

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl<sup>6</sup>

C09K 11/83

## [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 97121936.2

[43]公开日 1999年6月2日

[11]公开号 CN 1218083A

[22]申请日 97.11.21 [21]申请号 97121936.2  
[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 裴治武 曾庆华 苏 镛  
王淑彬 彭桂芳 吕玉华

[74]专利代理机构 中国科学院长春专利事务所  
代理人 曹桂珍

权利要求书1页 说明书2页 附图页数0页

[54]发明名称 镨离子激活高压汞灯用荧光粉的制备方法

[57]摘要

本发明属于镨离子激活高压汞灯用荧光粉的制备方法。本发明以钒磷酸钇为基质材料,以镨为激活离子,在空气中经高温灼烧制备荧光粉;在荧光粉的阴离子基团部分用铌氧四面体  $NbO_4$  取代  $VO_4$  四面体可提高荧光粉的发光强度;用碳酸钠做助熔剂可改善荧光粉的结晶度。由于使用了在我国量大价廉的氧化镨取代了量少价昂的氧化铕,所以本发明可降低荧光粉的生产成本,开拓镨资源的利用途径。

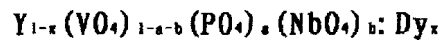
ISSN 1008-4274

专利文献出版社出版

## 权 利 要 求 书

---

1. 一种镱离子激活高压汞灯用荧光粉的制备方法，其特征在于将氧化钇、氧化镱、五氧化二钒、五氧化二铌和磷酸二氢铵按如下比例混合：



其中：  $0 < x \leq 0.02$ ,  $0 < a < 1.0$ ,  $0 < b \leq 0.015$

混合物经研混后在适量碳酸钠存在的条件下于  $400^\circ\text{C}$  在空气中灼烧 4 小时，经研磨后再于  $1200 - 1400^\circ\text{C}$  在空气中灼烧 4 - 8 小时。产物经研磨、水洗、烘干后即成为白色粉末状荧光粉。

# 说明书

## 铈离子激活高压汞灯用荧光粉的制备方法

本发明属于铈离子激活高压汞灯用荧光粉的制备方法。

高压汞灯是目前被广泛使用的一种照明灯具，主要用于道路及其它场所的照明。该种灯具的工作原理是利用高压汞蒸气放电所产生的以 365 nm 为主的紫外线激发涂于玻璃灯壳内侧的荧光粉产生可见发光。目前在高压汞灯中所使用的稀土荧光粉主要是铈激活的钒酸钡和钒磷酸钡。英国专利 Brit. 1, 135, 304 (Cl. 09 k)，通用电器公司公开了题为“铈激活钒酸钡的制备”；该方法报导了以氧化钡、氧化铈和五氧化二钒为原料制备铈激活钒酸钡荧光粉。美国专利 U.S. 3, 647, 706 (Cl. 301-4p; C 09 k)，Lagos 等人公开了题为“铈激活钒磷酸钡荧光粉的制备”；该专利报导了以氧化钡、氧化铈、磷酸二氢铵和钒酸铵为原料于 1200 - 1400°C 灼烧制备铈激活灯用荧光粉的方法。上述两种荧光粉虽然均具有较好的性能，但由于要使用在稀土矿物中含量稀少，价格昂贵的氧化铈而使此类荧光粉的成本较高。以铈为激活离子的灯用荧光粉亦有报导。例如美国专利 U.S. 3, 501, 412 (Cl. 252-301.4; C 09 k)，R. Ropp 公开了题为“铈激活稀土钒酸盐荧光粉”的专利；该方法以稀土氧化物和五氧化二钒为原料制备气体放电灯用荧光粉。日本专利 JP 02 28, 283 [ 90 28, 283 ] (Cl. C09K11/83)，K. Nakagawa 公开了题为“稀土放电灯用白色发光荧光粉”的专利；该专利所述荧光粉的组成为  $Y_{1-x}Dy_xV_{1-y}P_yO_4$ 。

本发明通过大量的实验筛选发现，用铌氧四面体  $NbO_4$  部分取代铈激活钒磷酸钡中的钒氧四面体  $VO_4$  可显著改善荧光粉对激活能的吸收性能，从而较大程度地提高荧光粉的发光强度；用碳酸钠做助熔剂可改善荧光粉的结晶度。与不含铌氧四面体的铈激活荧光粉相比，掺入  $NbO_4$  基团的荧光粉的发光强度可提高 20 % 左右。由于使用了在我国量大价廉的氧化铈取代了量少价昂的氧化铈，所以本发明即可降低荧光粉的生产成本，也为氧化铈的开发利用拓展了新的途径。

本发明的目的是以稀土氧化铈为激活离子的原料，配以相应数量的氧化钡、五氧化二钒、五氧化二铌和磷酸二氢铵等经空气中高温灼烧制备高压汞灯用荧光粉。

本发明根据高温固相反应的原理在高温下制备钒磷酸钡基质化合物；采用离子取代的方法通过固相反应将铈离子和铌氧四面体

在高温状态下引入钒磷酸钇基质中钇离子和钒氧四面体的格位，从而制备镱离子激活的荧光粉。高压汞蒸气放电所产生的以 365nm 为主的紫外线首先被材料中的阴离子基团所吸收，而后激活能通过非辐射能量传递的方式输运到占据钇离子格位的镱离子使其处于激发态并产生白色发光。

本发明将氧化钇、氧化镱、五氧化二钒、五氧化二铌和磷酸二氢铵按如下比例混合：



其中：  $0 < x \leq 0.02$ ,  $0 < a < 1.0$ ,  $0 < b \leq 0.015$

混合物经研混后在适量碳酸钠存在的条件下于 400°C 在空气中灼烧 4 小时，经研磨后再于 1200 - 1400°C 在空气中灼烧 4 - 8 小时。产物经研磨、水洗、烘干后即为白色粉末状荧光粉。

本发明提供的实施例如下：

1. 将 55.89 克氧化钇、40.38 克五氧化二钒、5.75 克磷酸二氢铵、0.80 克五氧化二铌、0.94 克氧化镱混匀，研细；加入适量的含 4.79 克无水碳酸钠和 4.09 克五氧化二钒的水溶液进一步研磨，烘干；混合物于 400°C 灼烧 4 小时；取出研细后再于 1300°C 灼烧 8 小时；研细后经水洗、烘干即得组成为  $Y_{0.99}(VO_4)_{0.999}(PO_4)_{0.1}(NbO_4)_{0.012}: Dy_{0.01}$  的白色荧光粉。用该荧光粉涂制了 250W 内，外镇高压汞灯，流明效率分别为 23.00lm/w 和 50.40 lm/w。

2. 将 1.123 克氧化钇、0.450 克五氧化二钒、0.575 克磷酸二氢铵、0.007 克五氧化二铌、0.009 克氧化镱混匀，研细；加入适量的含 0.096 克无水碳酸钠和 0.082 克五氧化二钒的水溶液进一步研磨，烘干；混合物于 400°C 灼烧 4 小时；取出研细后再于 1200°C 灼烧 6 小时；研细后经水洗、烘干即得组成为  $Y_{0.995}(VO_4)_{0.495}(PO_4)_{0.5}(NbO_4)_{0.005}: Dy_{0.005}$  的白色荧光粉。该荧光粉在 365nm 和 254nm 汞线的激发下均产生强的白色发光。

3. 将 1.107 克氧化钇、0.175 克五氧化二钒、0.920 克磷酸二氢铵、0.037 克氧化镱混匀，研细；加入适量的含 0.096 克无水碳酸钠和 0.082 克五氧化二钒的水溶液进一步研磨，烘干；混合物于 400°C 灼烧 4 小时；取出研细后再于 1400°C 灼烧 4 小时；研细后经水洗、烘干即得组成为  $Y_{0.99}(VO_4)_{0.192}(PO_4)_{0.1}(NbO_4)_{0.008}: Dy_{0.02}$  的白色荧光粉。该荧光粉在 365nm 和 254nm 汞线的激发下均产生强的白色发光。