

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl⁶

C09K 9/00



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 96123701.5

[43]公开日 1998年7月8日

[11] 公开号 CN 1186835A

[22]申请日 96.12.30

[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159号

[72]发明人 张洪杰 杨魁跃 崔海宁 倪嘉纘

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 农膜稀土荧光粉转换剂的制备

[57]摘要

本发明提供一种农膜稀土荧光粉转换剂的制备方法,即选择对稀土离子铕能量传递效率高、光稳定性好的羧酸配体,稀土镧、钇或者铈作为基质,用少量的铕离子作为激活剂合成出新型的农膜荧光粉转换剂,其外观呈白色,激发光谱是宽带 240—420nm,最大值位于 280nm,发射光谱是窄带 580—630nm,最大值位于 612nm,其中 580—600nm 的橙光发射只占总发射强度的 3%。因此,它可以吸收太阳辐射中的短波紫外光,发射亮度大、效率高、色纯度好的红光。

(BJ)第 1456 号

权利要求书

1、一种农膜稀土荧光粉转换剂的制备方法,其特征在于选择的原料由下列组分构成,其通式为 LnL_4 ,其中 Ln =镧,铈,铈,镨; L =1-羟基-2-苯甲酸,均苯四甲酸;邻苯甲酰苯甲酸,使用的试剂为盐酸,氨水等常见化学试剂,按化学计量比称取稀土氧化物,其中基质 La_2O_3 , Y_2O_3 , CeO_2 的总和占重量比的90%,激活剂 Eu_2O_3 占重量的10%,把基质和激活剂混合溶解于1:1的稀盐酸中,把配体羧酸溶解在蒸馏水中,两种溶液混合后,调节 $PH=3-6$,采用的工艺流程为溶解→搅拌→沉淀→过滤→烘干→研磨→过筛→成品,得到的荧光转换剂外观呈白色其激发光谱是一个宽带240-420 nm,最大激发波长位于280 nm,发射光谱是一个窄带580-630 nm,最大值位于612 nm,其中580-600 nm的橙光发射只占总发射强度的3%,因此,它可以吸收太阳辐射中的短波紫外光,发射亮度大、效率高、色纯度好的红光,此荧光转换剂使用寿命长,分散性好,透光率、膜物理机械性能达国标.

说明书

农膜稀土荧光粉转换剂的制备

本发明属于农膜稀土荧光粉转换剂的制备方法。

农业生产的发展日益依赖于高技术的采用,目前农业部门迫切要求研制性能优良的红光转换剂。因为红光转换剂用在农膜中,可将太阳辐射中对蔬菜有害的紫外光转换成红光,促进蔬菜的生长,从而达到增温、早熟、增产、增收的效果。某些稀土有机配合物具有发光效率高、色纯度好、稳定性强、分散性佳等特点,适合于作红光转换剂,引起科学家们的极大兴趣。可以预见高性能的农膜稀土红光转换剂具有广阔的应用前景。

1996年《塑料》杂志第二十五期报导中国农膜用光转换剂都只能吸收太阳辐射中的部分长波紫外光(340-380 nm)转变成可见光红光(600-630 nm)。但是,上述农膜荧光转换剂的共同缺点是激发光光谱分布在长波,最大值位于360 nm附近,不能有效地吸收短波紫外光。因此,量子效率不够高,使用寿命不够长,光稳定性差,而且成本相对都较高。

本发明的目的是提供一种农膜稀土荧光粉转换剂的制备方法,即选择对稀土离子能量传递效率高、光稳定性好的羧酸配体,稀土镧、铈或者铈作为基质,用少量的铈离子作为激活剂合成新型高性能的农膜荧光转换剂。荧光转换剂稳定性、相容性及最佳荧光转换剂的筛选是获得高性能转换剂的根本保证。本发明使用通常的化学合成方法得到高效率、高亮度、稳定性好、使用寿命长及成本低有农业开发价值的红光转换剂。

本发明使用的原料由下列组分构成,其通式为 LnL_4 。其中 $\text{Ln}=\text{镧, 铈, 铈, 铈}$; $\text{L}=\text{1-羟基-2-萘甲酸, 均苯四甲酸, 邻苯甲酰苯甲酸}$ 。使用的试剂为盐酸、氨水等常见化学试剂。按化学计量比称取稀土氧化物,其中基质 $\text{La}_2\text{O}_3, \text{Y}_2\text{O}_3, \text{CeO}_2$ 的总和占重量比的90%,激活剂 Eu_2O_3 占重量的10%。把基质和激活剂混合溶解于1:1的稀盐酸中,把配体羧酸溶解在蒸馏水中,两种溶液混合后,调节

PH=3-6. 采用的工艺流程为溶解→搅拌→沉淀→过滤→烘干→研磨→过筛→成品.

本发明的稀土荧光转换剂粉末外观呈白色其激发光谱是一个宽带240-420 nm, 最大激发波长位于280 nm, 发射光谱是一个窄带580-630 nm. 最大值位于612 nm, 其中580-600 nm的橙光发射只占总发射强度的3%. 因此, 它可以吸收太阳辐射中的短波紫外光, 发射亮度大, 效率高, 色纯度好的红光.

本发明的荧光转换剂和高亮度的稀土配合物标准荧光粉季铵盐 α -噻吩基甲酰三氟丙酮铈相比, 在254 nm激发下(把标准样品的相对亮度定为100%)其相对亮度约为标准样品的62%. 本发明荧光转换剂在空气中, 放置18个月, 其发射强度和量子效率不变, 说明稳定性很高. 经过测试, 光转换剂使用寿命可达1年半, 透光率达国标, 分散性好(14 μ m厚膜1cm²内无>2 μ m的粒子), 膜物理机械性能达到国标, 每公斤荧光转换剂可降低成本300元.

本发明的光转换剂制成农膜其膜生产设备, 工艺与普通膜相同, 在确保光转换功能条件下, 制备长寿命的聚乙烯膜.

本发明提供的实施例如下:

实施例1:

按重量比称取基质氧化镧La₂O₃ 90毫克, 激活剂氧化铕Eu₂O₃ 10毫克溶于1:1盐酸中. 称取配体1-羟基-2-萘甲酸400毫克溶于蒸馏水中. 然后将这两种溶液混合, 调节PH值为3-6, 搅拌反应半小时, 出现白色沉淀, 过滤→洗涤→烘干及过筛, 得到高性能红光转换剂. 在240-380 nm特别是250-290 nm紫外光激发下, 发射明亮的612 nm红光.

实施例2:

按重量比称取基质Y₂O₃ 92毫克, 激活剂氧化铕Eu₂O₃ 8毫克溶于1:1盐酸中. 称取配体均苯四甲酸400毫克溶于蒸馏水中. 然后将这两种溶液混合, 调节PH值为3-6. 搅拌反应半小时, 出现白色沉淀, 通过过滤→洗涤→烘干及过筛, 得到高性能红光转换剂. 在240-380 nm特别是250-290 nm紫外光激发下, 发射明亮的612 nm红光.

实施例3:

按重量比称取基质氧化铈 CeO_2 90 毫克, 激活剂氧化铕 Eu_2O_3 10 毫克溶于 1:1 盐酸中, 称取邻苯甲酰苯甲酸 400 毫克溶于蒸馏水中, 然后将这两种溶液混合, 调节 PH 值为 3-6, 搅拌反应半小时, 出现白色沉淀, 过滤→洗涤→烘干及过筛, 得到高性能红光转换剂。在 240-380 nm 特别是 250-290 nm 紫外光激发下, 发射明亮的 612 nm 红光。