

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2020 年 4 月 16 日 (16.04.2020)



(10) 国际公布号
WO 2020/073811 A1

(51) 国际专利分类号:
C04B 35/10 (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2019/108005

(22) 国际申请日: 2019 年 9 月 26 日 (26.09.2019)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:
201811182871.4 2018 年 10 月 11 日 (11.10.2018) CN

(71) 申请人: 深圳光峰科技股份有限公司 (APPOTRONICS CORPORATION LIMITED)
[CN/CN]; 中国广东省深圳市南山区粤海街道学府路 63 号高新区联合总部大厦 20-22 楼, Guangdong 518000 (CN)。

(72) 发明人: 李乾 (LI, Qian); 中国广东省深圳市南山区粤海街道学府路 63 号高新区联合总部大厦 20-22 楼, Guangdong 518000 (CN)。 陈雨叁 (CHEN, Yusan); 中国广东省深圳市南山区粤海街道学府路 63 号高新区联合总部大厦 20-22 楼, Guangdong 518000 (CN)。 王艳刚 (WANG, Yangang); 中国广东省深圳市南山区粤海街道学

府路 63 号高新区联合总部大厦 20-22 楼, Guangdong 518000 (CN)。 许颜正 (XU, Yanzheng); 中国广东省深圳市南山区粤海街道学府路 63 号高新区联合总部大厦 20-22 楼, Guangdong 518000 (CN)。

(81) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

(84) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT,

(54) Title: FLUORESCENT CERAMIC AND PREPARATION METHOD THEREFOR, LIGHT SOURCE DEVICE AND PROJECTION DEVICE

(54) 发明名称: 一种荧光陶瓷及其制备方法、光源装置和投影装置

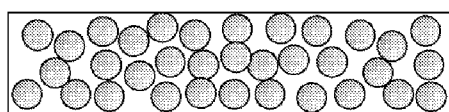


图 4

(57) Abstract: Disclosed are a fluorescent ceramic and a preparation method therefor, a light source device, and a projection device. The fluorescent ceramic comprises an alumina matrix phase and a luminescence center uniformly dispersed in the alumina matrix phase, characterized in that the luminescence center is composed of spherical fluorescent monocrystal particles with a smooth spherical outer surface. The spherical fluorescent monocrystal particles have a regular spherical shape and a smooth outer surface, so that the original appearance can be maintained after sintering, which is conducive to improving the structural strength of the sintered fluorescent ceramic; moreover, the spherical fluorescent monocrystal particles having a larger particle size range can further improve the luminous efficiency of the fluorescent ceramic.

(57) 摘要: 一种荧光陶瓷及其制备方法、发光装置和投影装置, 所述荧光陶瓷包括氧化铝基质相及均匀分散于氧化铝基质相中的发光中心, 其特征在于, 所述发光中心为球形荧光单晶颗粒, 所述球形荧光单晶颗粒具有光滑的球形外表面。所述球形荧光单晶颗粒具有规则的球形形状和光滑的外表面, 从而在烧结后能够保持原有样貌, 有利于烧结后的荧光陶瓷的结构强度的提高, 另外更大粒径范围的球形荧光单晶颗粒, 可进一步提高荧光陶瓷的发光效率。



WO 2020/073811 A1

RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI,
CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布：

- 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

一种荧光陶瓷及其制备方法、光源装置和投影装置

5 技术领域

本发明涉及一种荧光陶瓷，特别是涉及一种包含球形荧光单晶颗粒的荧光陶瓷及其制备方法、发光装置和投影装置。

背景技术

10 蓝色激光激发荧光材料获得可见光的技术，随着激光显示技术的发展不断获得重视，当前的研究大方向主要是针对激光激发荧光粉的特性来开发新型的荧光材料(波长转换材料)，主要的要求是发光亮度高、能够承受大功率激光照射、光学转换效率高、导热性能高等特点。

15 荧光陶瓷由于具有耐热和高热导率等性能，是目前大功率光源的理想选择。传统的 YAG:Ce 纯相荧光陶瓷在发光性能上弱于硅胶和玻璃封装波长转换装置，特别是荧光陶瓷超薄封装时，蓝光吸收率低、界面全反射等原因造成的光效损失很大。目前为提高荧光陶瓷的发光性能，优先会选择较大尺寸的荧光粉颗粒，由于现有的荧光粉颗粒大多为不规则形状，如图 1 所示，表面存在较多凸起的尖锐边角(如图 1 的圆圈所圈起的部分所示)，此种不规则表面在制备荧光陶瓷的烧结过程中，会很容易进入液相和发生物质迁移(如图 2 的圆圈所圈起的部分所示)，破坏荧光粉颗粒的表面完整性，进而影响荧光粉颗粒的发光性能；另外产生液相和发生物质迁移的荧光粉颗粒也会影响附近的 Al_2O_3 晶粒的成长，导致此处的粘接强度不够，严重影响了荧光陶瓷的可靠性。

25 因此，亟需一种新型的荧光陶瓷，来提升目前荧光陶瓷发光效率低的缺陷。

发明内容

有鉴于此，本发明旨在提供一种包括作为发光相的球形荧光单晶颗粒的高性能荧光陶瓷，其中该球形荧光单晶颗粒具有规则的形状和光滑的外表面并能够被激发光激发而发出可见光。

5 根据本发明，提供了一种荧光陶瓷，所述荧光陶瓷包括氧化铝基质相及均匀分散于氧化铝基质相中的发光中心，其特征在于，所述发光中心为球形荧光单晶颗粒，所述球形荧光单晶颗粒具有光滑的球形外表面。

进一步地，所述球形荧光单晶颗粒的粒径大小相同，所述球形荧光单晶颗粒的粒径大小为 30-50 μm 。

10 进一步地，所述球形荧光单晶颗粒包含有不同粒径大小的荧光粉，所述球形荧光单晶颗粒的粒径大小为 20-80 μm 。

进一步地，所述球形荧光单晶颗粒为 YAG:Ce 晶粒。

进一步地，所述球形荧光单晶颗粒的质量为所述荧光陶瓷总质量的 15-90wt%，优选 40-60wt%。

15 本发明还提供一种光源装置，包括激发光源和上述的荧光陶瓷，所述激发光源能够发出激发光用于激发所述荧光陶瓷发出受激发光。

本发明还提供一种投影装置，用于投影成像，包括上述的光源装置。

本发明还提供一种荧光陶瓷的制备方法，包括如下步骤：

S1：制备球形荧光单晶颗粒；

S2：原料混合，

20 根据荧光陶瓷的化学计量称取氧化物原料粉，装入聚四氟乙烯球磨罐中，添加适量的乙醇作为研磨溶剂，添加适量的陶瓷分散剂作为分散剂，用超低磨失率的氧化锆球进行球磨，球磨时间为 1-72h，优选为 24-36h，干燥获得原料粉；

S3：压片成型，

25 将步骤 S2 中制备得到的适量原料粉末装入石墨模具中，在 5-15 MPa 压强下进行预压制，得到陶瓷生坯；

S4：陶瓷烧结，

30 将 S3 得到的陶瓷生坯放入热压烧结炉内，在氩气气氛下进行烧结，烧结温度 1250-1650 $^{\circ}\text{C}$ ，保温 30 min-6 h，烧结压力为 30-200 MPa，优选为 40-60 MPa，烧结完成后，卸除压力并随炉冷却，得到所述荧光陶瓷。

进一步地，所述氧化物原料粉包括氧化钇和氧化镁，其中氧化钇含量为氧化铝的 0.05-1wt%，氧化镁含量为氧化铝的 0.05-1wt%。

进一步地，所述氧化物原料粉包括氧化钇和氧化镁，其中所述氧化钇和所述氧化镁的粒径为 0.05-0.1 μm 。

5 有益效果

根据本发明，提供了一种包含具有规则形状和光滑的外表面的球形荧光单晶颗粒的荧光陶瓷。由于所述球形荧光单晶颗粒具有光滑的外表面，烧结过程中边缘不易进入液相烧结，从而能够保持其发光性能，并且有利于烧结后的荧光陶瓷的结构强度的提高。此外，球形荧光单晶颗粒的粒径覆盖范围可以比荧光粉更大，荧光粉颗粒往往不超过 25-30 μm 大小，而球形荧光单晶颗粒可达到 50-80 μm 大小，大颗粒的发光强度更高。

10

附图说明

附图表示本文所述的非限制性示例性实施例。本领域技术人员将要理解的是，附图不一定按比例绘制，而是用于重点说明本发明的原理。在附图中：

15

图 1 是示出了现有的球形度较好的荧光粉的显微形貌的示意图。

图 2 是示出了现有技术中的荧光陶瓷烧成后 YAG 荧光粉颗粒的不规则边缘处的熔融现象的示意图。

20 图 3 是根据本发明的使用氢焰单晶球制造设备制备的球形荧光单晶颗粒的示意图。

图 4 是根据本发明实施例 1 和实施例 2 的 YAG- Al_2O_3 荧光陶瓷复合材料中的球形 YAG:Ce 荧光单晶颗粒的分布图。

25 图 5 是根据本发明实施例 3 的 YAG- Al_2O_3 荧光陶瓷复合材料中的球形 YAG:Ce 荧光单晶颗粒的分布图。

图 6 是示出了不同陶瓷样品的性能对比的图。

图 7 是示出了不同陶瓷样品的性能对比的图。

图 8 是示出了不同陶瓷样品的性能对比的图。

图 9 是本发明的用于制备球形荧光单晶颗粒的氢焰单晶球设备的示意图。

具体实施方式

以下，参照附图更全面地说明本发明的一个或多个示例性实施例，在附图中，本领域技术人员能够容易地确定本发明的一个或多个示例性实施例。如本领域技术人员应认识到的，只要不脱离本发明的精神或范围，可以以各种不同的方式对所述示例性实施例进行修改，本发明的精神或范围不限于本文所述的示例性实施例。

本发明提供了一种荧光陶瓷，其是一种高性能光致荧光陶瓷复合材料，是一种以晶粒细小的氧化铝相为基质，基质包裹着球形荧光单晶颗粒的荧光陶瓷，陶瓷中的球形荧光单晶颗粒可以受到激发光激发而发出可见光，致密且晶粒细小的氧化铝基质具有良好的透光性能，被激发的可见光可以穿过氧化铝基质出射到陶瓷外面。

本发明的球形荧光单晶颗粒为规则的球形，具有光滑的外表面，因此在烧结过程中其边缘不会像现有技术中的不规则形状的荧光颗粒(如图 1 和图 2 所示)那样易于进入液相烧结，而是会在烧结后保持原有样貌，保持了荧光颗粒的表面完整性，不会对发光性能产生不利影响，并且 Al_2O_3 晶粒在球形荧光单晶颗粒表面能够均匀发育，保证了 Al_2O_3 相与球形荧光单晶颗粒相的结合力。例如，上述球形荧光单晶颗粒可以为 YAG:Ce 球形荧光单晶颗粒。根据本发明，该球形荧光单晶颗粒的平均粒径可以为 20-80 μm ，优选为 30-50 μm 。

如上所述，荧光陶瓷包含作为发光相的上述球形荧光单晶颗粒和作为基质相的 Al_2O_3 。由于该荧光陶瓷中的球形荧光单晶颗粒为规则的球形，具有光滑的外表面，因而与现有技术相比不会对发光性能和陶瓷结构强度产生不利影响。该荧光陶瓷中所包含的球形荧光单晶颗粒的粒径大小可以相同，例如为 30-50 μm ，由于该荧光陶瓷中所包含的球形荧光单晶颗粒的粒径比普通荧光粉颗粒的粒径要大，所以该陶瓷的发光强度比现有技术中使用普通荧光粉颗粒的荧光陶瓷的发光强度更高。另一方面，该荧光陶瓷中所包含的球形荧光单晶颗粒的粒径大小也可以不同，例如粒

径的分布范围可以为在 20-80 μm 之间。当将不同粒径的球形荧光单晶颗粒混合搭配时，可以在荧光陶瓷内部获得与单一粒径的球形荧光单晶颗粒相比更高的荧光颗粒填充率，因而可以达到更高的发光效率。由于球形荧光单晶颗粒的发光面更均匀，而且堆叠性能更好，所以多种尺寸的球形单晶颗粒所占体积比形状不规则的荧光粉颗粒更少，即，可以使复合荧光陶瓷内部所含的发光中心更多，因而荧光陶瓷的发光性能更好。

可选择地，上述荧光陶瓷中还可以包含 Y_2O_3 ，其含量为 Al_2O_3 的 0.05-1wt%； MgO ，其含量为 Al_2O_3 的 0.05-1wt%；和适量的陶瓷分散剂，其中，所述球形荧光单晶颗粒的质量可以为所述荧光陶瓷总质量的 15-90wt%，优选 40-60wt%，以达到良好的发光效果。

下面对本发明的球形荧光单晶颗粒的制备方法及设备进行说明，具体如图 9 所示，本发明采用氢焰熔融法制备球形荧光单晶颗粒，采用的设备包括料筒及反应筒，料筒主要用于容纳用于荧光粉原料粉，料筒包括粉末出料口，具体的，荧光粉原料粉的粒径范围为 2-20 μm 。上述反应筒包括与料筒的粉末出料口对接的粉末进料口，以使得料筒内的荧光粉原料粉通过反应筒粉末进料口进入；反应筒还包括氧气进口及氢气进口，进入反应筒的氧气和氢气在燃烧区发生反应，为荧光粉原料粉的液化提供温度条件，使得在进入反应筒的荧光粉原料粉在燃烧区瞬间液化；反应筒还包括粉末收集区，主要用于收集在燃烧区液化后以自由落体方式坠落的荧光粉。进一步，上述的荧光粉原料粉为目前已商用的 YAG:Ce 或氧化铝、氧化钇和氧化铈等原料粉体。具体的制备过程，首先通过氧气进口和氢气进口向反应筒通入反应气体，通入的氧气和氢气在燃烧区混合并点火，待燃烧区的温度达到 2000-3000 $^{\circ}\text{C}$ ，此时通过料筒的粉末出口向反应筒吹入荧光粉原料粉，其中吹入的荧光粉原料粉量为每次 3g，每三分钟吹 1 次，荧光粉原料粉吹入的量和间隔时间主要和荧光粉原料粉在反应筒中的反应过程有关，其目的是在上一次吹入的原料粉已燃烧液化并凝固完成后，再吹入下一次；吹入的荧光粉原料粉在燃烧区短时间发生液化形成液滴，并通过自由落体的方式坠落在粉末收集区，其中坠落的高度范围为 30cm-80cm，可采用升降式的粉末收集区来调节坠落高度，液化后的荧光粉原料粉液滴在下落的过程中凝固成球形的荧光单晶

颗粒；具体的，通过通入的氢气的量来控制燃烧区的温度，通过控制作为原料粉的荧光粉的添加速度以及通过控制氢焰单晶球制造设备的燃烧区的温度，可以制备出粒径连续变化的、粒径分布范围在 20-80 μm 之间的所述球形荧光单晶颗粒。需要说明的是，通入燃烧区的原料粉并非全部液化，部分未发生液化的荧光粉原料粉直接坠入粉末收集区，可通过筛分的方式对球形荧光单晶颗粒进行分离，以获得纯度较高，具有规则形状的荧光粉颗粒。

进一步，本发明的荧光陶瓷可以通过以下方法来制备，所述方法包括以下步骤：

S1：制备上述球形荧光单晶颗粒。

S2：原料混合：

根据荧光陶瓷的化学计量称取氧化物原料粉末，装入聚四氟乙烯球磨罐中，添加适量的乙醇作为研磨溶剂，添加适量的陶瓷分散剂作为分散剂，用超低磨失率的氧化锆球进行球磨，球磨时间为 1-72h，优选为 24-36h，干燥获得原料粉；

S3：压片成型：

将步骤 S2 中制备得到的适量原料粉装入石墨模具中，在 5-15 MPa 的压强下进行预压制，得到陶瓷生坯。

S4：陶瓷烧结：将步骤 S3 中制备得到的陶瓷生坯放入热压烧结炉内，在氩气气氛下进行烧结，烧结温度 1250-1650 $^{\circ}\text{C}$ ，保温 30 min-6 h，烧结压力为 30-200 MPa，优选为 40-60 Mpa，烧结完成后，卸除压力并随炉冷却，从而获得所述荧光陶瓷。

可选择地，在步骤 S2 中：也可以首先将粒径为 0.05-1 μm ，优选为 0.08-0.2 μm 的 Al_2O_3 粉末、粒径为 0.05-0.1 μm 的 Y_2O_3 粉末和粒径为 0.05-0.1 μm 的 MgO 粉末装入聚四氟乙烯球磨罐中，其中其中 Y_2O_3 粉末的含量为 Al_2O_3 粉末的 0.05-1wt%， MgO 粉末的含量占 Al_2O_3 粉末的 0.05-1wt%，以乙醇作为研磨溶剂，以陶瓷分散剂作为分散剂，进行第一次球磨，第一次球磨的时间为 1-72 h，优选为 24-36 h，第一次球磨结束后再将步骤 S1 中制备得到的所述球形荧光单晶颗粒按一定比例添加到球磨

罐中以进行第二次球磨，其中球形荧光单晶颗粒的添加量为使得球形荧光单晶颗粒的质量为总粉料质量的 15-90wt%，优选 40-60wt%，第二次球磨的时间为 10-120 min，优选为 40 min，将两次球磨结束后的浆料干燥粉碎，过筛后获得荧光陶瓷的原料粉末。

5 根据本发明的荧光陶瓷的制备方法，可以制备出具有高的发光性能的荧光陶瓷。该陶瓷含有具有规则形状和光滑外表面的球形荧光单晶颗粒，能够发挥良好的发光性能。

下面参照具体实施例来对本发明进行详细说明。

实施例 1

10 按照以下步骤制备本实施例的 YAG-Al₂O₃ 荧光陶瓷。

S1：制备球形荧光单晶颗粒

需要说明的是，可以通过控制燃烧区的温度大小以及通过控制原料粉的到燃烧区的注入数量和注入速度来控制粉末液化的程度和液滴的大小，以此来控制球形荧光单晶颗粒的大小。

15 **S2：制备荧光陶瓷的原料粉末**

原料：选用高纯度超细 Al₂O₃ 纳米粉末，粉末粒径为 0.05-1 μm，优选为 0.08-0.2 μm；选用高纯度超细 Y₂O₃ 纳米粉末，粒径为 0.05-0.1 μm；选用高纯度超细 MgO 纳米粉末，粒径为 0.05-0.1 μm；选用步骤 S1 中制备得到的 YAG:Ce 球形荧光单晶颗粒，平均粒径为 20-80 μm，优选为 30-
20 50 μm。

称取一定数量的 Al₂O₃ 粉末、Y₂O₃ 粉末和 MgO 粉末，其中 Y₂O₃ 粉末的含量为 Al₂O₃ 粉末的 0.05-1wt%，MgO 粉末的含量为 Al₂O₃ 粉末的 0.05-1wt%。将三种粉末装入聚四氟乙烯球磨罐中，添加适量的乙醇作为研磨溶剂，添加适量的陶瓷分散剂作为分散剂，用超低磨失率的氧化锆球进行第一次球磨，球磨时间为 1-72 h，优选为 24-36 h。
25

第一次球磨结束后，添加 YAG:Ce 球形荧光单晶颗粒到球磨罐中，YAG:Ce 球形荧光单晶颗粒的质量百分比为占总粉料的 15-90wt%，优选

40-60wt%，然后低速进行第二次球磨，球磨时间为 10-120 min，优选为 40 min。

第一次球磨时间较长，是为了充分混合 Al_2O_3 粉末、 Y_2O_3 粉末和 MgO 粉末等超细粉， Y_2O_3 粉末和 MgO 粉末作为烧结助剂，必须和 Al_2O_3 粉末进行充分的混合，保证扩散均匀。第二次球磨时间较短，是因为 YAG:Ce 球形荧光单晶颗粒较大，较易于分散，如果球磨时间过长，YAG:Ce 单晶球体的晶粒表面形态容易被磨球破坏，影响发光性能。

两次球磨结束后，采用真空恒温干燥获得干粉。干粉在马弗炉中进行 500-650°C 的煅烧，除去粉末中的有机成分，时间为 1-10 小时。煅烧后的粉末过 80 目、150 目、200 目筛造粒，得到高流动性的原料粉末，即为荧光陶瓷的原料粉末。

S3: 进行热压烧结

称取步骤 S2 中制备的适量原料粉末，将其装入石墨模具中，在 5-15 MPa 的压强下进行预压制，然后将石墨模具放入热压烧结炉内，在氩气气氛下烧结，烧结温度 1250-1650°C，保温 30min-6 h，烧结压力为 30-200 MPa，优选为 40-60 MPa。烧结完成后，卸除压力并随炉冷却，获得 YAG- Al_2O_3 荧光陶瓷复合材料，其中 Al_2O_3 相为连续的基质相，其间弥散分布着球形的 YAG:Ce 荧光单晶颗粒，如图 4 中示意性示出的。

实施例 2:

按照以下步骤制备本实施例的 YAG- Al_2O_3 荧光陶瓷。

S1: 按照实施例 1 中的步骤 S1 中的制备球形荧光单晶颗粒的方法制备 YAG:Ce 球形荧光单晶颗粒，优选粒径为 30-50 μm 。

S2: 制备荧光陶瓷的原料粉末

称取 Al_2O_3 粉末，优选粒径为 0.05-1 μm 的高纯 Al_2O_3 粉末，在本实施例中可选用粒径为 0.1-0.2 μm 的牌号为 TM-DAR 的商用 Al_2O_3 粉末，选用步骤 S1 中制备得到的 YAG:Ce 球形荧光单晶颗粒，其中 Al_2O_3 粉末与 YAG:Ce 球形荧光单晶颗粒的体积比为 $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{YAG} = 6:4$ 。将 Al_2O_3 粉末与 YAG:Ce 球形荧光单晶颗粒粉末按比例放入聚四氟乙烯球磨罐中，

加入粒径为 0.5 μm 的高纯氧化铝砂球进行球磨，介质为酒精，球磨时间为 30 min-2 h，优选为 1 h，球磨后将浆料干燥，粉碎，过筛后获得荧光陶瓷的原料粉末。

S3：进行热压烧结

5 将步骤 S2 中制备得到的适量原料粉末装入石墨模具中，在 5-15 MPa 的压强下进行预压制，然后将石墨模具放入热压烧结炉内，在氩气气氛下烧结，烧结温度为 1250-1650 $^{\circ}\text{C}$ ，保温 30 min-6 h，烧结压力为 30-200 MPa，优选为 40-60 MPa。烧结完成后，卸除压力并随炉冷却，于是获得 YAG- Al_2O_3 荧光陶瓷复合材料，其中 Al_2O_3 相为连续的基质相，其间弥散分布着球形的 YAG:Ce 荧光单晶颗粒，同样如图 4 中示意性示出的。

实施例 3：

按照以下步骤制备本实施例的 YAG- Al_2O_3 荧光陶瓷。

S1：制备球形荧光单晶颗粒

15 按照与实施例 1 中的步骤 S1 中的制备球形荧光单晶颗粒的方法类似的方法制备 YAG:Ce 球形荧光单晶颗粒，不同之处在于，通过连续改变原料荧光粉粉末的添加速度以及通过控制燃烧区的温度，制备出粒径连续变化的、粒径范围分布在 20-80 μm 区间的 YAG:Ce 荧光单晶颗粒，也就是说，获得粒径大小具有梯度变化的颗粒。

S2：制备荧光陶瓷的原料粉末

20 称取 Al_2O_3 粉末，优选粒径为 0.05-1 μm 的高纯 Al_2O_3 粉末，在本实施例中可以选用粒径为 0.1-0.2 μm 的牌号为 TM-DAR 的商用 Al_2O_3 粉末，选用步骤 S1 中制备得到的 YAG:Ce 球形荧光单晶颗粒，其中 Al_2O_3 粉末与 YAG:Ce 球形荧光单晶颗粒的体积比为 $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{YAG} = 6:4$ 。将 Al_2O_3 粉末与 YAG:Ce 球形荧光单晶颗粒粉末按比例放入聚四氟乙烯球磨罐中，
25 加入粒径为 0.5 μm 的高纯氧化铝砂球进行球磨，介质为酒精，球磨时间 30 min-2 h，优选为 1 h，球磨后将浆料干燥，粉碎，过筛后获得荧光陶瓷的原料粉末。

S3：进行热压烧结

将步骤 S2 中制备得到的适量原料粉末装入石墨模具中，称取适量原料粉末装入石墨模具中，在 5-15 MPa 压强下进行预压制，然后将石墨模具放入热压烧结炉内，在氩气气氛下烧结，烧结温度 1250-1650°C，保温 30 min-6 h，烧结压力为 30-200 MPa，优选为 40-60 MPa。烧结完成后，卸除压力并随炉冷却，于是获得 YAG-Al₂O₃ 荧光陶瓷复合材料，其中 Al₂O₃ 相为连续的基质相，其间弥散分布着具有不同粒径大小的球形的 YAG:Ce 荧光单晶颗粒，如图 5 中示意性示出的。本实施方式的优势在于不同粒径范围的球形单晶颗粒具有更高的荧光颗粒填充率，使得荧光陶瓷内部包含更多的发光中心，发光效率更高。

以下参照表 1 和图 6-8 对本发明的效果进行说明。

为了对本发明的荧光陶瓷的发光性能进行验证，本发明的发明人采用了样品 A、样品 B 和样品 C 作为光通量(lm)值的测试试样，对样品 A、样品 B 和样品 C 在不同激光器电流下的光通量(lm)值进行了测试，获得了三组不同的光通量(lm)值，其中样品 A 为现有技术的普通荧光陶瓷，样品 B 为本发明的包含具有单一粒径的球形荧光单晶颗粒的荧光陶瓷，样品 C 为本发明的包含具有多种粒径的球形荧光单晶颗粒的荧光陶瓷，这三种不同样品的光通量(lm)值的测试结果如下表 1 所示。

表 1. 不同陶瓷样品在不同激光器电流下的测试光通量(lm)值

激光器电流	测试光通量(lm)值		
	样品 A	样品 B	样品 C
0.6	140	148	151
1	325	347	352
1.4	492	528	532
1.6	569	601	617
1.7	604	638	656
1.8	477	512	519

由上表可以看出，由不同形态荧光粉颗粒制备的荧光陶瓷在相同的激光器电流下的光通量(lm)值不同，在相同的激光器电流下，样品 A 的光通量(lm)值最小，样品 B 的光通量(lm)值中等，样品 C 的光通量(lm)值最大，也就是说样品 A 的发光性能最差，样品 B 的发光性能中等，样品 C 的发光性能最好。

同时，在本申请的附图 6-8 中以直观的方式示出了上述不同形态荧光粉颗粒制备的荧光陶瓷的发光性能的对比图，其中图 6 示出了样品 A、样品 B 和样品 C 的发光性能的对比图；图 7 示出了样品 A 和样品 B 的发光性能对比图；图 8 示出了样品 A 和样品 C 的发光性能对比图。样品 A 是普通不规则形状的 YAG:Ce 颗粒制备的荧光陶瓷样品，样品 B 是本发明的单一粒径的球形 YAG:Ce 单晶颗粒制备的荧光陶瓷样品，样品 C 是本发明的不同粒径配比的球形 YAG:Ce 单晶颗粒制备的荧光陶瓷样品。附图 6-8 中的纵坐标为光通量(lm)值，横坐标是激光器的电流，表示随着电流/功率的增大，陶瓷在激光器的照射下发出的光的光通量(lm)值变化，1.8A 时的转折表明此时发生了热淬灭，发光效率出现突然的下降，此时也是测试的停止点。

根据上表 1 的数据以及附图 6-8 的发光性能曲线可以看出，单一粒径的球形 YAG:Ce 单晶颗粒制备的荧光陶瓷样品和不同粒径配比的球形 YAG:Ce 单晶颗粒制备的荧光陶瓷样品的发光性能都比普通不规则形状的 YAG:Ce 颗粒制备的荧光陶瓷样品要好，并且不同粒径配比的球形 YAG:Ce 颗粒制备的荧光陶瓷样品的发光性能比单一粒径的球形 YAG:Ce 制备的荧光陶瓷样品的发光性能要好。

由此可以看出，本发明的球形荧光单晶颗粒相对于现有技术的不规则荧光颗粒具有有益效果。

本发明所列举的各原料，以及本发明各原料的上下限、工艺参数的上下限、区间取值都能实现本发明，在此不一一列举实施例；凡是依据本发明的技术实质对以上实施例所作的任何简单修改或等同变化，均仍属于本发明的技术方案的范围之内。

权 利 要 求 书

1. 一种荧光陶瓷，所述荧光陶瓷包括氧化铝基质相及均匀分散于氧化铝基质相中的发光中心，其特征在于，所述发光中心为球形荧光单晶颗粒，所述球形荧光单晶颗粒具有光滑的球形外表面。

2. 根据权利要求 1 所述的荧光陶瓷，其特征在于，所述球形荧光单晶颗粒的粒径大小相同，所述球形荧光单晶颗粒的粒径大小为 30-50um。

3. 根据权利要求 1 所述的荧光陶瓷，其特征在于，所述球形荧光单晶颗粒的粒径大小不同，所述球形荧光单晶颗粒的粒径大小为 20-80um。

4. 根据权利要求 1-3 任一所述的荧光陶瓷，其特征在于，所述球形荧光单晶颗粒为 YAG:Ce 晶粒。

5. 根据权利要求 1 所述的荧光陶瓷，其特征在于，所述球形荧光单晶颗粒的质量为所述荧光陶瓷总质量的 15-90wt%，优选 40-60wt%。

6. 一种光源装置，其特征在于，包括激发光源和权利要求 1~6 任一所述的荧光陶瓷，所述激发光源能够发出激发光用于激发所述荧光陶瓷发出受激发光。

7. 一种投影装置，用于投影成像，其特征在于，包括权利要求 6 所述的光源装置。

8. 一种荧光陶瓷的制备方法，其特征在于，包括如下步骤：

S1：制备球形荧光单晶颗粒；

S2：原料混合，

根据荧光陶瓷的化学计量称取氧化物原料粉，装入聚四氟乙烯球磨罐中，添加适量的乙醇作为研磨溶剂，添加适量的陶瓷分散剂作为分散

剂，用超低磨失率的氧化锆球进行球磨，球磨时间为 1-72h，优选为 24-36h，干燥获得原料粉；

S3：压片成型，

5 将步骤 S2 中制备得到的适量原料粉末装入石墨模具中，在 5-15 MPa 压强下进行预压制，得到陶瓷生坯；

S4：陶瓷烧结，

10 将 S3 得到的陶瓷生坯放入热压烧结炉内，在氩气气氛下进行烧结，烧结温度 1250-1650°C，保温 30 min-6 h，烧结压力为 30-200 MPa，优选为 40-60 Mpa，烧结完成后，卸除压力并随炉冷却，得到所述荧光陶瓷。

9. 根据权利要求 8 所述的制备方法，其特征在于，所述氧化物原料粉包括氧化钇和氧化镁，其中氧化钇含量为氧化铝的 0.05-1wt%，氧化镁含量为氧化铝的 0.05-1wt%。

15 10. 根据权利要求 8 所述的制备方法，其特征在于，所述氧化物原料粉包括氧化钇和氧化镁，其中所述氧化钇和所述氧化镁的粒径为 0.05-0.1 μm 。

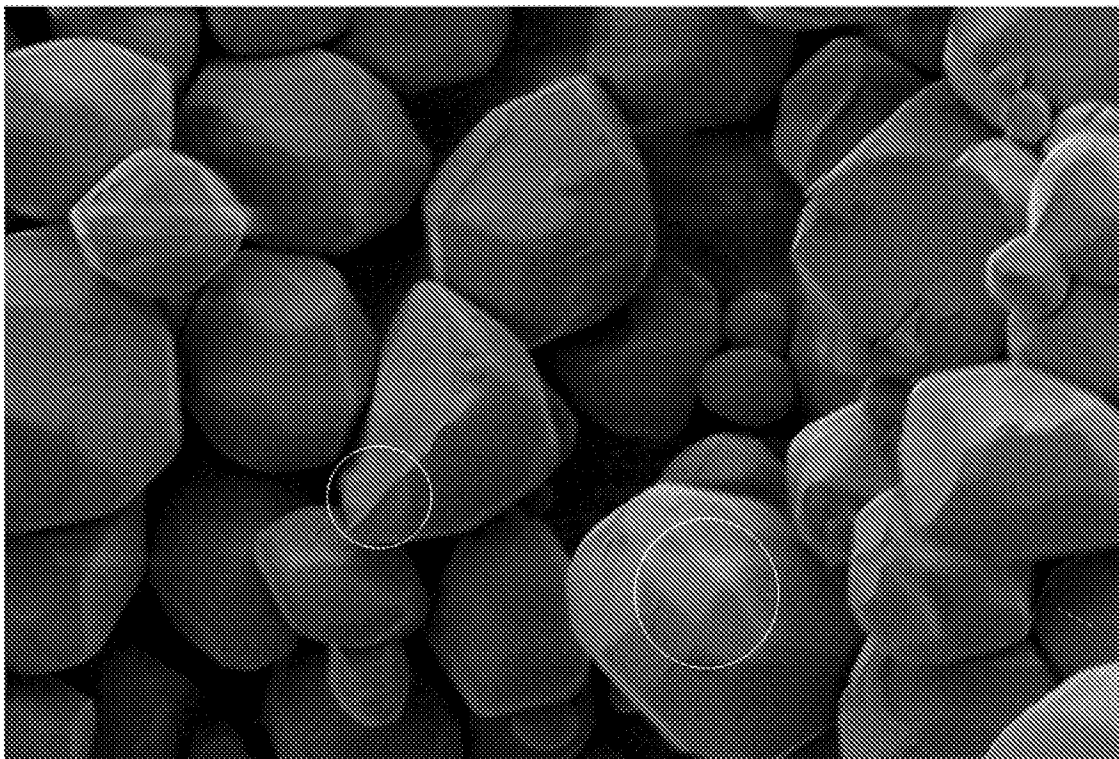


图 1

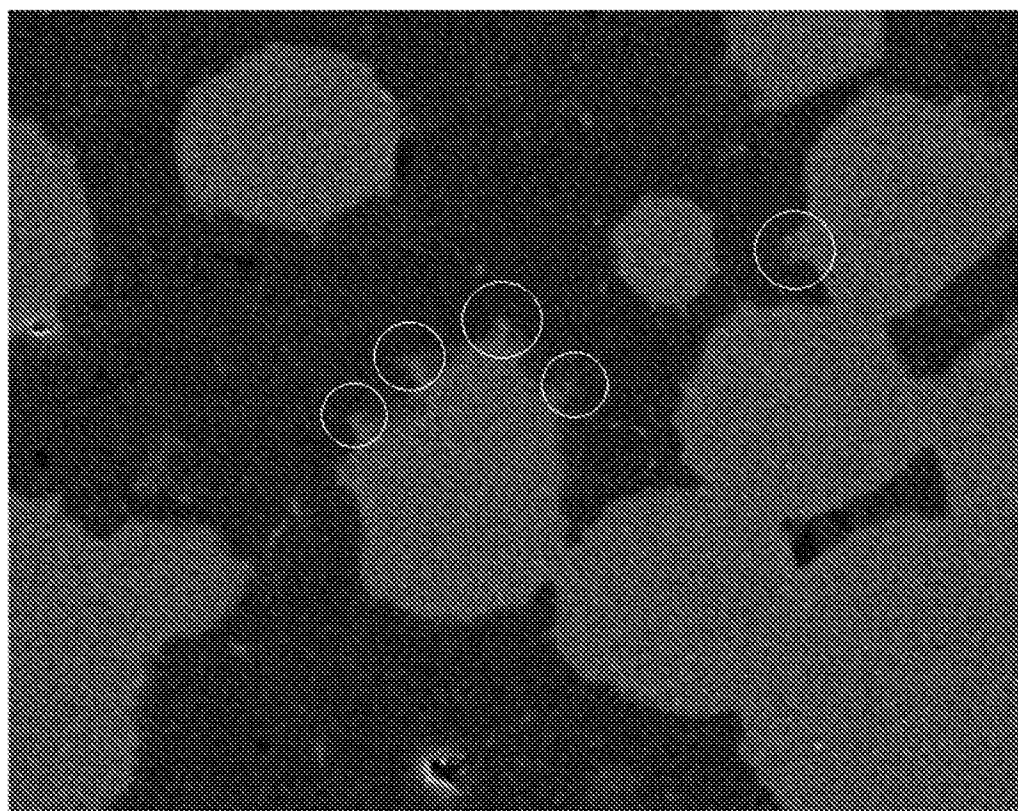


图 2

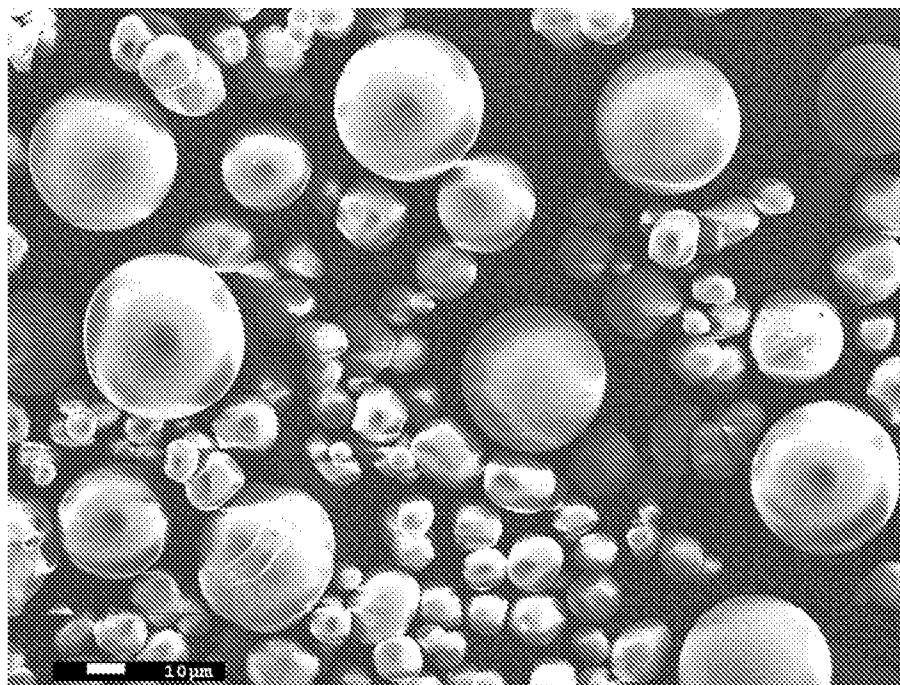


图 3

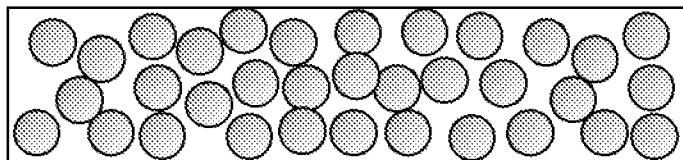


图 4

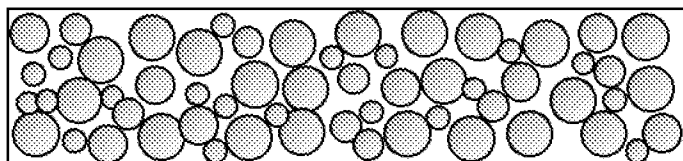


图 5

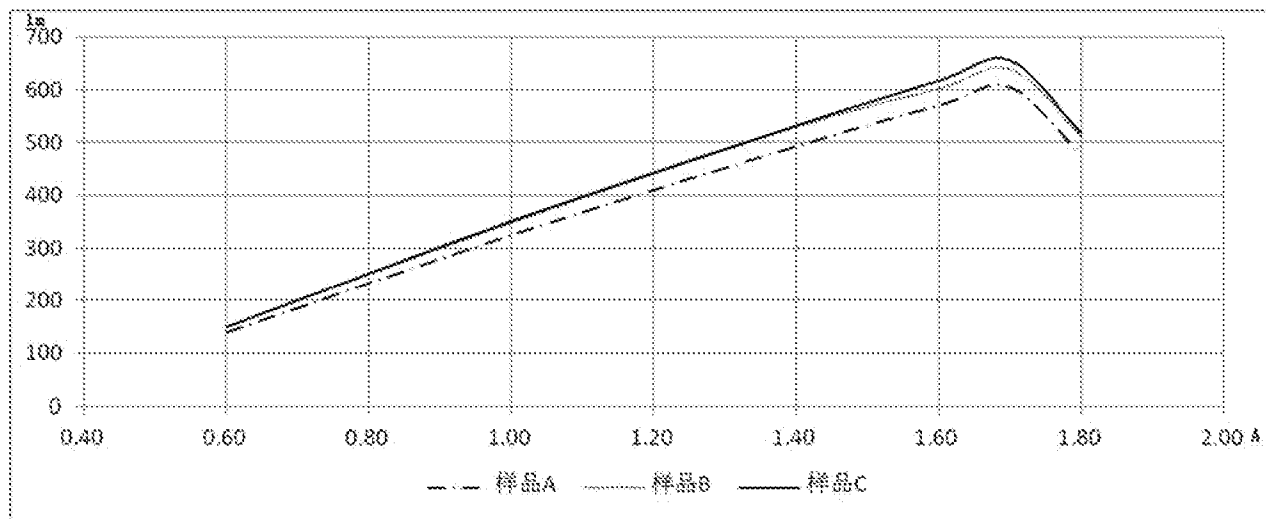


图 6

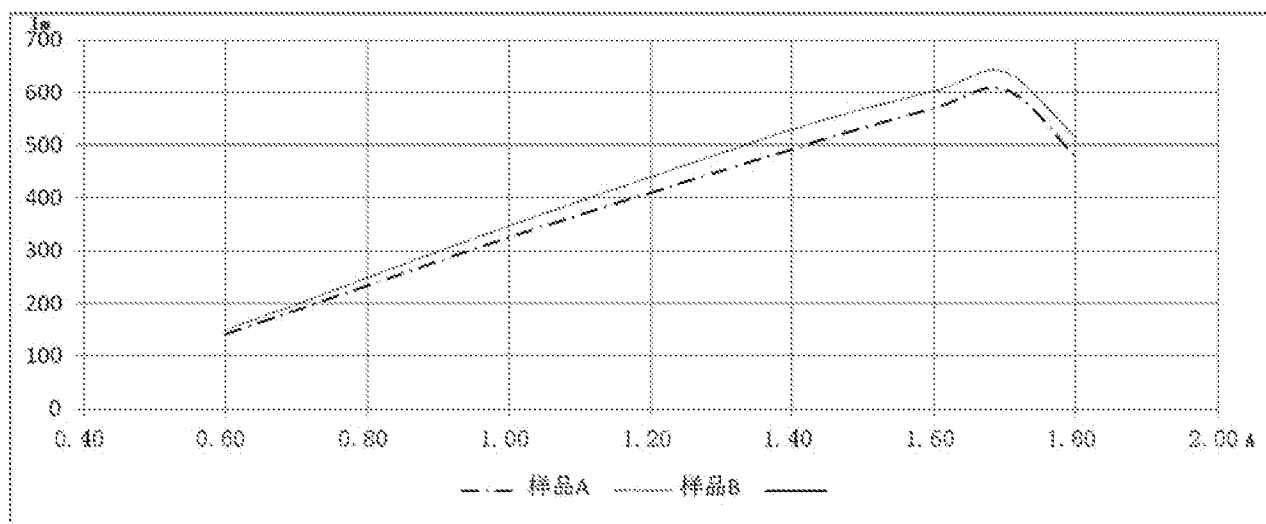


图 7

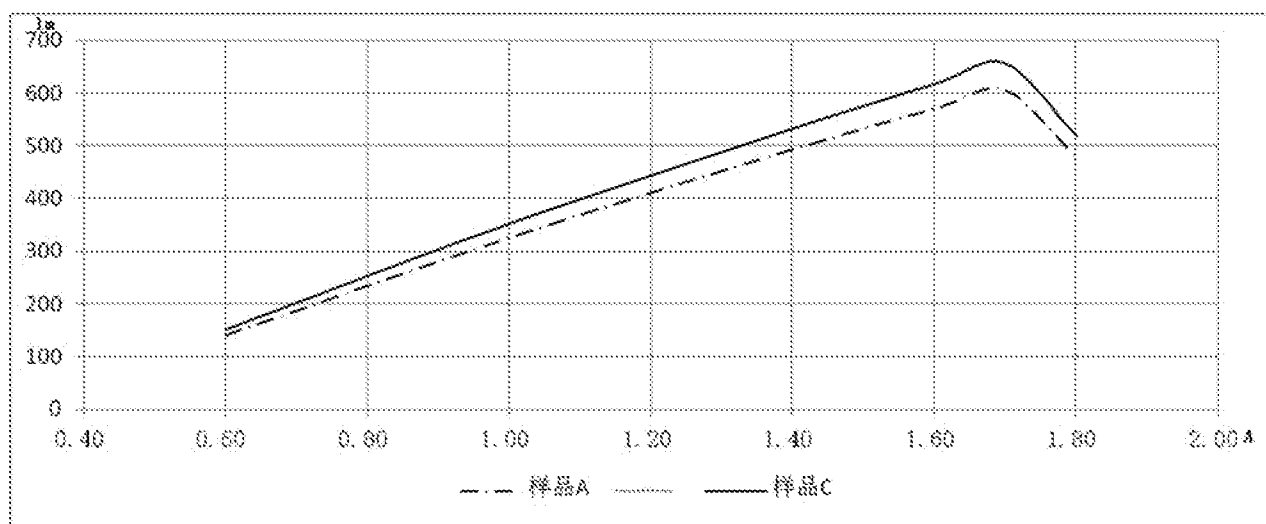


图 8

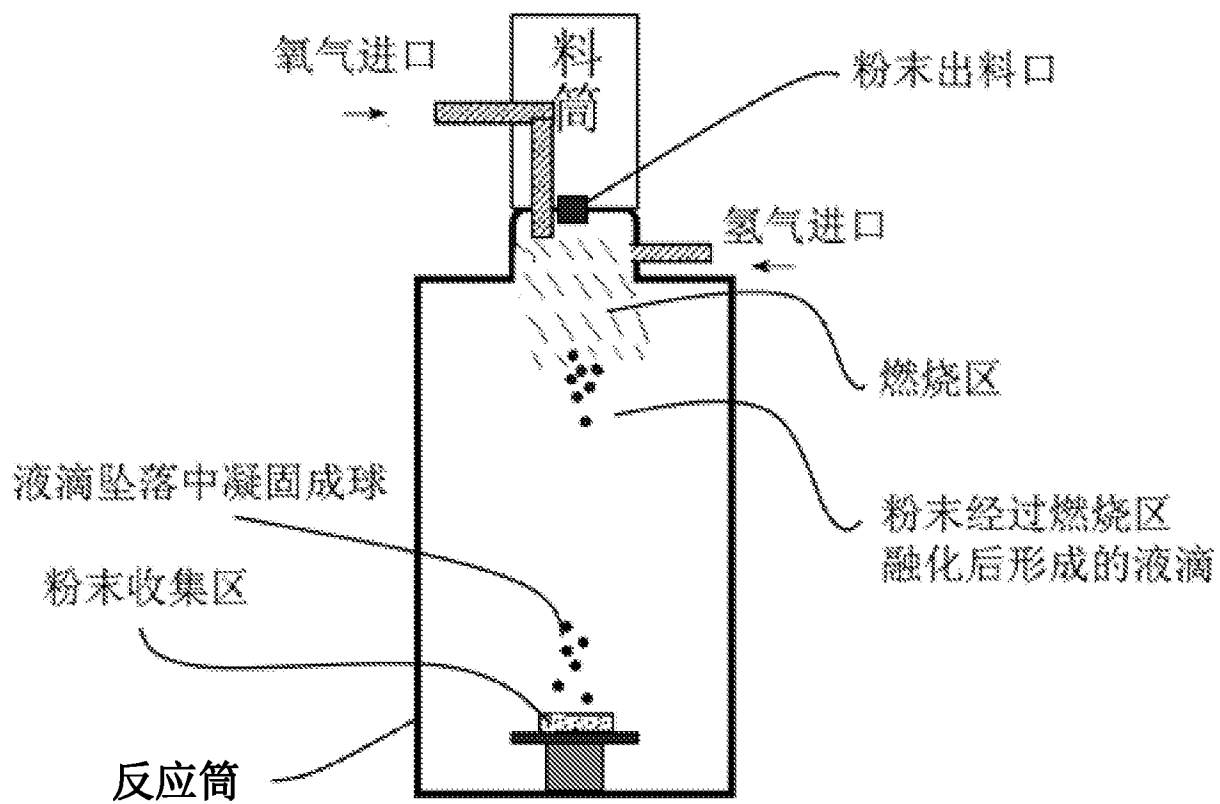


图 9

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2019/108005

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C04B 35/10(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C04B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

DWPI, CNABS, SIPOABS, CNTXT, 中国期刊网全文数据库, CHINA JOURNAL FULL-TEXT DATABASE : 深圳光峰科技股份有限公司, 光滑, 发光, 颗粒, 石榴石, 单晶, 荧光, 球, spheric+, single crystal, yttrium aluminum garnet, YAG

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	CN 107285745 A (SHENZHEN YLX TECHNOLOGY DEVELOPMENT CO., LTD.) 24 October 2017 (2017-10-24) description, embodiment 2	1-10
Y	CN 105400515 A (YIYOU (SHANGHAI) NEW MATERIALS CO., LTD.) 16 March 2016 (2016-03-16) description, paragraphs [0036], [0045] and [0056], embodiment 2, and figure 4	1-10
Y	CN 107285746 A (SHENZHEN YLX TECHNOLOGY DEVELOPMENT CO., LTD.) 24 October 2017 (2017-10-24) description, embodiments	1-10
A	CN 101311373 A (SHANDONG UNIVERSITY) 26 November 2008 (2008-11-26) entire document	1-10
A	CN 106012017 A (QINGDAO UNIVERSITY) 12 October 2016 (2016-10-12) entire document	1-10
A	CN 103122248 A (UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY BEIJING) 29 May 2013 (2013-05-29) entire document	1-10



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

26 November 2019

Date of mailing of the international search report

03 January 2020

Name and mailing address of the ISA/CN

China National Intellectual Property Administration
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao Haidian District, Beijing
100088
China

Facsimile No. (86-10)62019451

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2019/108005

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2013056999 A (COVALENT MATERIAL K.K.) 28 March 2013 (2013-03-28) entire document	1-10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/CN2019/108005

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
CN	107285745	A	24 October 2017	WO	2017177923	A1	19 October 2017
CN	105400515	A	16 March 2016	None			
CN	107285746	A	24 October 2017	WO	2017177924	A1	19 October 2017
CN	101311373	A	26 November 2008	CN	101311373	B	23 January 2013
CN	106012017	A	12 October 2016	CN	106012017	B	16 March 2018
CN	103122248	A	29 May 2013	CN	103122248	B	13 August 2014
JP	2013056999	A	28 March 2013	None			

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2019/108005

A. 主题的分类 C04B 35/10 (2006.01) i 按照国际专利分类 (IPC) 或者同时按照国家分类和 IPC 两种分类		
B. 检索领域 检索的最低限度文献 (标明分类系统和分类号) C04B 包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献 在国际检索时查阅的电子数据库 (数据库的名称, 和使用的检索词 (如使用)) DWPI, CNABS, SIPOABS, CNTXT, 中国期刊网全文数据库: 深圳光峰科技股份有限公司, 光滑, 发光, 颗粒, 石榴石, 单晶, 荧光, 球, spheric+, single crystal, yttrium aluminum garnet, YAG		
C. 相关文件		
类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
Y	CN 107285745 A (深圳市绎立锐光科技开发有限公司) 2017年 10月 24日 (2017 - 10 - 24) 说明书 实施例二	1-10
Y	CN 105400515 A (钜钊上海新材料有限公司) 2016年 3月 16日 (2016 - 03 - 16) 说明书 [0036]、[0045]、[0056] 实施例二及附图4	1-10
Y	CN 107285746 A (深圳市绎立锐光科技开发有限公司) 2017年 10月 24日 (2017 - 10 - 24) 说明书 实施例	1-10
A	CN 101311373 A (山东大学) 2008年 11月 26日 (2008 - 11 - 26) 全文	1-10
A	CN 106012017 A (青岛大学) 2016年 10月 12日 (2016 - 10 - 12) 全文	1-10
A	CN 103122248 A (北京科技大学) 2013年 5月 29日 (2013 - 05 - 29) 全文	1-10
A	JP 2013056999 A (COVALENT MATERIAL K.K.) 2013年 3月 28日 (2013 - 03 - 28) 全文	1-10
☐ 其余文件在C栏的续页中列出。 ☒ 见同族专利附件。		
* 引用文件的具体类型: “A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件 “E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利 “L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件 (如具体说明的) “O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件 “P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件 “T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件 “X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性 “Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性 “&” 同族专利的文件		
国际检索实际完成的日期 2019年 11月 26日		国际检索报告邮寄日期 2020年 1月 3日
ISA/CN的名称和邮寄地址 中国国家知识产权局 (ISA/CN) 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088 传真号 (86-10)62019451		受权官员 姚希 电话号码 (86-10)-53962712

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2019/108005

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)
CN	107285745	A	2017年 10月 24日	WO	2017177923	A1	2017年 10月 19日
CN	105400515	A	2016年 3月 16日	无			
CN	107285746	A	2017年 10月 24日	WO	2017177924	A1	2017年 10月 19日
CN	101311373	A	2008年 11月 26日	CN	101311373	B	2013年 1月 23日
CN	106012017	A	2016年 10月 12日	CN	106012017	B	2018年 3月 16日
CN	103122248	A	2013年 5月 29日	CN	103122248	B	2014年 8月 13日
JP	2013056999	A	2013年 3月 28日	无			