

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁶

C09K 11/83

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 97121937.0

[43]公开日 1999年6月2日

[11]公开号 CN 1218084A

[22]申请日 97.11.21 [21]申请号 97121937.0
[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 锵
王淑彬 吕玉华 彭桂芳

[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 镉、铅共掺高压汞灯用荧光粉的制备方法

[57]摘要

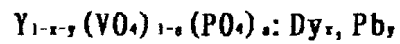
本发明属于镉、铅共掺高压汞灯用荧光粉的制备方法。本发明以钒磷酸钇为基质材料,以镉为激活离子,在空气中经高温灼烧制备荧光粉;用铅离子部分取代镉激活钒磷酸钇中的钇阳离子可显著改善荧光粉的发光性能,较大程度地提高荧光粉的发光强度。由于使用了在我国量大价廉的氧化镉取代了量少价昂的氧化镉,所以本发明可降低荧光粉的生产成本,开拓镉资源的利用途径。

ISSN 1000-84274

专利文献出版社出版

权 利 要 求 书

1. 一种镱、铅共掺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、氧化铅、五氧化二钒和磷酸二氢铵按如下比例混合：



其中： $0.005 \leq x \leq 0.02$, $0.005 \leq y \leq 0.02$, $0.10 \leq a \leq 0.80$
混合物经研混后于 400°C 在空气中灼烧 4 小时，取出研磨后再于 $1200 - 1400^\circ\text{C}$ 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

镱、铅共掺高压汞灯用荧光粉的制备方法

本发明属于镱、铅共掺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铕激活的钽酸钷和钽磷酸钷。英国专利 Brit. 1, 135, 304 (C1. 09 k)，通用电器公司公开了题为“铕激活钽酸钷的制备”；该方法报导了以氧化钷、氧化铕和五氧化二钷为原料制备铕激活钽酸钷荧光粉。美国专利 U.S. 3, 647, 706 (C1. 301-4p; C 09 k)，Lagos 等人公开了题为“铕激活钽磷酸钷荧光粉的制备”；该专利报导了以氧化钷、氧化铕、磷酸二氢铵和钽酸铵为原料于 1200 - 1400°C 灼烧制备铕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、价格昂贵的氧化铕而使此类荧光粉的成本较高。以镱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 (C1. 252-301.4; C 09k)，R. Ropp 公开了题为“镱激活稀土钽酸盐荧光粉”的专利；该方法以稀土氧化物和五氧化二钷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] (C1. 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 $Y_{1-x}Dy_xV_{1-y}P_yO_4$ 。

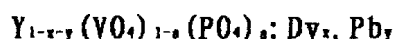
本发明通过大量的实验筛选发现，用铅离子部分取代铕激活钽磷酸钷中的钷阳离子可显著改善荧光粉的发光性能，较大程度地提高荧光粉的发光强度；与不含铅离子的铕激活荧光粉相比，含铅的相应荧光粉的发光强度可提高约 20%。由于使用了在我国量大价廉的氧化镱取代了量少价昂的氧化铕，所以本发明即可降低荧光粉的生产成本，也为氧化镱的开发利用拓展了新的途径。

本发明的目的是以氧化镱、氧化铅共掺的方式，配以相应数量的氧化钷、五氧化二钷和磷酸二氢铵等在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钽磷酸钷基质

化合物；采用阳离子取代的方法通过固相反应将镱和铅离子在高温状态下引入钒磷酸钇基质中钇离子的格位，从而制备镱、铅共掺荧光粉。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、氧化铅、五氧化二钒和磷酸二氢铵按如下比例混合：



其中： $0.005 \leq x \leq 0.02$, $0.005 \leq y \leq 0.02$, $0.10 \leq a \leq 0.80$
混合物经研混后于 400°C 在空气中灼烧 4 小时，取出研磨后再于 1200 - 1400°C 在空气中灼烧 4 - 8 小时。产物经研磨、水洗、烘干后即成为白色粉末状荧光粉。

本发明提供的实施例如下：

1. 将 55.32 克氧化钇、22.74 克五氧化二钒、28.76 克磷酸二氢铵、0.93 克氧化镱和 1.12 克氧化铅混匀，研细；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；产物研细后经水洗、烘干即得组成为 $Y_{0.99} (VO_4)_{0.99} (PO_4)_{0.01} : Dy_{0.01}, Pb_{0.01}$ 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 19.17lm / w 和 48.80 lm / w。

2. 将 1.117 克氧化钇、0.728 克五氧化二钒、0.230 克磷酸二氢铵、0.009 克氧化镱和 0.011 克氧化铅混匀，研细；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；产物研细后经水洗、烘干即得组成为 $Y_{0.99} (VO_4)_{0.99} (PO_4)_{0.01} : Dy_{0.009}, Pb_{0.011}$ 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 1.095 克氧化钇、0.181 克五氧化二钒、0.923 克磷酸二氢铵、0.028 克氧化镱和 0.034 克氧化铅混匀，研细；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；产物研细后经水洗、烘干即得组成为 $Y_{0.99} (VO_4)_{0.99} (PO_4)_{0.01} : Dy_{0.028}, Pb_{0.034}$ 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。