



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102766457 A

(43) 申请公布日 2012. 11. 07

(21) 申请号 201210222204. 0

(22) 申请日 2012. 06. 29

(71) 申请人 彩虹集团电子股份有限公司  
地址 710021 陕西省咸阳市彩虹路 1 号

(72) 发明人 李永强 郭禄华

(74) 专利代理机构 西安智大知识产权代理事务  
所 61215

代理人 贺建斌

(51) Int. Cl.

*C09K 11/78* (2006. 01)

*C09K 11/00* (2006. 01)

*H01J 11/42* (2012. 01)

*H01J 17/16* (2012. 01)

权利要求书 4 页 说明书 6 页

### (54) 发明名称

一种 3D PDP 用氧化钇钪铈红色荧光粉的制备方法

### (57) 摘要

一种 3D PDP 用氧化钇钪铈红色荧光粉的制备方法, 先采用共沉淀法制备稀土草酸盐共沉体, 称取稀土金属氧化物溶于硝酸或者盐酸中, 形成稀土金属盐溶液; 配制草酸溶液或者碳酸盐溶液, 将其加入到稀土金属盐溶液, 得到稀土金属草酸盐或者碳酸盐沉淀物, 将沉淀物过滤分离, 烘干, 焙烧, 得到稀土氧化物共沉体, 再进行氧化烧成形成氧化钇钪铈红色荧光粉烧成体, 给稀土氧化物共沉体加入助溶剂, 装入氧化铝坩埚, 进入氧化炉高温灼烧, 烧成后将烧成体粉碎, 得到氧化钇钪铈烧成品, 最后进行后处理工艺得到氧化钇钪铈红色荧光粉, 本发明所得荧光粉发光亮度高, 色纯度高, 晶体形貌完整, 粉体中心粒度小, 制造方法简单, 生产成本低, 适合于工业化生产。

1. 一种 3D PDP 用氧化钇钆铕红色荧光粉的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

第一步,采用共沉淀法制备稀土草酸盐共沉体:

按化学式  $(Y_{1-x-y}Gd_y, Eu_x)_2O_3$  进行配料,化学式中  $x=0.0\sim 0.2$ ,  $y=0.0\sim 0.5$ ,称取稀土金属氧化物氧化钇、氧化钆和氧化铕,并溶于浓度为 5-10mol/L 硝酸或者盐酸中,形成浓度为 0.5mol/L 稀土金属盐溶液;

配制草酸溶液或者碳酸盐溶液,浓度 0.1-0.5mol/L,溶液 pH 值在 2.0-4.0 之间,在搅拌的同时加热稀土金属盐溶液至 60-80°C,将草酸溶液或者碳酸盐溶液加入到稀土金属盐溶液,得到稀土金属草酸盐或者碳酸盐沉淀物,草酸溶液或者碳酸盐溶液与稀土金属盐溶液使用量相同,将沉淀物用热的去离子水充分洗涤至 pH=6-7 后,再将沉淀物过滤分离,120°C 烘干 16 小时以上,900-1000°C 焙烧 2-5 小时,得到稀土氧化物共沉体,过 100 目尼龙筛,备用,

碳酸盐溶液为碳酸铵或碳酸氢铵溶液中的一种或者两种;

第二步,氧化烧成形成氧化钇钆铕红色荧光粉烧成体:

给过筛的稀土氧化物共沉体加入其质量 0.1-1.0% 助溶剂混合均匀后,装入氧化铝坩埚,进入氧化炉高温灼烧,灼烧时将温度升至 1000-1200°C,并保温 1-5 小时,再升温至 1300-1500°C,保温时间为 3-6 小时,随炉降温至室温,烧成后将烧成体粉碎,过 100 目筛即得到氧化钇钆铕烧成品,

助熔剂为硼酸、氯化钡、氟化铝、氟化锂和氟化钡中的一种或一种以上;

第三步,后处理工艺得到氧化钇钆铕红色荧光粉;

按照荧光粉:玻璃球:纯水或有机溶剂重量百分比为 1:2:2.5 的比例,将氧化钇钆铕烧成品粉体中,玻璃球、纯水或有机溶剂以转速 10 转/分钟进行球磨分散,将分散后粉浆过 500 目筛后用 80-85°C 热纯水充分洗涤三次以上至电导率在 30  $\mu$  s/cm 以下,去除其杂质,过滤,将粉块放入干燥箱中于 90-120°C 烘干 24 小时,过 160 目筛,即得到氧化钇钆铕红色荧光粉,

纯水 pH 控制在 5.0-10.0,纯水 pH 调整通过醋酸或稀氨水来实现。

2. 根据权利要求 1 所述的一种 3D PDP 用氧化钇钆铕红色荧光粉的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

第一步,按化学式  $(Y_{1-x-y}Gd_y, Eu_x)_2O_3$  进行配料,化学式中  $x=0.06$ ,  $y=0.27$ ,分别称取氧化钇、氧化钆和氧化铕,并溶于浓度为 10mol/L 硝酸中,稀释至 4L 形成浓度为 0.5mol/L 稀土金属盐溶液;

配制草酸溶液 4L,浓度为 0.8mol/L,溶液 pH 值在 3.0-3.5 之间,在搅拌的同时加热稀土金属盐溶液至 80°C,将草酸溶液加入到稀土金属盐溶液,得到稀土金属草酸盐或者碳酸盐沉淀物,将沉淀物用热的去离子水充分洗涤至 pH=6-7 后,再将沉淀物过滤分离,120°C 烘干 16 小时,1000°C 焙烧 5 小时,得到稀土氧化物共沉体,过 100 目尼龙筛,备用,

第二步,给过筛的稀土氧化物共沉体加入其质量 0.6% 助溶剂混合均匀后,装入氧化铝坩埚中,进入氧化炉高温灼烧,灼烧时将温度升至 1200°C,并保温 1 小时,再升温至 1450°C 并保温 5 小时,随炉降温至室温,烧成后将烧成体粉碎,过 100 目筛即得到氧化钇钆铕烧成品;

助熔剂为硼酸、氯化钡、氟化铝按质量比 1:10:1 的混合料;

第三步,按照荧光粉:玻璃球:纯水重量百分比为 1:2:2.5 的比例,纯水 pH=7.5-8.0,将氧化钇钆铕烧成品粉体中,玻璃球、纯水以转速 10 转/分钟进行球磨分散,将分散后粉浆过 500 目筛后用 80-85℃ 热纯水充分洗涤三次以上至电导率在  $30 \mu\text{s/cm}$  以下,去除其杂质,过滤,将粉块放入干燥箱中于 90-120℃ 烘干 24 小时,过 160 目筛,即得到氧化钇钆铕红色荧光粉。

3. 根据权利要求 1 所述的一种 3D PDP 用氧化钇钆铕红色荧光粉的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

第一步,按化学式  $(Y_{1-x-y}Gd_y, Eu_x)_2O_3$  进行配料,化学式中  $x=0.06, y=0.27$ ,分别称取氧化钇、氧化钆和氧化铕,并溶于浓度为 10mol/L 硝酸中,稀释至 4L 形成浓度为 0.5mol/L 稀土金属盐溶液;

配制草酸溶液 4L,浓度为 0.8mol/L,溶液 pH 值在 3.0-3.5 之间,在搅拌的同时加热稀土金属盐溶液至 80℃,将草酸溶液加入到稀土金属盐溶液,得到稀土金属草酸盐或者碳酸盐沉淀物,将沉淀物用热的去离子水充分洗涤至 pH=6-7 后,再将沉淀物过滤分离,120℃ 烘干 16 小时,1000℃ 焙烧 5 小时,得到稀土氧化物共沉体,过 100 目尼龙筛,备用,

第二步,给过筛的稀土氧化物共沉体加入其质量 0.8% 助溶剂混合均匀后,装入氧化铝坩埚中,进入氧化炉高温灼烧,灼烧时将温度升至 1000℃,并保温 1 小时,再升温至 1350℃ 并保温 5 小时,随炉降温至室温,烧成后将烧成体粉碎,过 100 目筛即得到氧化钇钆铕烧成品;

助熔剂为硼酸、氯化钡、氟化铝按质量比 1:10:1 的混合料;

第三步,按照荧光粉:玻璃球:无水乙醇重量百分比为 1:2:2.5 的比例,将氧化钇钆铕烧成品粉体中,玻璃球、无水乙醇以转速 10 转/分钟进行球磨分散,将分散后粉浆过 500 目筛后用 80-85℃ 热纯水充分洗涤三次以上至电导率在  $30 \mu\text{s/cm}$  以下,去除其杂质,过滤,将粉块放入干燥箱中于 90-120℃ 烘干 24 小时,过 160 目筛,即得到氧化钇钆铕红色荧光粉。

4. 根据权利要求 1 所述的一种 3D PDP 用氧化钇钆铕红色荧光粉的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

第一步,按化学式  $(Y_{1-x-y}Gd_y, Eu_x)_2O_3$  进行配料,化学式中  $x=0.06, y=0.27$ ,分别称取氧化钇、氧化钆和氧化铕,并溶于浓度为 10mol/L 硝酸中,稀释至 4L 形成浓度为 0.5mol/L 稀土金属盐溶液;

配制草酸溶液 4L,浓度为 0.8mol/L,溶液 pH 值在 3.0-3.5 之间,在搅拌的同时加热稀土金属盐溶液至 80℃,将草酸溶液加入到稀土金属盐溶液,得到稀土金属草酸盐或者碳酸盐沉淀物,将沉淀物用热的去离子水充分洗涤至 pH=6-7 后,再将沉淀物过滤分离,120℃ 烘干 16 小时,1000℃ 焙烧 5 小时,得到稀土氧化物共沉体,过 100 目尼龙筛,备用,

第二步,给过筛的稀土氧化物共沉体加入其质量 0.5% 助溶剂混合均匀后,装入氧化铝坩埚中,进入氧化炉高温灼烧,灼烧时将温度升至 1100℃,并保温 1 小时,再升温至 1500℃ 并保温 5 小时,随炉降温至室温,烧成后将烧成体粉碎,过 100 目筛即得到氧化钇钆铕烧成品;

助熔剂为硼酸、氯化钡、氟化铝按质量比 1:10:1 的混合料;

第三步,按照荧光粉:玻璃球:纯水重量百分比为 1:2:2.5 的比例,纯水 pH=5.5-6.0,将氧化钇钆铕烧成品粉体中,玻璃球、纯水以转速 10 转/分钟进行球磨分散,将分散后粉浆

过 500 目筛后用 80-85℃ 热纯水充分洗涤三次以上至电导率在  $30 \mu\text{s}/\text{cm}$  以下, 去除其杂质, 过滤, 将粉块放入干燥箱中于 90-120℃ 烘干 24 小时, 过 160 目筛, 即得到氧化钇钆铕红色荧光粉。

5. 根据权利要求 1 所述的一种 3D PDP 用氧化钇钆铕红色荧光粉的制备方法, 其特征在于, 包括以下步骤:

第一步, 按化学式  $(\text{Y}_{1-x-y}\text{Gd}_y, \text{Eu}_x)_2\text{O}_3$  进行配料, 化学式中  $x=0.06, y=0.27$ , 分别称取氧化钇、氧化钆和氧化铕, 并溶于浓度为 10mol/L 硝酸中, 稀释至 4L 形成浓度为 0.5mol/L 稀土金属盐溶液;

配制草酸溶液 4L, 浓度为 0.8mol/L, 溶液 pH 值在 3.0-3.5 之间, 在搅拌的同时加热稀土金属盐溶液至 80℃, 将草酸溶液加入到稀土金属盐溶液, 得到稀土金属草酸盐或者碳酸盐沉淀物, 将沉淀物用热的去离子水充分洗涤至 pH=6-7 后, 再将沉淀物过滤分离, 120℃ 烘干 16 小时, 1000℃ 焙烧 5 小时, 得到稀土氧化物共沉体, 过 100 目尼龙筛, 备用,

第二步, 给过筛的稀土氧化物共沉体加入其质量 0.7% 助溶剂混合均匀后, 装入氧化铝坩埚中, 进入氧化炉高温灼烧, 灼烧时将温度升至 1200℃, 并保温 1 小时, 再升温至 1400℃ 并保温 5 小时, 随炉降温至室温, 烧成后将烧成体粉碎, 过 100 目筛即得到氧化钇钆铕烧成品;

助熔剂为硼酸、氯化钡、氟化铝按质量比 1:10:1 的混合料;

第三步, 按照荧光粉:玻璃球:纯水重量百分比为 1:2:2.5 的比例, 纯水 pH=7.5-8.0, 将氧化钇钆铕烧成品粉体中, 玻璃球、纯水以转速 10 转/分钟进行球磨分散, 将分散后粉浆过 500 目筛后用 80-85℃ 热纯水充分洗涤三次以上至电导率在  $30 \mu\text{s}/\text{cm}$  以下, 去除其杂质, 过滤, 将粉块放入干燥箱中于 90-120℃ 烘干 24 小时, 过 160 目筛, 即得到氧化钇钆铕红色荧光粉。

6. 根据权利要求 1 所述的一种 3D PDP 用氧化钇钆铕红色荧光粉的制备方法, 其特征在于, 包括以下步骤:

第一步, 按化学式  $(\text{Y}_{1-x-y}\text{Gd}_y, \text{Eu}_x)_2\text{O}_3$  进行配料, 化学式中  $x=0.06, y=0.27$ , 分别称取氧化钇、氧化钆和氧化铕, 并溶于浓度为 10mol/L 硝酸中, 稀释至 4L 形成浓度为 0.5mol/L 稀土金属盐溶液;

配制草酸溶液 4L, 浓度为 0.8mol/L, 溶液 pH 值在 3.0-3.5 之间, 在搅拌的同时加热稀土金属盐溶液至 80℃, 将草酸溶液加入到稀土金属盐溶液, 得到稀土金属草酸盐或者碳酸盐沉淀物, 将沉淀物用热的去离子水充分洗涤至 pH=6-7 后, 再将沉淀物过滤分离, 120℃ 烘干 16 小时, 1000℃ 焙烧 5 小时, 得到稀土氧化物共沉体, 过 100 目尼龙筛, 备用,

第二步, 给过筛的稀土氧化物共沉体加入其质量 0.8% 助溶剂混合均匀后, 装入氧化铝坩埚中, 进入氧化炉高温灼烧, 灼烧时将温度升至 1200℃, 并保温 1 小时, 再升温至 1400℃ 并保温 5 小时, 随炉降温至室温, 烧成后将烧成体粉碎, 过 100 目筛即得到氧化钇钆铕烧成品;

助熔剂为硼酸、氯化钡、氟化铝按质量比 1:10:1 的混合料;

第三步, 按照荧光粉:玻璃球:纯水重量百分比为 1:2:2.5 的比例, pH=9.5-10.0, 将氧化钇钆铕烧成品粉体中, 玻璃球、纯水以转速 10 转/分钟进行球磨分散, 将分散后粉浆过 500 目筛后用 80-85℃ 热纯水充分洗涤三次以上至电导率在  $30 \mu\text{s}/\text{cm}$  以下, 去除其杂质, 过

滤,将粉块放入干燥箱中于90-120℃烘干24小时,过160目筛,即得到氧化钪钆铈红色荧光粉。

## 一种 3D PDP 用氧化钇钆铕红色荧光粉的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及显示器件用荧光体技术领域,具体涉及一种 3D PDP 用氧化钇钆铕红色荧光粉的制备方法。

### 背景技术

[0002] 目前, PDP 显示器件中被广泛使用的红粉是硼酸盐红粉,其化学组成式为 (Y, Gd)  $\text{BO}_3$ :Eu, 并与  $\text{BaMgAl}_{10}\text{O}_{17}$ :Eu 蓝粉和  $\text{Zn}_2\text{SiO}_4$ :Mn 绿粉组合使用。(Y, Gd)  $\text{BO}_3$ :Eu 由于其具有较高的亮度,而被应用于 PDP 中的红色荧光体。

[0003] 适合于 PDP 的红色荧光粉包括硼酸钇钆铕, 钒磷酸钇钆铕, 氧化钇钆铕, 硼铝酸钇钆铕等, 其中硼酸钇钆铕余辉太长(12ms 左右), 钒磷酸钇钆铕亮度和饱和度较低, 硼铝酸钇钆铕亮度较低, 都无法满足 3D PDP 要求。对于氧化钆铕红粉, 是最常见的红色荧光粉广泛应用于三基色稀土节能灯, 冷阴极荧光灯中。氧化钇钆铕红粉在 147nm 激发条件下, 其发光亮度高, 余辉短(3.8ms), 非常适合于 3D PDP 显示器件。传统工艺方法所得氧化钇钆铕红粉应用于汞蒸气产生的 253.7nm 紫外线激发条件下, 但 PDP 显示器件属于真空紫外线(147nm, 172nm) 激发。由于两者激发条件不一致, 其对应发光机理不同, 对荧光粉的要求, 尤其是荧光粉表面特性要求不一样(253.7nm 紫外激发条件下, 氧化钇钆铕属于激活中心直接吸收紫外线发光, 属于体发光, 对表面要求不高; 147nm 真空激发条件下, 氧化钇钆铕属于基质晶格吸收真空紫外线再传递至发光中心, 属于表面层发光), 因此, 传统工艺技术所得氧化钇钆铕, 其发光特性较差, 真空紫外维持率较差等, 不能完全满足 3D PDP 的要求。

### 发明内容

[0004] 为了克服上述现有技术的缺点, 本发明的目的是提供一种 3DPDP 用氧化钇钆铕红色荧光粉的制备方法, 所得荧光粉发光亮度高, 色纯度好, 晶体形貌完整, 粉体中心粒度小, 制造方法简单, 生产成本低, 适合于工业化生产。

[0005] 为了达到上述目的, 本发明采取的技术方案为:

[0006] 一种 3D PDP 用氧化钇钆铕红色荧光粉的制备方法, 包括以下步骤:

[0007] 第一步, 采用共沉淀法制备稀土草酸盐共沉淀体:

[0008] 按化学式  $(\text{Y}_{1-x-y}\text{Gd}_y, \text{Eu}_x)_2\text{O}_3$  进行配料, 化学式中  $x=0.0\sim 0.2$ ,  $y=0.0\sim 0.5$ , 称取稀土金属氧化物氧化钇、氧化钆和氧化铕, 并溶于浓度为 5-10mol/L 硝酸或者盐酸中, 形成浓度为 0.5mol/L 稀土金属盐溶液;

[0009] 配制草酸溶液或者碳酸盐溶液, 浓度 0.1-0.5mol/L, 溶液 pH 值在 2.0-4.0 之间, 在搅拌的同时加热稀土金属盐溶液至 60-80°C, 将草酸溶液或者碳酸盐溶液加入到稀土金属盐溶液, 得到稀土金属草酸盐或者碳酸盐沉淀物, 草酸溶液或者碳酸盐溶液与稀土金属盐溶液使用量相同, 将沉淀物用热的去离子水充分洗涤至 pH=6-7 后, 再将沉淀物过滤分离, 120°C 烘干 16 小时以上, 900-1000°C 焙烧 2-5 小时, 得到稀土氧化物共沉淀体, 过 100 目尼龙筛, 备用,

[0010] 碳酸盐溶液为碳酸铵或碳酸氢铵溶液中的一种或者两种；

[0011] 第二步,氧化烧成形成氧化钇钆铕红色荧光粉烧成体；

[0012] 给过筛的稀土氧化物共沉体加入其质量 0.1-1.0%助溶剂混合均匀后,装入氧化铝坩埚,进入氧化炉高温灼烧,灼烧时将温度升至 1000-1200℃,并保温 1-5 小时,再升温至 1300-1500℃,保温时间为 3-6 小时,随炉降温至室温,烧成后将烧成体粉碎,过 100 目筛即得到氧化钇钆铕烧成品,

[0013] 助熔剂为硼酸、氯化钡、氟化铝、氟化锂和氟化钡中的一种或一种以上；

[0014] 第三步,后处理工艺得到氧化钇钆铕红色荧光粉；

[0015] 按照荧光粉:玻璃球:纯水或有机溶剂重量百分比为 1:2:2.5 的比例,将氧化钇钆铕烧成品粉体中,玻璃球、纯水或有机溶剂以转速 10 转/分钟进行球磨分散,将分散后粉浆过 500 目筛后用 80-85℃热纯水充分洗涤三次以上至电导率在 30  $\mu$  s/cm 以下,去除其杂质,过滤,将粉块放入干燥箱中于 90-120℃烘干 24 小时,过 160 目筛,即得到氧化钇钆铕红色荧光粉,

[0016] 纯水 pH 控制在 5.0-10.0,纯水 pH 调整通过醋酸或稀氨水来实现。

[0017] 本发明的优点是:在传统氧化钇铕工艺基础上,引入氧化钆组分形成氧化钇钆铕,Gd-Eu 共激活钇提升荧光粉的发光强度,改善晶体表面微观形态,并且大大增强其在真空紫外激发条件下的亮度维持率(荧光粉寿命);同时,采用高温烧成工艺,使氧化钇钆铕晶体表面特性良好,以期改善其抗真空紫外劣化特性;此外,通过控制球磨分散及后水洗过程中的 pH,以减少氧化钇钆铕在水中的水解,维持晶体表面完整性。通过该方法,所得氧化钇钆铕红粉,中心粒度小,微观形貌优良,真空紫外劣化特性良好,适合于 PDP 显示器件尤其是 3D PDP 显示器件的要求。

[0018] 浆料热劣化评价

[0019] 本发明采用荧光粉与有机载体配合形成荧光粉浆料,将浆料沉片,烘干,再进行热处理,冷却后测试其亮度和色度变化值,以此评价荧光粉的热劣化特性,更准确是荧光粉浆料热劣化特性。

[0020] 具体实验方法是:取有机载体(甲基纤维素(14wt%)溶解到苯甲醇(64.3wt%)和松油醇(35.7%)中形成)10.0g,加入氧化钇钆铕红粉 5.0g,充分搅拌,以形成均匀一致的荧光粉浆料。静置,老炼荧光粉浆料 5.0 小时。将浆料滴入到样品盘中,重量为 0.5g,自然流平,静置,使其表面气泡消除,120℃-150℃烘干 5.0 小时。将样品放入马福炉中进行焙烧,具体焙烧温度制度是:150℃进炉,90 分钟升温至 350℃,保温 20 分钟,再用 90 分钟升温至 500℃保温 30 分钟,300 分钟降温至 150℃,取出样品,冷却至室温,检测。

[0021] 真空紫外劣化特性评价

[0022] 根据 PDP 面板荧光粉浆料涂覆及处理工艺特点,真空紫外劣化特性评价必须在浆料热劣化处理后的荧光粉进行评价,以尽可能接近 PDP 荧光粉实际应用条件。此外,PDP 荧光粉粉末与经过浆料热劣化后的荧光粉样品的耐真空紫外劣化特性差异很大;

[0023] 真空紫外劣化评价方法是:采用直径为 30-40mm 的石英玻璃管,两端加高压高频电场,玻璃管中流通 1-4% Xe/Ne 混合气体,保证玻璃管内压力 400Torr-500Torr,将样品放入到玻璃管内,高压高频电场作用下产生的真空紫外线对荧光粉进行劣化一定时间后取出,测试发光特性,以评价真空紫外线对氧化钇钆铕红色荧光粉劣化特性;

## 具体实施方式

[0024] 以下通过具体实例对本发明做进一步说明,本发明的保护范围不受具体实例的限制。

[0025] 实施例 1

[0026] 一种 3D PDP 用氧化钇钆铕红色荧光粉的制备方法,包括以下步骤:

[0027] 第一步,按化学式  $(Y_{1-x-y}Gd_y, Eu_x)_2O_3$  进行配料,化学式中  $x=0.06, y=0.27$ ,分别称取氧化钇、氧化钆和氧化铕,并溶于浓度为 10mol/L 硝酸中,稀释至 4L 形成浓度为 0.5mol/L 稀土金属盐溶液;

[0028] 配制草酸溶液 4L,浓度为 0.8mol/L,溶液 pH 值在 3.0-3.5 之间,在搅拌的同时加热稀土金属盐溶液至 80℃,将草酸溶液加入到稀土金属盐溶液,得到稀土金属草酸盐或者碳酸盐沉淀物,将沉淀物用热的去离子水充分洗涤至 pH=6-7 后,再将沉淀物过滤分离,120℃烘干 16 小时,1000℃焙烧 5 小时,得到稀土氧化物共沉体,过 100 目尼龙筛,备用,

[0029] 第二步,给过筛的稀土氧化物共沉体加入其质量 0.6% 助溶剂混合均匀后,装入氧化铝坩埚中,进入氧化炉高温灼烧,灼烧时将温度升至 1200℃,并保温 1 小时,再升温至 1450℃ 并保温 5 小时,随炉降温至室温,烧成后将烧成体粉碎,过 100 目筛即得到氧化钇钆铕烧成品;

[0030] 助熔剂为硼酸、氯化钡、氟化铝按质量比 1:10:1 的混合料;

[0031] 第三步,按照荧光粉:玻璃球:纯水重量百分比为 1:2:2.5 的比例,纯水 pH=7.5-8.0,将氧化钇钆铕烧成品粉体中,玻璃球、纯水以转速 10 转/分钟进行球磨分散,将分散后粉浆过 500 目筛后用 80-85℃ 热纯水充分洗涤三次以上至电导率在 30  $\mu$  s/cm 以下,去除其杂质,过滤,将粉块放入干燥箱中于 90-120℃ 烘干 24 小时,过 160 目筛,即得到氧化钇钆铕红色荧光粉。

[0032] 对实施例 1 的氧化钇钆铕红色荧光粉进行发光特性评价,详细数据见表 1。

[0033] 实施例 2

[0034] 一种 3D PDP 用氧化钇钆铕红色荧光粉的制备方法,包括以下步骤:

[0035] 第一步,按化学式  $(Y_{1-x-y}Gd_y, Eu_x)_2O_3$  进行配料,化学式中  $x=0.06, y=0.27$ ,分别称取氧化钇、氧化钆和氧化铕,并溶于浓度为 10mol/L 硝酸中,稀释至 4L 形成浓度为 0.5mol/L 稀土金属盐溶液;

[0036] 配制草酸溶液 4L,浓度为 0.8mol/L,溶液 pH 值在 3.0-3.5 之间,在搅拌的同时加热稀土金属盐溶液至 80℃,将草酸溶液加入到稀土金属盐溶液,得到稀土金属草酸盐或者碳酸盐沉淀物,将沉淀物用热的去离子水充分洗涤至 pH=6-7 后,再将沉淀物过滤分离,120℃烘干 16 小时,1000℃焙烧 5 小时,得到稀土氧化物共沉体,过 100 目尼龙筛,备用,

[0037] 第二步,给过筛的稀土氧化物共沉体加入其质量 0.8% 助溶剂混合均匀后,装入氧化铝坩埚中,进入氧化炉高温灼烧,灼烧时将温度升至 1000℃,并保温 1 小时,再升温至 1350℃ 并保温 5 小时,随炉降温至室温,烧成后将烧成体粉碎,过 100 目筛即得到氧化钇钆铕烧成品;

[0038] 助熔剂为硼酸、氯化钡、氟化铝按质量比 1:10:1 的混合料;

[0039] 第三步,按照荧光粉:玻璃球:无水乙醇重量百分比为 1:2:2.5 的比例,将氧化钇



钇钽烧成品粉体中,玻璃球、无水乙醇以转速 10 转 / 分钟进行球磨分散,将分散后粉浆过 500 目筛后用 80-85℃热纯水充分洗涤三次以上至电导率在  $30 \mu\text{s/cm}$  以下,去除其杂质,过滤,将粉块放入干燥箱中于 90-120℃烘干 24 小时,过 160 目筛,即得到氧化钇钇钽红色荧光粉。

[0040] 对实施例 2 的氧化钇钇钽红色荧光粉进行发光特性评价,详细数据见表 1。

[0041] 实施例 3

[0042] 一种 3D PDP 用氧化钇钇钽红色荧光粉的制备方法,包括以下步骤:

[0043] 第一步,按化学式  $(Y_{1-x-y}Gd_y, Eu_x)_2O_3$  进行配料,化学式中  $x=0.06, y=0.27$ ,分别称取氧化钇、氧化钇和氧化钽,并溶于浓度为 10mol/L 硝酸中,稀释至 4L 形成浓度为 0.5mol/L 稀土金属盐溶液;

[0044] 配制草酸溶液 4L,浓度为 0.8mol/L,溶液 pH 值在 3.0-3.5 之间,在搅拌的同时加热稀土金属盐溶液至 80℃,将草酸溶液加入到稀土金属盐溶液,得到稀土金属草酸盐或者碳酸盐沉淀物,将沉淀物用热的去离子水充分洗涤至 pH=6-7 后,再将沉淀物过滤分离,120℃烘干 16 小时,1000℃焙烧 5 小时,得到稀土氧化物共沉体,过 100 目尼龙筛,备用,

[0045] 第二步,给过筛的稀土氧化物共沉体加入其质量 0.5% 助溶剂混合均匀后,装入氧化铝坩埚中,进入氧化炉高温灼烧,灼烧时将温度升至 1100℃,并保温 1 小时,再升温至 1500℃并保温 5 小时,随炉降温至室温,烧成后将烧成体粉碎,过 100 目筛即得到氧化钇钇钽烧成品;

[0046] 助熔剂为硼酸、氯化钡、氟化铝按质量比 1:10:1 的混合料;

[0047] 第三步,按照荧光粉:玻璃球:纯水重量百分比为 1:2:2.5 的比例,纯水 pH=5.5-6.0,将氧化钇钇钽烧成品粉体中,玻璃球、纯水以转速 10 转 / 分钟进行球磨分散,将分散后粉浆过 500 目筛后用 80-85℃热纯水充分洗涤三次以上至电导率在  $30 \mu\text{s/cm}$  以下,去除其杂质,过滤,将粉块放入干燥箱中于 90-120℃烘干 24 小时,过 160 目筛,即得到氧化钇钇钽红色荧光粉。

[0048] 对实施例 3 的氧化钇钇钽红色荧光粉进行发光特性评价,详细数据见表 1。

[0049] 实施例 4

[0050] 一种 3D PDP 用氧化钇钇钽红色荧光粉的制备方法,包括以下步骤:

[0051] 第一步,按化学式  $(Y_{1-x-y}Gd_y, Eu_x)_2O_3$  进行配料,化学式中  $x=0.06, y=0.27$ ,分别称取氧化钇、氧化钇和氧化钽,并溶于浓度为 10mol/L 硝酸中,稀释至 4L 形成浓度为 0.5mol/L 稀土金属盐溶液;

[0052] 配制草酸溶液 4L,浓度为 0.8mol/L,溶液 pH 值在 3.0-3.5 之间,在搅拌的同时加热稀土金属盐溶液至 80℃,将草酸溶液加入到稀土金属盐溶液,得到稀土金属草酸盐或者碳酸盐沉淀物,将沉淀物用热的去离子水充分洗涤至 pH=6-7 后,再将沉淀物过滤分离,120℃烘干 16 小时,1000℃焙烧 5 小时,得到稀土氧化物共沉体,过 100 目尼龙筛,备用,

[0053] 第二步,给过筛的稀土氧化物共沉体加入其质量 0.7% 助溶剂混合均匀后,装入氧化铝坩埚中,进入氧化炉高温灼烧,灼烧时将温度升至 1200℃,并保温 1 小时,再升温至 1400℃并保温 5 小时,随炉降温至室温,烧成后将烧成体粉碎,过 100 目筛即得到氧化钇钇钽烧成品;

[0054] 助熔剂为硼酸、氯化钡、氟化铝按质量比 1:10:1 的混合料;

[0055] 第三步,按照荧光粉:玻璃球:纯水重量百分比为1:2:2.5的比例,纯水pH=7.5-8.0,将氧化钇钆铕烧成品粉体中,玻璃球、纯水以转速10转/分钟进行球磨分散,将分散后粉浆过500目筛后用80-85℃热纯水充分洗涤三次以上至电导率在 $30\mu\text{s}/\text{cm}$ 以下,去除其杂质,过滤,将粉块放入干燥箱中于90-120℃烘干24小时,过160目筛,即得到氧化钇钆铕红色荧光粉。

[0056] 对实施例4的氧化钇钆铕红色荧光粉进行发光特性评价,详细数据见表1。

[0057] 实施例5

[0058] 一种3D PDP用氧化钇钆铕红色荧光粉的制备方法,包括以下步骤:

[0059] 第一步,按化学式 $(\text{Y}_{1-x-y}\text{Gd}_y, \text{Eu}_x)_2\text{O}_3$ 进行配料,化学式中 $x=0.06, y=0.27$ ,分别称取氧化钇、氧化钆和氧化铕,并溶于浓度为 $10\text{mol}/\text{L}$ 硝酸中,稀释至4L形成浓度为 $0.5\text{mol}/\text{L}$ 稀土金属盐溶液;

[0060] 配制草酸溶液4L,浓度为 $0.8\text{mol}/\text{L}$ ,溶液pH值在3.0-3.5之间,在搅拌的同时加热稀土金属盐溶液至80℃,将草酸溶液加入到稀土金属盐溶液,得到稀土金属草酸盐或者碳酸盐沉淀物,将沉淀物用热的去离子水充分洗涤至pH=6-7后,再将沉淀物过滤分离,120℃烘干16小时,1000℃焙烧5小时,得到稀土氧化物共沉体,过100目尼龙筛,备用,

[0061] 第二步,给过筛的稀土氧化物共沉体加入其质量0.8%助溶剂混合均匀后,装入氧化铝坩埚中,进入氧化炉高温灼烧,灼烧时将温度升至1200℃,并保温1小时,再升温至1400℃并保温5小时,随炉降温至室温,烧成后将烧成体粉碎,过100目筛即得到氧化钇钆铕烧成品;

[0062] 助熔剂为硼酸、氯化钡、氟化铝按质量比1:10:1的混合料;

[0063] 第三步,按照荧光粉:玻璃球:纯水重量百分比为1:2:2.5的比例,pH=9.5-10.0,将氧化钇钆铕烧成品粉体中,玻璃球、纯水以转速10转/分钟进行球磨分散,将分散后粉浆过500目筛后用80-85℃热纯水充分洗涤三次以上至电导率在 $30\mu\text{s}/\text{cm}$ 以下,去除其杂质,过滤,将粉块放入干燥箱中于90-120℃烘干24小时,过160目筛,即得到氧化钇钆铕红色荧光粉。

[0064] 对实施例5的氧化钇钆铕红色荧光粉进行发光特性评价,详细数据见表1。

[0065] 从表1可以看出,所得荧光粉发光亮度高,粉体中心粒度小,其它相关性能良好。

[0066] 表1不同实施例所得样品的评价数据

[0067]

	粉末特性			浆料劣化后			浆料劣化 维持率	VUV 劣化 维持率	备注
	Br	x	y	Br	x	y			
实施例 1	<b>103.0%</b>	0.660	0.340	<b>102.6%</b>	0.660	0.340	<b>99.6%</b>	48%	147nm
	<b>100.3%</b>	0.652	0.348						254nm
实施例 2	<b>109.3%</b>	0.660	0.340	<b>108.7%</b>	0.660	0.340	<b>99.4%</b>	51%	147nm
	<b>100.5%</b>	0.652	0.348						254nm
实施例 3	<b>102.5%</b>	0.660	0.340	<b>101.7%</b>	0.660	0.340	<b>99.2%</b>	47%	147nm
	<b>100.5%</b>	0.652	0.348						254nm
实施例 4	<b>110.3%</b>	0.660	0.340	<b>109.7%</b>	0.660	0.340	<b>99.4%</b>	62%	147nm
	<b>100.5%</b>	0.652	0.348						254nm
实施例 5	<b>105.3%</b>	0.660	0.340	<b>104.7%</b>	0.660	0.340	<b>99.4%</b>	56%	147nm
	<b>100.5%</b>	0.652	0.348						254nm

[0068] 注：上表中发光性能是 147nm 激发条件下测试结果；

[0069] 上表中粒度是库尔特粒度仪测试结果。