



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102295928 A

(43) 申请公布日 2011. 12. 28

(21) 申请号 201110180708. 6

(22) 申请日 2011. 06. 30

(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
3888 号

(72) 发明人 张霞 张家骅 郝振东

(74) 专利代理机构 长春菁华专利商标代理事务所 22210

代理人 南小平

(51) Int. Cl.

C09K 11/64 (2006. 01)

H01L 33/50 (2010. 01)

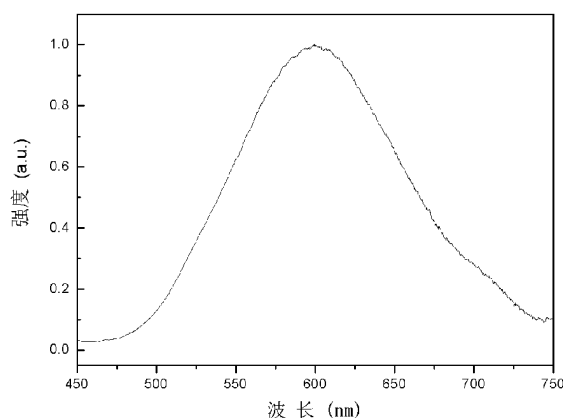
权利要求书 1 页 说明书 5 页 附图 2 页

(54) 发明名称

一种基于近紫外光激发的红色荧光粉及其制备方法和应用

(57) 摘要

一种基于近紫外光激发的红色荧光粉及其制备方法和应用属于发光技术领域,该红色荧光粉的化学式为 $B_{3-m}Al_2O_5Cl_2:Eu^{2+}_m,R^{3+}_n$, 其中, B 为 Sr 或 Ba 中的一种或两种; R 为 Dy、Nd、Tm、Yb、Ho 或 Er 中的一种; m、n 为摩尔分数, m、n 的取值范围: $0.03 \leq m \leq 0.30, 0.001 \leq n \leq 0.08$ 。本发明的红色荧光粉激发光谱在 300 ~ 420nm 范围内激发有效,发射光谱是主峰在 600nm 的宽带。本发明的红色荧光粉原料成本低、无污染,制备方法简单,易于操作。



1. 一种基于近紫外光激发的红色荧光粉,其特征在于,该荧光粉的化学式为: $B_{3-m-n}Al_2O_5Cl_2:Eu^{2+}_m, R^{3+}_n$,其中, B 为 Sr 或 Ba 中的一种或两种;R 为 Dy、Nd、Tm、Yb、Ho 或 Er 中的一种;m、n 为摩尔分数,m、n 的取值范围: $0.03 \leq m \leq 0.30, 0.001 \leq n \leq 0.08$ 。

2. 基于权利要求 1 所述的红色荧光粉的制备方法,其特征在于,该方法包括如下步骤:

a、根据荧光粉化学式中各物质的化学计量比,分别称取含有 Eu、Al 及 R 的氧化物,含有 B 的氧化物、碳酸盐、硝酸盐、卤化物的一种或几种,作为原料,并在玛瑙研钵中充分研磨混合,得到上述原料的混合料;

b、将步骤 a 得到的混合料放入刚玉坩锅中,在 $700^{\circ}\text{C} \sim 800^{\circ}\text{C}$ 高温炉内预烧 2~4 小时,待自然冷却后再混合研磨;

c、将步骤 b 研磨后的预烧料放于刚玉坩锅中加盖,在 CO 或 H_2 还原气氛下培烧,培烧温度为 $1200^{\circ}\text{C} \sim 1400^{\circ}\text{C}$,培烧时间为 3~5 小时,自然冷却后,取出研碎即得红色荧光粉。

3. 如权利要求 2 所述的红色荧光粉的制备方法,其特征在于,所述步骤 a 的原料中,卤化物为 $SrCl_2 \cdot 6H_2O$,称取 $SrCl_2 \cdot 6H_2O$ 的配比量为按化学式计量比计算量的 110%~120%。

4. 权利要求 1 所述的红色荧光粉在制备白光 LED 中的应用,是将所述的红色荧光粉与环氧树脂按照质量比为 (25~40):100 调成浆料,涂覆在近紫外 GaN 芯片上进行烘烤固化,最后以环氧树脂灌封制得白光 LED。

一种基于近紫外光激发的红色荧光粉及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明属于发光技术领域,具体涉及一种基于近紫外光激发的红色荧光粉及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 白光 LED 是一种环保、节能的绿色照明光源,与传统的白炽灯、荧光灯相比,白光 LED 照明具有高效节能、寿命长、无 (Hg、Pb) 污染、工作电压低、不易损坏等优点,凭借这些优点,白光 LED 成为照明领域的新宠。

[0003] 实现白光 LED 有多种方法,其中蓝光 LED 芯片 / 荧光粉,紫光 LED 芯片 / 荧光粉组合是实现白光 LED 的重要途径,是半导体照明产业化的重点和主流。目前,市场上实用的白光 LED 是蓝光管芯激发稀土掺杂的 YAG:Ce 黄光荧光粉,由于 LED 的蓝光直接参与白光的合成,所以器件的发光颜色随荧光粉的涂层厚度及驱动电压而变化,尽管 YAG:Ce 黄光荧光粉的光转换效率很高,但因发射波长 535nm 较短,得到的白光 LED 显色指数偏低。因此,采用近紫外 (370-410nm) 管芯和可被近紫外光激发的红、绿、蓝三基色荧光粉组合实现白光 LED 成为研发的热点,因人眼对近紫外光不敏感,这种方法实现白光 LED 的颜色只由三基色荧光粉决定,因此色彩稳定,重现力强,显色指数高,是白光 LED 发展的方向。但能被 370 ~ 410nm 波长有效激发的红色荧光粉很少,特别是综合其物理化学、发光效率、热稳定性后,能用于近紫外白光 LED 的红色荧光粉就更加缺少。

[0004] 目前的一些白光 LED 用红色荧光材料,如 $\text{Ca}_{4(1-x)}\text{O}(\text{PO}_4)_2:\text{xEu}^{2+}$ (申请号为 200610131687.8 的中国专利); $(\text{A}_x\text{M}_{1-x-y-z}\text{Bi}_y\text{Eu}_z)\text{MoO}_4$ (申请号为 200610131685.9 的中国专利); 在 370 ~ 410nm 短波内的激发效率偏低。Jong Su Kim 等人研制的 $\text{Sr}_3\text{MgSi}_2\text{O}_8:\text{Eu}^{2+}, \text{Mn}^{2+}$ 单相白光荧光粉 (Appl. Phys. Lett. 应用物理快报, 85 卷 (17) 期, 3696 页, 2004 年), 构成白光的红色成分发光效率也相对较低。日本人 Xianqing Piao 等研制的 $\text{Sr}_2\text{Si}_5\text{N}_8:\text{Eu}$ (Appl. Phys. Lett. 应用物理快报, 88 卷, 161908 页, 2006 年), 该荧光粉性能稳定, 发光效率高, 但制备条件苛刻, 需高温高压条件合成, 所用金属氮化物材料不易在空气中存放, 制备困难、成本高。

发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种基于近紫外光激发的红色荧光粉及其制备方法和应用, 该荧光粉在 300 ~ 420nm 紫外光激发下, 在 600nm 处有一宽带红光发射, 可与近紫外管芯匹配, 用于制备白光 LED。

[0006] 本发明基于近紫外光激发的红色荧光粉, 其化学式为 $\text{B}_{3-m}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}_m^{2+}, \text{R}_n^{3+}$, 其中, B 为 Sr 或 Ba 中的一种或两种; R 为 Dy、Nd、Tm、Yb、Ho 或 Er 中的一种; m、n 为摩尔分数, m、n 的取值范围: $0.03 \leq m \leq 0.30, 0.001 \leq n \leq 0.08$ 。

[0007] 稀土离子 Eu^{2+} 的 d 电子能级结构受基质和晶格格位环境影响很大, 在荧光粉 $\text{B}_{3-m}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}_m^{2+}, \text{R}_n^{3+}$ 中, 当基质或激活剂的组成、摩尔分数不同时, 其激发光谱在 300 ~

420nm 内的相对强度会发生变化。同时,发射光谱可在 580 ~ 600nm 范围内调谐。因此,通过调整基质配比、激活剂浓度,就可以调控 Eu^{2+} 在 $\text{B}_{3-m-n}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_m, \text{R}^{3+}_n$ 中占有的格位分布,进而调控 Eu^{2+} 不同的激发、发射光谱分布。本发明给出了基于紫外光激发的红色荧光粉 $\text{B}_{3-m-n}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_m, \text{R}^{3+}_n$ 的组成范围,在此范围内,本发明的荧光粉可在 300 ~ 420nm 紫外光激发下发射出峰值为 600nm,半高宽为 127nm 的红光。由于其红光发射带很宽,所以只用该单一组分荧光粉与近紫外芯片结合即可得到高显色指数的白光 LED。例如,选取 B 为 Sr 和 Ba, R 为 Yb, $m = 0.13, n = 0.02$ 时,制备的荧光粉 $\text{Sr}_{2.75}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Yb}^{3+}_{0.02}$, 与 405nm 近紫外芯片组合得到的白光 LED,在 $I = 20\text{mA}, V = 3\text{V}$ 条件下测得,其显色指数为 81.5,发光效率为 15.21lm/w,色温 2900K,色坐标 $(x, y) = (0.3900, 0.3003)$ 。

[0008] 本发明的一种近紫外管芯激发的白光 LED,是以本发明的荧光粉 $\text{B}_{3-m-n}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_m, \text{R}^{3+}_n$ 为原料,选用无色透明环氧树脂做介质,按荧光粉:介质 = (25 ~ 40):100 的质量比调成浆料,涂覆在近紫外 GaN 芯片上烘烤固化,以环氧树脂灌封固化而成。

[0009] 本发明红色荧光粉的制备方法,包括如下步骤:

[0010] a、根据荧光粉化学式中各物质的化学计量比,分别称取含有 Eu、Al 及 R 的氧化物,含有 B 的氧化物、碳酸盐、硝酸盐、卤化物的一种或几种,作为原料,并在玛瑙研钵中充分研磨混合,得到上述原料的混合料;

[0011] b、将步骤 a 得到的混合料放入刚玉坩锅中,在 $700^\circ\text{C} \sim 800^\circ\text{C}$ 高温炉内预烧 2 ~ 4 小时,待自然冷却后再混合研磨;

[0012] c、将步骤 b 研磨后的预烧料放于刚玉坩锅中加盖,在 CO 或 H_2 还原气氛下培烧,培烧温度为 $1200^\circ\text{C} \sim 1400^\circ\text{C}$,培烧时间为 3 ~ 5 小时,自然冷却后,取出研碎即得红色荧光粉。

[0013] 由于 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的熔点 (873°C) 较低,在培烧时易挥发,致 Cl 损耗大,而使荧光粉产生非 $\text{B}_{3-m-n}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_m, \text{R}^{3+}_n$ 相,因此步骤 a 所述混合原料中 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的配比量为按化学式计量比计算量的 110 ~ 120%,以补偿其在培烧中因挥发而致 Cl 计量比减小。

[0014] 本发明的有益效果是:该红色荧光粉激发光谱在 300 ~ 420nm 范围内激发有效,发射光谱是主峰在 600nm 的宽带;所使用的原料成本低、无污染,制备方法简单,易于操作。

附图说明

[0015] 图 1 是本发明基于近紫外光激发的红色荧光粉的发射光谱。

[0016] 图 2 是本发明基于近紫外光激发的红色荧光粉的激发光谱。

[0017] 图 3 是本发明基于近紫外光激发的红色荧光粉与 405nm 近紫外 GaN 芯片组合得到的白光 LED 的发射谱图。

具体实施方式

[0018] 下面结合附图和实施例对本发明作进一步说明:

[0019] 本发明采用优级纯含有 Eu、Al 及 R 的氧化物,优级纯或分析纯含有 B 的氧化物、碳酸盐、硝酸盐、卤化物作为原料,制备本发明各实施例的荧光粉。

[0020] 实施例 1

[0021] 制备组成为 $\text{Sr}_{2.969}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.03}, \text{Yb}^{3+}_{0.001}$ 的荧光粉。

[0022] 按化学计量比称取 SrCO_3 1.3058 克, $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.5997 克 (由于 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 熔点较低 (873°C) 易挥发, 按计算量过量 20%), Al_2O_3 0.5098 克, Eu_2O_3 0.0264 克, Yb_2O_3 0.0010 克, 在玛瑙研钵中混合研磨, 放入刚玉坩埚中, 置于高温炉内, $700 \sim 800^\circ\text{C}$ 预烧 2 ~ 4 小时, 自然冷却后再混合研磨。研磨后的预烧料置于刚玉坩埚中加盖, 在 CO 或 H_2 还原气氛下, $1200 \sim 1400^\circ\text{C}$ 温度下培烧 3 ~ 5 小时, 自然冷却后研磨, 即得到红色荧光粉 $\text{Sr}_{2.969}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.03}, \text{Yb}^{3+}_{0.001}$ 。

[0023] 实施例 2

[0024] 制备组成为 $\text{Sr}_{2.869}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.03}, \text{Yb}^{3+}_{0.001}$ 的荧光粉。

[0025] 按化学计量比称取 SrCO_3 1.3058 克, $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.4664 克 (由于 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 熔点较低 (873°C) 易挥发, 按计算量过量 10%), BaCO_3 0.0987 克, Al_2O_3 0.5098 克, Eu_2O_3 0.0264 克, Yb_2O_3 0.0010 克, 在玛瑙研钵中混合研磨, 放入刚玉坩埚中, 置于高温炉内, $700 \sim 800^\circ\text{C}$ 预烧 2 ~ 4 小时, 自然冷却后再混合研磨。研磨后的预烧料置于刚玉坩埚中加盖, 在 CO 或 H_2 还原气氛下, $1200 \sim 1400^\circ\text{C}$ 温度下培烧 3 ~ 5 小时, 自然冷却后研磨, 即得到红色荧光粉 $\text{Sr}_{2.869}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.03}, \text{Yb}^{3+}_{0.001}$ 。

[0026] 实施例 3

[0027] 制备组成为 $\text{Sr}_{2.85}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Yb}^{3+}_{0.02}$ 的荧光粉。

[0028] 按化学计量比称取 SrCO_3 1.2918 克, $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.4664 克 (由于 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 熔点较低 (873°C) 易挥发, 按计算量过量 10%), Al_2O_3 0.5098 克, Eu_2O_3 0.1144 克, Yb_2O_3 0.0197 克, 在玛瑙研钵中混合研磨, 放入刚玉坩埚中, 置于高温炉内, $700 \sim 800^\circ\text{C}$ 预烧 2 ~ 4 小时, 自然冷却后再混合研磨。研磨后的预烧料置于刚玉坩埚中加盖, 在 CO 或 H_2 还原气氛下, $1200 \sim 1400^\circ\text{C}$ 温度下培烧 3 ~ 5 小时, 自然冷却后研磨, 即得到红色荧光粉 $\text{Sr}_{2.85}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Yb}^{3+}_{0.02}$ 。

[0029] 实施例 4

[0030] 制备组成为 $\text{Sr}_{2.75}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Dy}^{3+}_{0.02}$ 的荧光粉。

[0031] 按化学计量比称取 SrCO_3 1.2179 克, $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.4664 克 (由于 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 熔点较低 (873°C) 易挥发, 按计算量过量 10%), BaCO_3 0.0987, Al_2O_3 0.5098 克, Eu_2O_3 0.1144 克, Dy_2O_3 0.0187 克, 在玛瑙研钵中混合研磨, 放入刚玉坩埚中, 置于高温炉内, $700 \sim 800^\circ\text{C}$ 预烧 2 ~ 4 小时, 自然冷却后再混合研磨。研磨后的预烧料置于刚玉坩埚中加盖, 在 CO 或 H_2 还原气氛下, $1200 \sim 1400^\circ\text{C}$ 温度下培烧 3 ~ 5 小时, 自然冷却后研磨, 即得到红色荧光粉 $\text{Sr}_{2.75}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Dy}^{3+}_{0.02}$ 。

[0032] 实施例 5

[0033] 制备组成为 $\text{Sr}_{2.75}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Nd}^{3+}_{0.02}$ 的荧光粉。

[0034] 按化学计量比称取 SrCO_3 1.2179 克, $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.4664 克 (由于 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 熔点较低 (873°C) 易挥发, 按计算量过量 10%), BaCO_3 0.0987, Al_2O_3 0.5098 克, Eu_2O_3 0.1144 克, Nd_2O_3 0.0168 克, 在玛瑙研钵中混合研磨, 放入刚玉坩埚中, 置于高温炉内, $700 \sim 800^\circ\text{C}$ 预烧 2 ~ 4 小时, 自然冷却后再混合研磨。研磨后的预烧料置于刚玉坩埚中加盖, 在 CO 或 H_2 还原气氛下, $1200 \sim 1400^\circ\text{C}$ 温度下培烧 3 ~ 5 小时, 自然冷却后研磨, 即得到红色荧光粉 $\text{Sr}_{2.75}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Nd}^{3+}_{0.02}$ 。

[0035] 实施例 6

[0036] 制备组成为 $\text{Sr}_{2.75}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Tm}^{3+}_{0.02}$ 的荧光粉。

[0037] 按化学计量比称取 SrCO_3 1.2179 克, $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.4664 克 (由于 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 熔点较低 (873℃) 易挥发, 按计算量过量 10%), BaCO_3 0.0987, Al_2O_3 0.5098 克, Eu_2O_3 0.1144 克, Tm_2O_3 0.0193 克, 在玛瑙研钵中混合研磨, 放入刚玉坩埚中, 置于高温炉内, 700 ~ 800℃ 预烧 2 ~ 4 小时, 自然冷却后再混合研磨。研磨后的预烧料置于刚玉坩埚中加盖, 在 CO 或 H_2 还原气氛下, 1200 ~ 1400℃ 温度下培烧 3 ~ 5 小时, 自然冷却后研磨, 即得到红色荧光粉 $\text{Sr}_{2.75}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Tm}^{3+}_{0.02}$ 。

[0038] 实施例 7

[0039] 制备组成为 $\text{Sr}_{2.75}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Yb}^{3+}_{0.02}$ 的荧光粉。

[0040] 按化学计量比称取 SrCO_3 1.2179 克, $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.4664 克 (由于 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 熔点较低 (873℃) 易挥发, 按计算量过量 10%), BaCO_3 0.0987, Al_2O_3 0.5098 克, Eu_2O_3 0.1144 克, Yb_2O_3 0.0197 克, 在玛瑙研钵中混合研磨, 放入刚玉坩埚中, 置于高温炉内, 700 ~ 800℃ 预烧 2 ~ 4 小时, 自然冷却后再混合研磨。研磨后的预烧料置于刚玉坩埚中加盖, 在 CO 或 H_2 还原气氛下, 1200 ~ 1400℃ 温度下培烧 3 ~ 5 小时, 自然冷却后研磨, 即得到红色荧光粉 $\text{Sr}_{2.75}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Yb}^{3+}_{0.02}$ 。

[0041] 上述制得的红色荧光粉 $\text{Sr}_{2.75}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Yb}^{3+}_{0.02}$ 的发射光谱、激发光谱以及其与 405nm 近紫外 GaN 芯片结合得到的白光 LED 的谱图分别见图 1、图 2 和图 3。其中, 图 1 是在 400nm 激发下的发射光谱, 该发射光谱表明, 主峰在 600nm, 半高宽为 127nm; 图 2 是监测 600nm 的激发光谱, 该激发光谱表明, 在紫外区 300 ~ 420nm 范围内激发有效; 图 3 是白光 LED 的发射谱图。

[0042] 实施例 8

[0043] 制备组成为 $\text{Sr}_{2.75}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Ho}^{3+}_{0.02}$ 的荧光粉。

[0044] 按化学计量比称取 SrCO_3 1.2179 克, $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.4664 克 (由于 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 熔点较低 (873℃) 易挥发, 按计算量过量 10%), BaCO_3 0.0987, Al_2O_3 0.5098 克, Eu_2O_3 0.1144 克, Ho_2O_3 0.0189 克, 在玛瑙研钵中混合研磨, 放入刚玉坩埚中, 置于高温炉内, 700 ~ 800℃ 预烧 2 ~ 4 小时, 自然冷却后再混合研磨。研磨后的预烧料置于刚玉坩埚中加盖, 在 CO 或 H_2 还原气氛下, 1200 ~ 1400℃ 温度下培烧 3 ~ 5 小时, 自然冷却后研磨, 即得到红色荧光粉 $\text{Sr}_{2.75}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Ho}^{3+}_{0.02}$ 。

[0045] 实施例 9

[0046] 制备组成为 $\text{Sr}_{2.75}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Er}^{3+}_{0.02}$ 的荧光粉。

[0047] 按化学计量比称取 SrCO_3 1.2179 克, $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.4664 克 (由于 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 熔点较低 (873℃) 易挥发, 按计算量过量 10%), BaCO_3 0.0987, Al_2O_3 0.5098 克, Eu_2O_3 0.1144 克, Er_2O_3 0.0191 克, 在玛瑙研钵中混合研磨, 放入刚玉坩埚中, 置于高温炉内, 700 ~ 800℃ 预烧 2 ~ 4 小时, 自然冷却后再混合研磨。研磨后的预烧料置于刚玉坩埚中加盖, 在 CO 或 H_2 还原气氛下, 1200 ~ 1400℃ 温度下培烧 3 ~ 5 小时, 自然冷却后研磨, 即得到红色荧光粉 $\text{Sr}_{2.75}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Er}^{3+}_{0.02}$ 。

[0048] 实施例 10

[0049] 制备组成为 $\text{Sr}_{2.69}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Yb}^{3+}_{0.08}$ 的荧光粉。

[0050] 按化学计量比称取 SrCO_3 1.1737 克, $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.4664 克 (由于 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 熔点较低 (873°C) 易挥发, 按计算量过量 10%), BaCO_3 0.0987, Al_2O_3 0.5098 克, Eu_2O_3 0.1144 克, Yb_2O_3 0.0788 克, 在玛瑙研钵中混合研磨, 放入刚玉坩埚中, 置于高温炉内, $700 \sim 800^\circ\text{C}$ 预烧 2 ~ 4 小时, 自然冷却后再混合研磨。研磨后的预烧料置于刚玉坩埚中加盖, 在 CO 或 H_2 还原气氛下, $1200 \sim 1400^\circ\text{C}$ 温度下培烧 3 ~ 5 小时, 自然冷却后研磨, 即得到红色荧光粉 $\text{Sr}_{2.69}\text{Ba}_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.13}, \text{Yb}^{3+}_{0.08}$ 。

[0051] 实施例 11

[0052] 制备组成为 $\text{Sr}_{2.68}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.30}, \text{Yb}^{3+}_{0.02}$ 的荧光粉。

[0053] 按化学计量比称取 SrCO_3 1.1663 克, $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.4664 克 (由于 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 熔点较低 (873°C) 易挥发, 按计算量过量 10%), Al_2O_3 0.5098 克, Eu_2O_3 0.2640, Yb_2O_3 0.0197 克, 在玛瑙研钵中混合研磨, 放入刚玉坩埚中, 置于高温炉内, $700 \sim 800^\circ\text{C}$ 预烧 2 ~ 4 小时, 自然冷却后再混合研磨。研磨后的预烧料置于刚玉坩埚中加盖, 在 CO 或 H_2 还原气氛下, $1200 \sim 1400^\circ\text{C}$ 温度下培烧 3 ~ 5 小时, 自然冷却后研磨, 即得到红色荧光粉 $\text{Sr}_{2.68}\text{Al}_2\text{O}_5\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}_{0.30}, \text{Yb}^{3+}_{0.02}$ 。

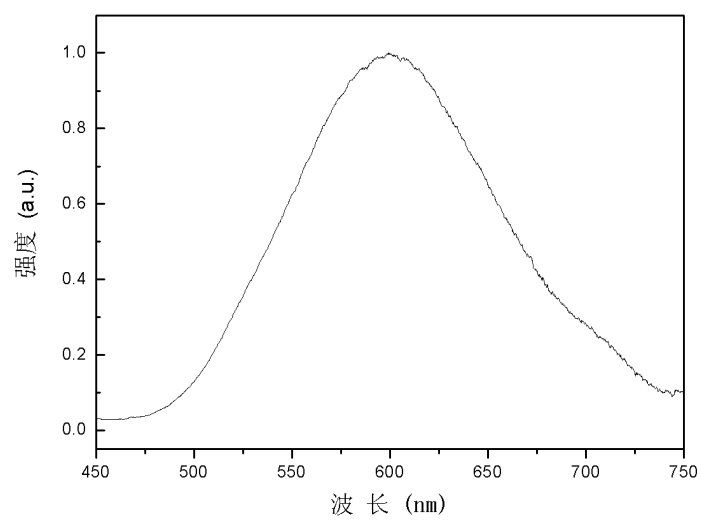


图 1

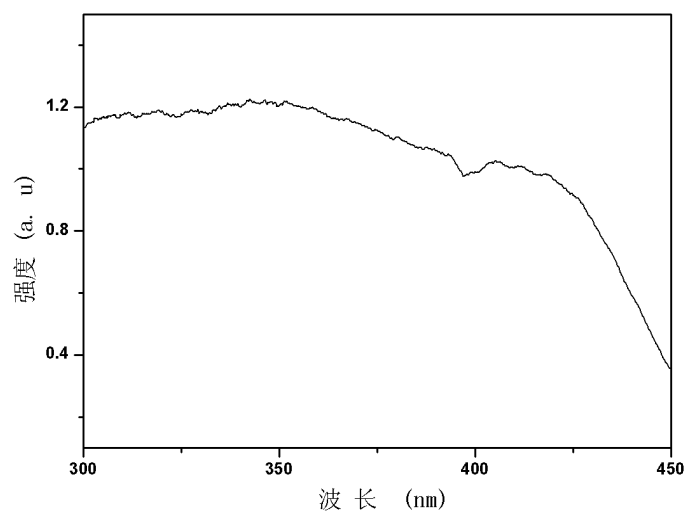


图 2

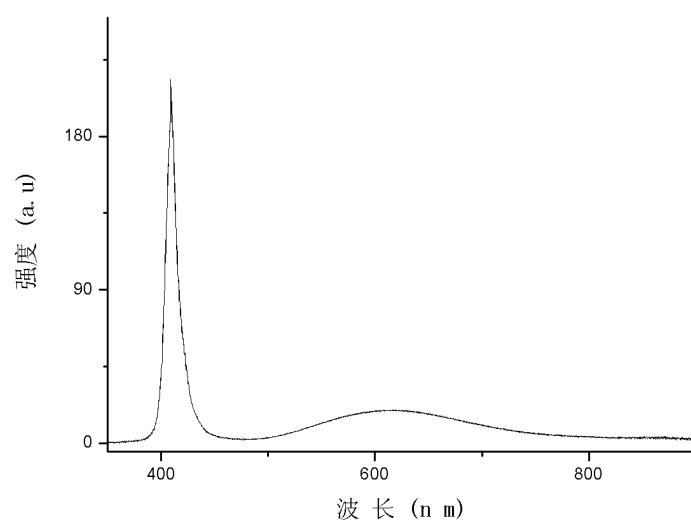


图 3