

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁷

C09D 11/00

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 98122739.2

[43]公开日 2000年5月31日

[11]公开号 CN 1254739A

[22]申请日 1998.11.24 [21]申请号 98122739.2

[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 李恩庆

权利要求书1页 说明书3页 附图页数0页

[54]发明名称 包膜电致荧光粉及包膜方法

[57]摘要

本发明属于电致发光材料技术领域,是一种利用化学方法,在电致荧光材料的表面形成氧化物、化合物薄膜和其复合膜。用含有硅、钛、锆、铝的有机化合物与有机调节剂、催化剂和水配成胶体包膜液。电致荧光粉在胶体包膜液中,经真空干燥、高温烧结处理后,制成包膜电致荧光粉。具有包膜的电致荧光粉可以有效防止周围环境对荧光粉的侵害,提高荧光粉的使用寿命,简化制作器件过程中封装工艺等。

ISSN 1008-4274



权 利 要 求 书

1、一种电致荧光粉的包膜方法，其特征是把经过处理的电致荧光粉，放入有机胶体包膜液中，经真空干燥，空气中高温烧结；有机胶体包膜液包括含有硅、钛、锆、铝的有机化合物和有机调节剂，催化剂和水；把组成有机胶体包膜液的组份混合后在 $30^{\circ}\text{C} - 80^{\circ}\text{C}$ 的温度下保持10小时 - 72小时；真空干燥温度为 120°C ，高温烧结温度为 500°C ；有机胶体包膜液的催化剂为硝酸、醋、盐酸，控制溶液的PH值在1 - 5；有机调节剂同有机化合物体积比为(3 - 8) : 1；水的加入量是有机化合物溶液的体积2 - 10倍。

2、根据权利要求1所述的电致荧光粉的包膜方法，其特征是硅的有机化合物为正硅酸乙酯；钛的有机化合物为钛酸丁酯，钛酸钪酯；锆的有机化合物为异丙醇锆、铝的有机化合物为异丙醇铝；有机调节剂为乙醇，甲醇，丙酮，异丙醇，甲苯。

3、根据权利要求2所述的电致荧光粉的包膜方法，其特征是在钛酸丁酯、钛酸乙酯中加入含有钡、铅的有机化合物，形成具有钛酸钡，钛酸铅膜或其复合膜。

4、根据权利要求3所述的电致荧光粉的包膜方法，其特征是钡、铅的有机化合物为醋酸钡，醋酸铅；钛的有机化合物中钛同钡或铅的摩尔比均为1 : 1。

5、根据权利要求1所述的电致荧光粉的包膜方法，制成的包膜电致荧光粉，其特征是电致荧光粉的体表面具有硅、钛、锆、铝的化合物膜，氧化物膜或其复合膜。

6、根据权利要求3所述的包膜方法制成的包膜电致荧光粉，其特征是电致荧光粉的体表面具有钛酸钡，钛酸铅膜或其复合膜。

包膜电致荧光粉及包膜方法

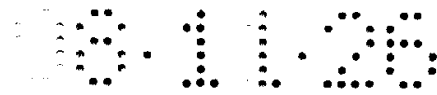
本发明属于电致发光材料技术领域。

电致荧光材料的老化是使其器件长期不能广泛应用的重要因素。老化过程主要来源电场作用下空气中的潮气使荧光粉发生电化学反应，造成发光强度在短时间内迅速衰减，半寿命降低。类似问题在其它类荧光材料中也有相同的表现。

本发明提供一种用化学方法包膜技术，使用包膜液在荧光粉体表面形成氧化物、化合物或其复合膜。本发明处理的荧光粉可有效提高粉体分散性，阻止潮气及强紫外线对粉体内、外杂质离子相互迁移。使用本发明成本低，易于大批量生产。抗老化效果明显。本发明的包膜方法同样适用于光致发光粉，真空紫外荧光粉，阴极射线荧光粉的表面处理。

本发明使用的包膜液是指含有硅、钛、锆、铝的有机化合物，经有机溶剂调节后加入催化剂和水。在钛的有机化合物中还可加入含有钡、铅的化合物溶液，如醋酸铅、醋酸钡。上述溶液均匀混合后在 $30^{\circ}\text{C} - 80^{\circ}\text{C}$ 保持10小时-72小时形成胶体包膜液。

上述一种或两种以上包膜液与处理过的电致荧光粉均匀混合，放入 120°C 真空干燥箱中。在真空状态下干燥48小时。根据膜形成的薄、厚要求可重复上述过程2-5次，然后在空气中以 $4 - 6^{\circ}\text{C}/\text{分钟}$ 速度升温致 500°C 烧结2小时，使有机成份充分挥发。出炉后用冷空气使荧光粉体速冷却至室温。本发明可在荧光粉体表面形成硅、钛、锆、铝的化合物氧化物，钛酸铅、钛酸钡及复合物薄膜。本发明包膜的荧光粉粒度应控制在 $15 - 50\mu\text{m}$ 有较好效果。



本发明中使用的有机化合物是指含有硅、钛、锆、铝的有机化合物，如正硅酸乙酯、钛酸丁酯、钛酸乙酯、异丙醇锆、异丙醇铝等。有机调节剂可使用乙醇、甲醇、丙酮、异丙醇、甲苯等，有机调节剂同有机化合物体积比控制在(3-8):1。

本发明中使用的催化剂是指硝酸、醋酸、盐酸，使用量应使溶液PH值控制在1-5。上述溶液中水的加入量是有机化合物体积的2-10倍。

本发明使用含有铅、钡的化合物溶液是指醋酸铅、醋酸钡。上述两种化合物中的一种加入到钛的有机化合物中，钛与铅、钡的摩尔比均是1:1。

本发明使用的荧光粉处理方法是將荧光粉用36%盐酸在60℃恒温浸泡30分钟，再用清水洗至中性置于120℃真空干燥24小时。该处理方法可使荧光粉体表面具有较好的附着薄膜基础。

由于在电致发光粉体表面上有一层氧化物、化合物薄膜或其复合膜，提高了粉体的分散性，有效阻止潮气、强紫外线等周围环境对粉体的侵害，同时使荧光粉体内、外杂质离子不能相互迁移。提高荧光粉的半寿命，由原来的1200小时延长到2500小时以上，抗老化效果明显。尽管在粉体表面包涂一层薄膜，但其发光亮度保持不变，发射光谱也与原粉相同。用本发明制作电致发光器件可简化封装工艺，降低制造成本。

本发明的实施例如下。

实例一：

取正硅酸乙酯3ml，加入有机调节剂乙醇15ml，加入水10ml，加入催化剂硝酸使PH=3。在40℃条件下保持24小时，形成胶体包膜液。将处理过的荧光粉30克与胶液均匀搅拌，



在120℃真空干燥箱中干燥48小时，在500℃空气中烧结2小时。然后冷却。此包膜荧光粉的半寿命为2500小时。

实例二：

取钛酸丁酸10ml，加入有机调节剂乙醇40ml，加入水30ml，加入催化剂盐酸使PH=3，在30℃放置10小时，加入处理过的荧光粉80克，真空干燥48小时。

将上述荧光粉再加入到含有2克异丙醇铝的异丙醇60ml中，加入水30ml，加入盐酸使PH=3。均匀搅拌后30℃温度下放置10小时。在120℃真空中干燥48小时，在500℃空气中烧2小时。

上述烧过的荧光粉加入到含有0.5克异丙醇铝的异丙醇60ml溶液中，加入水40ml，加入盐酸使PH=3。

均匀搅拌后在30℃下放置24小时，经真空干燥再在500℃空气中烧2小时。上述包膜粉保持其初始亮度，半寿命达3500小时。

实例三：

取钛酸丁酯30ml，加入有机调节剂乙醇100ml，加入水70ml，加入醋酸钡溶液15ml，在40℃下均匀搅拌并放置20小时。加入处理过的荧光粉200克并置于120℃真空干燥箱中干燥48小时，在500℃空气中烧结2小时。用上述方法处理的荧光粉初始亮度和发射光谱不变，半寿命为3000小时。