



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02144732.2

[43] 公开日 2004 年 6 月 23 日

[11] 公开号 CN 1506438A

[22] 申请日 2002.12.7 [21] 申请号 02144732.2
 [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 130022 吉林省长春市人民大街 140 号
 [72] 发明人 王晓君 金伟华

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公
 司
 代理人 李恩庆

权利要求书 1 页 说明书 3 页

[54] 发明名称 彩色等离子体平板显示器用荧光粉后处理包敷方法

[57] 摘要

本发明属于平板显示领域，涉及一种彩色等离子体平板显示技术，具体地说是一种彩色等离子体平板显示器所用荧光粉的包膜处理方法。本发明具体步骤包括 1) 制备溶胶，2) 包膜，3) 烘干，4) 灼烧。制备溶胶的反应式为 $MgCl_2 + 2NH_4F \rightarrow MgF_2$ (溶胶) + $2NH_4Cl$ 。本发明具有下述特点：(1) 反应过程易于控制；(2) 化学计量准确，易于改性；(3) 工艺简单，不需要昂贵的设备；(4) 膜层均匀，效果好；(5) 加入添加剂增强了膜的韧性和强度，达到理想的包膜效果。采用溶胶-凝胶法，取得均匀超微粒的包膜效果。

ISSN 1000-8-4274

1、一种彩色等离子体平板显示器用荧光粉后处理包敷方法，其特征是采用软化学的溶胶-凝胶方法制备溶胶，溶胶制备的反应方程式如下：



用溶胶包敷等离子体平板显示器用荧光粉，具体包敷步骤：1) 制备溶胶 将 MgCl_2 和 NH_4F 分别溶解在溶媒中，溶媒可为水或有机溶剂，搅拌使之充分溶解，后过滤。在不断搅拌的过程中将一种溶液加入另一种溶液中，搅拌直至形成均匀透明的 MgF_2 溶胶；2) 包膜 称取一定量荧光粉放入分散剂中充分搅拌使之分散，分散剂为水或乙醇，然后按一定比例逐滴加入制备好的溶胶 MgF_2 和添加剂，添加剂选择硅酸盐、金属硝酸盐和有机物当中的一种或一种以上，在 $50\sim 100^\circ\text{C}$ 下搅拌 $0.5\sim 2$ 小时，直至水分蒸干为止；3) 烘干 将经过包膜的荧光粉放于烘箱中，温度控制在 $100^\circ\text{C}\sim 120^\circ\text{C}$ ；4) 灼烧 将烘干的荧光粉放在 $200\sim 600^\circ\text{C}$ 低温炉中烧结 $0.5\sim 2$ 小时，去除荧光粉表面粘附的 NH_4Cl 、 NH_4F 和有机成分。

2、根据权利要求 1 所述的彩色等离子体平板显示器用荧光粉后处理包敷方法，其特征是选择 MgF_2 溶胶均匀包敷在荧光粉表面，包敷 MgF_2 溶胶量为荧光粉总重的 $0.1\sim 1.0\%$ 。

3、根据权利要求 1 所述的彩色等离子体平板显示器用荧光粉后处理包敷方法，其特征是添加剂为下列材料中的至少一种： $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 、硅酸钾、正硅酸乙脂。

4、根据权利要求 1 所述的彩色等离子体平板显示器用荧光粉后处理包敷方法，其特征是溶液的 PH 值控制在 $3\sim 6$ 范围内。

5、根据权利要求 1 所述的彩色等离子体平板显示器用荧光粉后处理包敷方法，其特征是包膜过程中，要强力搅拌并将温度控制在 $50\sim 100^\circ\text{C}$ ，在 $70\sim 120^\circ\text{C}$ ，将荧光粉烘干。

彩色等离子体平板显示器用荧光粉后处理包敷方法

技术领域：本发明属于平板显示领域，涉及一种彩色等离子体平板显示技术，具体地说是一种彩色等离子体平板显示器所用荧光粉的包膜处理方法。

背景技术：彩色等离子体平板显示器，也表示为 PDP，是利用气体放电时产生的真空紫外光激发荧光粉，达到显示显像目的，激发波长在 100-200nm 范围内，主要是 147nm。在 100—200nm 范围内的激发光的光子能量比传统照明光源中的 254nm 短波紫外和 365nm 长波紫外光子能量要高很多，在这种高能真空紫外（VUV）光的激励下，PDP 用荧光粉会产生很大的光衰，产生“劣化”、“烧伤”等变化，导致发光强度随工作时间而下降，致使荧光粉和 PDP 器件出现寿命大大缩短的严重问题，从而影响 PDP 显示器的性能。因此，荧光粉的耐 VUV 光子长时间辐射性能的优劣，对于获得高效、高亮度的 PDP 显示器起着重要作用，而要提高荧光粉的抗 VUV 辐射老化性能，对荧光粉进行包膜后处理是一种行之有效的方法。采用一般荧光粉的包膜技术用在 PDP 荧光粉上，只能改善粉体的流动性和分散性，对于抗 VUV 辐射老化性能效果不佳。PDP 荧光粉包膜技术的关键是包膜物质和包膜方法的选择。

发明内容：为了避免在真空紫外光激励下，PDP 用荧光粉产生大的光衰，获得高效、高亮度的 PDP 显示器，本发明提供了一种提高 PDP 用荧光粉抗真空紫外老化性能的包膜后处理方法，也就是彩色等离子体平板显示器用荧光粉后处理包敷工艺。

本发明采用 VUV 光透过率好的物质 MgF_2 和溶胶凝胶先进的包膜方法，提高了 PDP 荧光粉抗 VUV 辐射老化性能。包膜方法是用溶胶-凝胶法制备溶胶，用溶胶包覆彩色等离子体平板显示器所用荧光粉。通过这种包膜方法，得到均匀超微粒的包膜效果。

本发明所用溶胶-凝胶法制备溶胶的反应式如下：



溶胶中残余的 NH_4Cl 杂质采用加热升华法去除，另外为了增强膜的强度和韧性，本发明加入了添加剂。本发明的 PDP 荧光粉包敷工艺步骤如下：

1、溶胶制备

按化学表达式计量比称取一定量分析纯度以上的 $MgCl_2$ 、 NH_4F ，但最好是 NH_4F 稍过量，如过量 1%，分别溶解在溶媒中，所述的溶媒为水或乙醇。搅拌使之充分溶解，充分溶解后过滤。在不断搅拌的过程中将一种溶液加入另一种溶液中，搅拌直至形成均匀透明的 MgF_2

溶胶。制备的溶胶中残余的 NH_4F 杂质采用加热升华法去除。另外为了增强膜的强度和韧性，加入了添加剂，添加剂选择硅酸盐、金属硝酸盐和有机物当中的一种或一种以上。为了达到理想的包膜效果，包膜过程中调节溶液的 PH 值在 3~6 的范围。

2、包膜

称取一定量荧光粉放入分散剂中充分搅拌使之分散，分散剂为水或乙醇，然后按一定比例逐滴加入制备好的 MgF_2 溶胶和添加剂，包膜过程中，要强力搅拌并将温度控制在 50~100℃。在 50~100℃ 下搅拌 0.5~2 小时。包膜过程各组分的量为 10g 粉荧光粉用 10~20ml 溶胶，0.1~0.01ml 添加剂。

3、烘干

将经过包膜的荧光粉放于烘箱中，控制温度在 100℃~120℃，最好在 70~80℃，将荧光粉烘干。

4、灼烧

将烘干的荧光粉放在 200~600℃ 低温炉中烧结 0.5~2 小时，去除荧光粉表面粘附的 NH_4Cl 、 NH_4F 和有机成分。

本发明具有下述特点：(1) 反应过程易于控制；(2) 化学计量准确，易于改性；(3) 工艺简单，不需要昂贵的设备；(4) 膜层均匀，效果好；(5) 加入添加剂增强了膜的韧性和强度；(6) 改善 PDP 荧光粉抗 VUV 辐射老化性能。

具体实施方式：

实施例 1、称取 $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，40g， NH_4F ，16g。分别溶于 200ml 水中，在不断搅拌的情况下将 NH_4F 逐滴加入到 MgCl_2 溶液中，继续搅拌 30 分，充分溶解后过滤，制得均匀的 MgF_2 溶胶。称取 PDP 蓝色荧光粉 ($\text{BaMgAl}_{10}\text{O}_{17} : \text{Eu}^{2+}$) 10g，放于 40ml 水中搅拌 1 小时，充分分散。然后量取配好的 MgF_2 溶胶 10ml 和 10% K_2SiO_3 溶液 0.1ml，逐滴加入到经搅拌充分分散液中，同时加热分散液温度到 80℃。用 CH_3COOH 调节溶液 PH 值到 3~6，搅拌蒸干为止，120℃ 烘干，放在 400℃ 低温烧结 2 小时。

实施例 2、称取 PDP 用蓝色荧光粉 10g，放于 40ml 水中搅拌 1 小时充分分散。然后量取配好的 MgF_2 溶胶 10ml 和 0.05ml 10% K_2SiO_3 ，逐滴加入到经充分搅拌的分散液中，同时加热分散液温度到 80℃，搅拌蒸干为止，其它条件同实施例 1。

实施例 3、称取 PDP 用蓝色荧光粉 10g，放于 40ml 水中搅拌 1 小时充分分散。然后量取配好的 MgF_2 溶胶 5ml 和 0.1ml 10% K_2SiO_3 ，逐滴加入到经搅拌的分散液中，同时加热分散液

温度到 80℃，搅拌蒸干为止，其它条件同实施例 1。

实施例 4、称取 PDP 用蓝色荧光粉 10g，放于 40ml 水中搅拌 1 小时充分分散，然后量取配好的 MgF_2 溶胶 5ml 和 0.05ml 10% K_2SiO_3 ，逐滴加入到搅拌的分散液中，同时加热分散液温度到 80℃，搅拌蒸干为止，其它条件同实施例 1。

实施例 5、称取 PDP 用蓝色荧光粉 10g，放于 40ml 水中搅拌 1 小时充分分散。然后量取配好的 MgF_2 溶胶 10ml 和 0.1ml 5% $Sr(NO_3)_2$ ，逐滴加入到搅拌的分散液中，同时加热分散液温度到 80℃，搅拌蒸干为止，其它条件同实施例 1。

实施例 6、称取 PDP 用蓝色荧光粉 10g，放于 40ml 水中搅拌 1 小时充分分散。然后量取配好的 MgF_2 溶胶 10ml 和 0.05ml 5% $Sr(NO_3)_2$ ，逐滴加入到搅拌的分散液中，同时加热分散液温度到 80℃，搅拌蒸干为止，其它条件同实施例 1。

实施例 7、称取 PDP 用蓝色荧光粉 10g，放于 200ml 乙醇中搅拌 30 分钟充分分散。然后量取配好的 MgF_2 溶胶 10ml 和 0.02ml 硅酸乙酯，逐滴加入到搅拌的分散液中，同时加热分散液温度到 80℃，搅拌蒸干为止，其它条件同实施例 1。

实施例 8、称取 PDP 用蓝色荧光粉 10g，放于 200ml 乙醇中搅拌 30 分钟充分分散。然后量取配好的 MgF_2 溶胶 5ml 和 0.02ml 硅酸乙酯，逐滴加入到搅拌的分散液中，同时加热分散液温度到 80℃，搅拌蒸干为止，其它条件同实施例 1。