

[19]中华人民共和国专利局

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

C09K 11/80



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 98106765.4

[43]公开日 1998 年 11 月 4 日

[11] 公开号 CN 1197831A

[22]申请日 98.3.27

[71]申请人 中国科学院长春物理研究所

地址 130021 吉林省长春市延安大路1号

[72]发明人 郑 岩 孙焕英

[74]专利代理机构 中国科学院长春专利事务所

代理人 王立伟

权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 一种铝酸盐类发光材料及其合成方法

[57]摘要

本发明“一种铝酸盐类发光材料及其合成方法”，其中母体材料、激活剂、共激活剂、助溶剂、催化剂均为有机化合物溶液或化合物水溶液，加入水后形成溶胶，再经过真空干燥，在还原气氛中烧结，制成具有长余辉特性的发光材料，该溶胶-凝胶方法合成的铝酸盐类发光材料可以通过烧结温度控制材料的颗粒度和颜色，并且具有灵敏的热释发光性能，材料硬度较低，颗粒均匀，其粒度可达到纳米量级，有利于发光器件的生产。

# 权 利 要 求 书

1、一种铝酸盐类发光材料及其合成方法，其特征在于使用溶胶-凝胶法合成的铝酸盐类发光材料，其中母体材料是含有铝的有机化合物溶液，配以激活剂、共激活剂、助溶剂、催化剂均匀为有机化合物溶液或化合物水溶液、混合后加入同体积的水，在30℃ - 85℃保持48-50小时，形成溶胶；放入120℃ ± 2℃真空干燥箱中干燥24小时；然后在空气中烧结2小时，以4-6℃/分钟升温速度升至500℃使有机成分挥发；在N<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>或活性碳还原气氛中，在500℃-1200℃温度范围内烧结0.5-3小时，通过烧结温度控制发光材料的颗粒度和颜色，颗粒度控制在10nm-50 μm范围内。

2、接着权利要求1所述的铝酸盐类发光材料，其特征在于母体材料是含有铝的有机化合物，如：叔丁醇铝、苯甲醇铝、三氯乙醇铝、异丙醇铝等，加入乙醇、甲苯、异丙醇等溶剂溶解，添加含有钙、锶、钡的有机化合物或化合物的水溶液，如氯化钙、硝酸锶、氯化钡等，加入量与铝的摩尔比为0.95:1。

3、接着权利要求1所述的铝酸盐类发光材料，其特征在于激活剂使用含有铈或镨的化合物溶液的一种或两种，如氯化铈、硝酸镨等，加入量在0.005mol%至15mol%。

4、接着权利要求1所述的铝酸盐类发光材料，其特征在于共激活剂使用、镁、铈、锰、锡、钪、铬、铈、镉、铋、钽中的一种或两种以上有机化合物溶液或化合物溶液，如氯化锰、硝酸锡、硝酸钪等，其含量在0.0005%mol至15mol%。

5、接着权利要求1所述的铝酸盐类发光材料，其特征在于助溶液采用含有硼酸根的有机化合物溶液或化合物溶液，如硼酸、三烷基硼酸酯，添加量为基质重量的0.01% - 10%。

6、接着权利要求1所述的铝酸盐类发光材料，其特征在于催化剂使用盐酸、醋酸、硝酸，使PH值保持在1-5。

# 说明书

## 一种铝酸盐类发光材料及其合成方法

本发明“一种铝酸盐类发光材料及其合成方法”，属于国际专利分类物理部中发光材料及生产方法。

以铝酸盐为主的长余辉发光材料，是近期出现的实用性较强的新型夜光材料。现今的发光材料是使用高纯三氧化二铝粉面添加金属元素化合物粉面制成，其中激活剂、共激活剂、助熔剂也是面制材料与母体材料均匀混合研磨，再经高温烧结而成，处理温度一般在1250℃以上。其缺点是制备出的发光材料硬度高，粒度大，不利于发光器件的生产。

本发明的目的是为了提供一种铝酸盐类发光材料及其合成方法，克服现有材料硬度高，粒度大而且不均匀等缺点。

本发明的内容：使用溶胶-凝胶法合成的铝酸盐类发光材料，其中母体材料是含有铝的有机化合物溶液，配以激活剂、共激活剂、助溶剂、催化剂均为有机化合物溶液或化合物水溶液，混合后加入同体积的水，在30℃-85℃保持48-50小时，形成溶胶；放入120℃±2℃真空干燥箱中干燥24小时；然后在空气中烧结2小时，以4-6℃/分钟升温速度升至500℃使有机成分挥发；在N<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>或活性碳还原气氛中，在500℃-1200℃温度范围内烧结0.5-3小时，通过烧结温度控制发光材料的颗粒度和颜色。

本发明使用的母体材料是含有铝的有机化合物，如：叔丁醇铝、苯甲醇铝、三氯乙醇铝、异丙醇铝等，加入乙醇、甲苯、异丙醇等溶剂溶解，添加含有钙、锶、钡的有机化合物或化合物的水溶液，如氯化钙、硝酸锶、氯化钡等，加入量与铝的摩尔比为0.95:1。

激活剂使用含有铕或镱的化合物溶液的一种或两种，如氯化铕、硝酸镱等，加入量在0.005mol%至15mol%。

共激活剂使用、镁、钆、铈、锡、铟、铊、铋、铷、铯、钫中的一种或两种以上有机化合物溶液或化合物溶液，如氯化铈、硝酸锡、硝酸铟等，其含量在0.0005%mol至15mol%。

助溶剂采用含有硼酸根的有机化合物溶液或化合物溶液，如硼酸、三烷基硼酸酯，添加量为基质重量的0.01% - 10%。

催化剂使用盐酸、醋酸、硝酸，使PH值保持在1-5。

该铝酸盐类发光材料及其合成方法有如下优点：

- 1、通过控制烧结温度控制发光材料的颗粒度和颜色，颗粒度可控制在10nm - 50  $\mu\text{m}$ ；
- 2、该材料具有灵敏的热释发光性能；
- 3、在紫外及可见光激发下具有强烈的光致发光及余辉特性。
- 4、该发光材料硬度较低，颗粒不大而且均匀，有利于发光器件的生产，便于推广。

该铝酸盐发光材料及其合成方法的实施例如下：

实施例 1：

异丙醇铝5.8g加入异丙醇100ml，20ml水加硝酸镉3.5g、硼酸0.01g，加硝酸锶溶液 $1 \times 10^{-4}$ g，加硝酸铕溶液 $1 \times 10^{-4}$ g，加硝酸铬 $1 \times 10^{-5}$ g，再加50ml水，在75  $^{\circ}\text{C}$ 混合搅拌，室温30 $^{\circ}\text{C}$ 放置24小时形成胶体，再120 $^{\circ}\text{C}$ 真空烘箱中干燥24小时，0-500 $^{\circ}\text{C}$ 空气中烧结2小时，升温速度5 $^{\circ}\text{C}$ /分钟。900 $^{\circ}\text{C}$ 氮与氢混各气氛中烧结2小时即可。

实施例 2：

叔丁醇铝5.5g，加入异丙醇80ml，15ml水加入硝酸钡1.1g、硝酸镉2g、硼酸0.01g，加氯化锶 $1.2 \times 10^{-4}$ g，氯化铕 $8 \times 10^{-5}$ g，加氯化钪 $1 \times 10^{-5}$ g、氯化锡 $1 \times 10^{-5}$ g，加盐酸0.5ml，再加水40ml，在室温下混合，放置24小时，形成胶体，在真空干燥箱120 $^{\circ}\text{C}$ 干燥24小时，0-500 $^{\circ}\text{C}$ 空气中烧结2小时，升温速度5 $^{\circ}\text{C}$ /分钟。最后在1100  $^{\circ}\text{C}$ 氮与氢混各气氛中烧结2小时即可。

实施例 3：

叔丁醇铝5.0g，加入异丙醇130ml，30ml水中加硝酸钙3g、硼酸0.005g，加溴化锶 $1 \times 10^{-3}$ g，加氯化钪 $5 \times 10^{-5}$ g，加硝酸0.1ml，再加水60ml，在30 $^{\circ}\text{C}$ 下保持24小时，形成胶体，在真空干燥箱120 $^{\circ}\text{C}$ 干燥24小时，0-500 $^{\circ}\text{C}$ 空气中烧结2小时，升温速度5 $^{\circ}\text{C}$ /分钟。在1200 $^{\circ}\text{C}$ 烧1小时，保护气氛是氮与氢气。