

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200710055946.8

[51] Int. Cl.

C09K 11/80 (2006.01)

H01L 33/00 (2006.01)

[43] 公开日 2008 年 1 月 16 日

[11] 公开号 CN 101104804A

[22] 申请日 2007.8.9

[21] 申请号 200710055946.8

[71] 申请人 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所

地址 130033 吉林省长春市东南湖大路 16 号

[72] 发明人 褚明辉 蒋大鹏 申德振 赵成久

[74] 专利代理机构 长春菁华专利商标代理事务所
代理人 赵炳仁

权利要求书 1 页 说明书 5 页

[54] 发明名称

能使发光二极管发出暖白光的稀土荧光材料
及应用

[57] 摘要

本发明涉及用于发光二极管的荧光材料，特别是一种能使发光二极管发出低色温白光的稀土荧光材料。该稀土荧光材料是结构式为 $Y_{3-x-y-z}Gd_y \cdot Al_5O_{12} : Ce_x, Tb_z$ 的化合物，式中：x 取值范围为 0.05 ~ 0.5，y 取值范围为 0.05 ~ 2，z 取值范围为 0.01 ~ 0.05。用本发明稀土荧光材料辅以环氧树脂涂敷在发蓝光的 LED 芯片上，即制备成能发出暖白光的发光二极管。本发明稀土荧光材料的应用，为实现制造能发出暖白光的发光二极管提供了有效的简捷技术手段，其制造工艺简单、成本低、使用性能稳定。

1. 一种能使发光二极管发出暖白光的稀土荧光材料, 其特征在于所述稀土荧光材料是结构式为 $Y_{3-x-y-z}Gd_y \cdot Al_5O_{12} : Ce_x, Tb_z$ 的化合物, 式中: x 取值范围为 0.05~0.5, y 取值范围为 0.05~2, z 取值范围为 0.01~0.05。

2. 权利要求 1 所述稀土荧光材料的制备方法, 其特征在于:

a. 由以下物质按重量百分比配比作原料

Y_2O_3 : 30.321—55.210

Gd_2O_3 : 9.262—34.262

Al_2O_3 : 31.842—32.842

CeO_2 : 1.161%—1.261%

BaF_2 : 0.921%—1.021%

Tb_4O_7 : 0.551%—0.651%

b. 将上述称取的物料经研磨混匀后, 装入 Al_2O_3 坩埚, 在氮氢或碳气中以 1200-1450℃高温烧结 1-3 小时, 取出冷却后, 粉碎过筛, 后处理即得到外观呈浅黄色的晶体粉末, 在 365nm 紫外线激发下发出黄橙色光。

3. 一种能发出暖白光的发光二极管, 其特征是将权利要求 1 所述的稀土荧光材料辅

以环氧树脂涂敷在发蓝光的 LED 芯片上。

能使发光二极管发出暖白光的稀土荧光材料及应用

技术领域

本发明涉及用于发光二极管的荧光材料，特别是一种能使发光二极管发出低色温白光（即暖白光）的稀土荧光材料。

背景技术

GaN 基蓝、绿和紫外光发光二极管（LED）的出现，为 LED 和应用开辟了巨大的新市场，其中之一就是半导体照明。半导体照明的核心在于白光 LED。尽管白光 LED 已有商品，但缺少低色温白光 LED，5000K 以上的高色温商品，显色性差，难以满足市场。目前，由蓝色芯片和荧光体组合的低色温白光 LED 的相关报道极少，因此无论从学术上研究，还是应用需要，发展低色温（低于 4000K）、高显色性白光 LED 具有重要意义。

当前形成低色温（低于 4000K）、高显色性的白光 LED（即通常所说的暖白光 LED），主流方案是在黄色荧光粉中添加红色荧光粉，由于光谱中红色成分的增加，降低了白光 LED 的色温，同时提高了器件的显色性。这种方法的优点在于驱动电路简单，空间混色比较方便；其缺点在于目前红色荧光粉的量子效率较低，致使白光 LED 器件的整体发光效率不高。另外，目前也有研究者采用蓝光 LED 芯片激发黄色荧光粉，同时用红光 LED 进行补偿，通过调整蓝光和红光 LED 芯片的工作电流以及荧光粉的用量，可获得低色温和高显色性白光 LED，该方案优点是整体发光效率较高，但由于蓝光 LED 和红光 LED 芯片的驱动电压不同，通过调整两者工作电流的方案相对工艺复杂，且工作不稳定，成本也相对提高。

发明内容

本发明的目的在于提供一种能使发光二极管发出暖白光的稀土荧光材料及其制备方法；并应用该材料制作可发出暖白光的发光二极管。

本发明能使发光二极管发出暖白光的稀土荧光材料，是结构式为 $Y_{3-x-y-z}M_y \cdot Al_5O_{12} : Ce_x, Re_z$ 的化合物，式中：x 取值范围为 0.05~0.5，y 取值范围为 0.05~2，z 取值范围为 0.01~0.05。

该化合物由以下制备方法获得：

a. 由以下物质按重量百分比配比作原料

Y_2O_3 : 30.321—55.210

Gd_2O_3 : 9.262—34.262

Al_2O_3 : 31.842—32.842

CeO_2 : 1.161%—1.261%

BaF_2 : 0.921%—1.021%

Tb_4O_7 : 0.551%—0.651%

b. 将上述称取的物料经研磨混匀后, 装入 Al_2O_3 坩埚, 在氮氢或碳气中以 1200-1450℃ 高温烧结 1-3 小时, 取出冷却后, 粉碎过筛, 后处理即得到外观呈浅黄色的晶体粉末, 在 365nm 紫外线激发下发出黄橙色光。

用本发明稀土荧光材料辅以环氧树脂涂敷在发蓝光的 LED 芯片上, 即制备成能发出暖白光的发光二极管。

由于本发明材料中加入了 Tb 作为共激活剂, 提高了发光效率; 采用 BaF_2 作为助熔剂和电荷补偿剂来提高其发光稳定性。

本发明稀土荧光材料的应用, 为实现制造能发出暖白光的发光二极管提供了有效的简捷技术手段, 其制造工艺简单、成本低、使用性能稳定。

具体实施方式

实施例 1

能使发光二极管发出暖白光的稀土荧光材料的制备:

由以下物质按重量百分比配比作原料:

Y_2O_3 : 54.210%—55.210%

Gd_2O_3 : 9.262%—10.262%

Al_2O_3 : 31.842%—32.842%

CeO_2 : 1.161%—1.261%

BaF_2 : 0.921%—1.021%

Tb_4O_7 : 0.551%—0.651%;

将上述称取的物料经研磨混匀后, 装入 Al_2O_3 坩埚, 在氮氢或碳气中以 1200-1450℃ 高温烧结 1-3 小时, 取出冷却后, 粉碎过筛, 后处理即得到外观呈浅黄色的晶体粉末, 在 365nm 紫外线激发下发出黄橙色光。

实施例 2

能使发光二极管发出暖白光的稀土荧光材料的制备:

由以下物质按重量百分比配比作原料:

Y_2O_3 : 50.321%—51.321%

Gd_2O_3 : 13.262%—14.262%

Al_2O_3 : 31.842%—32.842%

CeO_2 : 1.161%—1.261%

BaF_2 : 0.921%—1.021%

Tb_4O_7 : 0.551%—0.651%;

烧结、粉碎过筛工艺步骤同实施例 1。

实施例 3

能使发光二极管发出暖白光的稀土荧光材料的制备:

由以下物质按重量百分比配比作原料:

Y_2O_3 : 46.321%—47.321%

Gd_2O_3 : 17.262%—18.262%

Al_2O_3 : 31.842%—32.842%

CeO_2 : 1.161%—1.261%

BaF_2 : 0.921%—1.021%

Tb_4O_7 : 0.551%—0.651%;

烧结、粉碎过筛工艺步骤同实施例 1。

实施例 4

能使发光二极管发出暖白光的稀土荧光材料的制备:

由以下物质按重量百分比配比作原料:

Y_2O_3 : 43.321%—44.321%

Gd_2O_3 : 20.262%—21.262%

Al_2O_3 : 31.842%—32.842%

CeO_2 : 1.161%—1.261%

BaF_2 : 0.921%—1.021%

Tb_4O_7 : 0.551%—0.651%;

烧结、粉碎过筛工艺步骤同实施例 1。

实施例 5

能使发光二极管发出暖白光的稀土荧光材料的制备：

由以下物质按重量百分比配比作原料：

Y_2O_3 : 40.321%—41.321%

Gd_2O_3 : 23.262%—24.262%

Al_2O_3 : 31.842%—32.842%

CeO_2 : 1.161%—1.261%

BaF_2 : 0.921%—1.021%

Tb_4O_7 : 0.551%—0.651%;

烧结、粉碎过筛工艺步骤同实施例 1。

实施例 6

能使发光二极管发出暖白光的稀土荧光材料的制备：

由以下物质按重量百分比配比作原料：

Y_2O_3 : 35.321%—36.321%

Gd_2O_3 : 28.262%—29.262%

Al_2O_3 : 31.842%—32.842%

CeO_2 : 1.161%—1.261%

BaF_2 : 0.921%—1.021%

Tb_4O_7 : 0.551%—0.651%;

烧结、粉碎过筛工艺步骤同实施例 1。

实施例 7

能使发光二极管发出暖白光的稀土荧光材料的制备：

由以下物质按重量百分比配比作原料：

Y_2O_3 : 30.321%—31.321%

Gd_2O_3 : 33.262%—34.262%

Al_2O_3 : 31.842%—32.842%

CeO_2 : 1.161%—1.261%

BaF_2 : 0.921%—1.021%

Tb_4O_7 : 0.551%—0.651%;

烧结、粉碎过筛工艺步骤同实施例 1。

实施例 8

将上述实施例制得的稀土荧光材料与环氧树脂混合涂敷在发蓝光 LED 芯片上, 即制备成能发出为 2700-4000k 性能良好的暖白光的发光二极管。