定条件下共轭的一对稀离子可以实现电子转移而产生价态变化的原理，在碱土金属含氧酸盐中掺入 Eu^{3+} 和 Tb^{3+} 经烧结得到三种发射共存的荧光体系。

本发明制备的稀土三基色荧光材料只用一种基质化合物，只采用二种稀土激活离子 Eu^{3+} 和 Tb^{3+} ，不须特别条件制备 Eu^{2+} ，只在空气中合成，因此改善和简化了工艺条件。

权 利 要 求 书

1. 一种单基双掺稀土三基色荧光材料的制备方法,其特征是选择碱土金属包括 Ca、Sr、Ba 的含氧酸盐,包括硼酸盐、磷酸盐中掺入摩尔量为 $x\text{Eu}^{3+}$ 及 $y\text{Tb}^{3+}$,其中 $x:0.02\sim0.06$, $y:0.001\sim0.01$ 在空气中 $850^{\circ}\text{C}\sim1000^{\circ}\text{C}$ 固相反应 2—4 h,冷却得到白色粉末,254 nm 或 365 nm 紫外光激发下,得到 614 nm(红光),545 nm(绿光)和 428 nm(蓝光)三种发射共存的荧光体系,即单基双掺稀土三基色荧光材料。

说明书

单基双掺稀土三基色荧光材料的制备

本发明属于单基双掺稀土三基色荧光材料的制备。

荷兰飞利浦公司 J. M. P. J. Verstegen 在美国电化学会志(J. Electrochem. Soc)1974 年 121 卷 12 期 1627 页公开了题为“光效为 80 流明/瓦. 显色指数约为 85 的新一代豪华型荧光灯”该技术采用稀土三基色粉的合成方法,在不同条件下分别合成出发红光的 $(Y_1Eu)_2O_3$, 发绿光的 $(Ce, Tb)MgAl_{11}O_{19}$ 及发兰光的 $(Ba_1Eu)Mg_2Al_{16}O_{27}$, 然后将这三种单色粉按一定比例混合制成一定要求的荧光粉,其中产生兰发射的稀土离子 Eu^{2+} 必须采用特殊手段由 Eu^{3+} 还原获得,制备工艺复杂。

本发明的目的是利用稀土离子的电子组态具有共轭性,在一定条件下共轭的一对稀土离子可以实现电子转移而产生价态变化的原理,在碱土金属含氧酸盐中掺入 Eu^{3+} 和 Tb^{3+} 经烧结得到三种发射共存的荧光体系。

本发明选择碱土金属包括 Ca、Sr、Ba 的含氧酸盐,包括硼酸盐、磷酸盐中掺入摩尔量为 xEu^{3+} 及 yTb^{3+} , 其中 $x:0.02\sim0.06$, $y:0.001\sim0.01$ 在空气中 $850^{\circ}C\sim1000^{\circ}C$ 固相反应 2—4 h, 冷却得到白色粉末, 254 nm 或 365 nm 紫外光激发下, 得到 614 nm(红光), 545 nm(绿光)和 428 nm(兰光)三种发射共存的荧光体系, 即单基双掺稀土三基色荧光材料。

本发明制备的稀土三基色荧光材料只用一种基质化合物, 只采用二种稀土激活离子 Eu^{3+} 和 Tb^{3+} , 不须特别条件制备 Eu^{2+} , 只在空气中合成, 因此改善和简化了工艺条件。

本发明提供的实施例如下：

实施例 1：

SrB_4O_7 :Eu, Tb 体系：

H_3BO_3 (分析纯)、 SrCO_3 (分析纯) 及 99.99% Eu_2O_3 , 99.99% Tb_4O_7 , 按摩尔比称取各原料。 Eu^{3+} 掺入重 0.04 mol, Tb^{3+} 为 0.002 mol, 硼酸过量 10%, 在玛瑙乳钵中滴加少许无水乙醇将各原料混在刚玉坩锅中硅碳管炉中空气中预烧 1 h, 升温至 850℃ 烧 2 h, 冷却至室温, 得白色粉末, 样品在 254 nm 和 365 nm 激发下, 发射峰位于 378 nm、428 nm 和 614 nm。

实施例 2：

LaPO_4 :Eu, Tb 体系：

La_2O_3 (99.99%), Eu_2O_3 (99.99%), Tb_4O_7 (99.99%), $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (分析纯), 按化学计量比称取各原料, Eu^{3+} 掺入量为 0.04 mol, Tb^{3+} 为 0.002 mol, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 过量 0.15 mol, 在玛瑙乳钵中研混, 放入刚玉坩锅置于硅碳管炉中 300℃ 预烧 1 h, 升温至 900℃ 烧 2 h, 冷却取出, 加 25 w/o $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, 再次研磨后, 于 1000℃ 再次灼烧 2 h, 冷却至室温, 得白色粉体。样品经 254 nm 和 365 nm 激发, 发射峰位于 612 nm, 545 nm 及 420 nm。

实施例 3：

SrB_2O_4 , Eu, Tb 体系：

H_3BO_3 、 SrCO_3 均为分析纯, Eu_2O_3 、 Tb_4O_7 、 CeO_2 均为 99.99%, 按化学计量比称取各原料, Eu^{3+} 掺入重为 0.02 mol, Tb^{3+} 为 0.004 mol, Ce^{3+} 为 0.002 mol, H_3BO_3 过量 10% 左右, 将各原料在玛瑙乳钵中充分研混, 装入瓷坩锅中, 置于硅碳管炉中空气中预

烧 1 h, 升温至 850℃, 烧 2 h, 冷却至室温, 得白色粉体, 样品经 254 nm, 365 nm 激发下发射峰为 614 nm、545 nm 及 428 nm(378 nm) 但 614 nm 及 545 nm 发射强度比不掺 Ce^{3+} 样品明显增强。