



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103525411 A

(43) 申请公布日 2014. 01. 22

(21) 申请号 201310498246. 1

(22) 申请日 2013. 10. 22

(71) 申请人 北京化工大学

地址 100029 北京市朝阳区北三环东路 15
号

(72) 发明人 李友芬 王琦

(51) Int. Cl.

C09K 11/64 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书2页 附图1页

(54) 发明名称

氧化铝 / 蒙脱土发光材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种氧化铝 / 蒙脱土发光材料及其制备方法, 其中发光材料为以下的物质: $x\text{Al}_2\text{O}_3/(1-x)$ 蒙脱土 : $y\text{Eu}^{2+}$; 发光材料的制备方法包括: 以 Al_2O_3 、蒙脱土和 Eu_2O_3 为原料, 按不同的质量比和摩尔比来称取各个原料, 原料混合均匀后, 在还原气氛下升温到 $1000^\circ\text{C} \sim 1550^\circ\text{C}$, 保温烧结 $1\text{h} \sim 5\text{h}$, 冷却到室温后研磨即制得本发明发光材料。样品为 $\text{Al}_2\text{O}_3/$ 蒙脱土 : Eu^{2+} 蓝色发光材料。加入蒙脱土后, 所制备的样品具有 Al_2O_3 的晶体结构, 有助于提高样品的发光性能。其制备工艺简单, 成本低。

1. 一种氧化铝 / 蒙脱土发光材料, 按其组成的结构式为: $x\text{Al}_2\text{O}_3/(1-x)$ 蒙脱土 : $y\text{Eu}^{2+}$, 其中 x 为质量百分数, y 为摩尔百分数, 其取值分别为 $0.1 \leq x \leq 0.9$ 、 $0.005 \leq y \leq 0.3$ 。

2. 一种氧化铝 / 蒙脱土发光材料的制备方法, 其特征在于, 包括以下步骤:

(1)、以 Al_2O_3 、蒙脱土和 Eu_2O_3 为原料, 各组分按质量比 $(x)\text{Al}_2\text{O}_3$, $(1-x)$ 蒙脱土称重, 其中 x 为 $0.1 \leq x \leq 0.9$, 激活剂 Eu_2O_3 为总摩尔数的 0.5%~30%, 并将该原料混合, 研磨;

(2)、将前述步骤得到的物质在还原气氛下升温到 $1000^\circ\text{C} \sim 1550^\circ\text{C}$, 在此条件下保温煅烧 1 ~ 5 小时, 冷却到室温, 研磨即可制得氧化铝 / 蒙脱土发光材料。

3. 根据权利要求 2 所述的氧化铝 / 蒙脱土发光材料的制备方法, 其特征在于, 所述步骤 (2) 中, 将所述原料混合均匀后倒入刚玉坩埚中, 然后将装有原料的刚玉坩埚放入高温梯度炉, 在还原气氛下升温到 $1000^\circ\text{C} \sim 1500^\circ\text{C}$, 在此条件下保温煅烧 1 ~ 5 小时, 冷却到室温, 研磨即可制得氧化铝 / 蒙脱土发光材料。

4. 根据权利要求 3 所述的氧化铝 / 蒙脱土发光材料的制备方法, 其特征在于, 所述的还原气氛是指反应体系以碳粉为还原剂。

氧化铝 / 蒙脱土发光材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种发光材料及其制备方法,尤其涉及一种氧化铝 / 蒙脱土发光材料及其制备方法,采用无机物与蒙脱土复合的方式来提高材料的发光性能。

背景技术

[0002] 稀土发光材料具有色纯度高、光吸收能力强、转换效率高、发射波长分布区域宽、荧光寿命长、性能稳定等优点,已经广泛应用于照明、显示、显像、光电子学器件等领域。

[0003] Al_2O_3 因具有透明性好、机械强度高、热传导性好、化学稳定性优良等优点,可用作发光的基质材料。 Al_2O_3 基发光材料的研究已经引起了国内外研究人员的关注,目前研究对象主要集中在发光薄膜方面,且制备方法以溶胶-凝胶法,共沉淀法为主,研究内容则侧重于稀土离子掺杂的发光机理,但由于普通 Al_2O_3 反应活性低,固相反应时必须借助于助熔剂,经高温焙烧后必须经过研磨,造成发光材料大小和形态不规则,引起发光性能降低和劣化。蒙脱土的主要成分是硅酸盐,矿物的颗粒细小,常在胶体尺寸范围内,呈晶体或非晶体,而且比表面积大,颗粒上带有负电性,具有与其他阳离子交换的能力,具有层间距的可调性和层间表面的可修饰性,其层间板对掺杂激活剂的发光材料的基质起到保护作用,不仅可以给基质提供相对稳定的环境,以展现其发光特性,而且可以改善其发光性能及光、热、化学稳定性,提高光转换效率,增强材料的发光强度,所以蒙脱土是很有特色的添加剂材料。目前,蒙脱土作为添加剂主要添加在有机基体中,而在无机基体中,通过添加蒙脱土来改善发光材料的性质的相关报道并不多见,因此本实验主要研究在 Al_2O_3 基体中添加蒙脱土,以 Eu^{2+} 为激活剂,制备出 Al_2O_3 /蒙脱土 : Eu^{2+} 发光材料,研究了蒙脱土对 Al_2O_3 基发光材料的作用。

发明内容

[0004] 本发明要解决的技术问题在于针对现有的荧光材料以无机材料和蒙脱土混合为基质的几乎没有,证明了蒙脱土确实对 Al_2O_3 基发光材料有提高其发光性能的作用。提供一种制备工艺简单,成本低的氧化铝 / 蒙脱土发光材料。

[0005] 本发明采用以下技术方案来解决上述技术问题:一种氧化铝 / 蒙脱土发光材料,其主要成分的化学通式为: $x Al_2O_3 / (1-x)$ 蒙脱土 : $y Eu^{2+}$, 其中 x 为质量百分数, y 为摩尔百分数,其取值分别为 $0.1 \leq x \leq 0.9$ 、 $0.005 \leq y \leq 0.3$ 。

[0006] 一种氧化铝 / 蒙脱土发光材料的制备方法,包括以下步骤:

(1)、以 Al_2O_3 、蒙脱土和 Eu_2O_3 为原料,各组分按质量比 $(x) Al_2O_3$, $(1-x)$ 蒙脱土称重,其中 x 为 $0.1 \leq x \leq 0.9$, 激活剂 Eu_2O_3 为总摩尔数的 0.5%~30%,并将该原料混合,研磨。

[0007] (2)、将前述步骤得到的物质在还原气氛下升温到 $1000 \sim 1550^\circ C$,在此条件下保温煅烧 1~5 小时,冷却到室温,研磨即可制得氧化铝 / 蒙脱土发光材料。

[0008] 氧化铝 / 蒙脱土发光材料的制备方法中,所述步骤 (2) 中,将所述原料混合均匀后倒入刚玉坩埚中,然后将装有原料的刚玉坩埚放入高温梯度炉,在还原气氛下升温到

1000 ~ 1550℃,在此条件下保温煅烧 1 ~ 5 小时,冷却到室温,研磨即可制得氧化铝 / 蒙脱土发光材料。

[0009] 氧化铝 / 蒙脱土发光材料的制备方法中,所述步骤 (2) 中的还原气氛是指反应体系以碳粉为还原剂。

附图说明

[0010] 下面将结合附图及实施例对本发明作进一步说明,附图中:

图 1 是实施例 1 制备的发光材料的激发光谱,

图 2 是实施例 1 制备的发光材料的发射光谱。

具体实施方式

[0011] 实施例 1,主要成分的结构式为 $0.1\text{Al}_2\text{O}_3$ 0.9 蒙脱土 :0.15 Eu^{2+} 的氧化铝 / 蒙脱土发光材料的制备:

分别称取氧化铝 (Al_2O_3)0.5g、蒙脱土 4.5g 和氧化铕 (Eu_2O_3)1.5348g,将称量好的原料在玛瑙研钵中研磨混合均匀后装入刚玉坩埚,然后将放有原料的刚玉坩埚放入高温梯度炉中,在以碳粉为还原气氛下升温到 1100℃,在此条件下保温煅烧 5 小时,冷却到室温,将冷却后的产物研磨,即可得到主要成分的结构式 $0.1\text{Al}_2\text{O}_3$ 0.9 蒙脱土 :0.15 Eu^{2+} 的氧化铝 / 蒙脱土为发光材料,本实施例的氧化铝 / 蒙脱土发光材料在波长为 360nm 的激发光激发下发射 480nm 宽带蓝光。

[0012] 实施例 2,主要成分的结构式为 $0.3\text{Al}_2\text{O}_3$ 0.7 蒙脱土 :0.1 Eu^{2+} 的氧化铝 / 蒙脱土发光材料的制备:

分别称取氧化铝 (Al_2O_3)0.5g、蒙脱土 1.1667g 和氧化铕 (Eu_2O_3)0.3292g,将称量好的原料在玛瑙研钵中研磨混合均匀后装入刚玉坩埚,然后将放有原料的刚玉坩埚放入高温梯度炉中,在以碳粉为还原气氛下升温到 1300℃,在此条件下保温煅烧 4 小时,冷却到室温,将冷却后的产物研磨,即可得到主要成分的结构式 $0.3\text{Al}_2\text{O}_3$ 0.7 蒙脱土 :0.1 Eu^{2+} 的氧化铝 / 蒙脱土为发光材料,本实施例的氧化铝 / 蒙脱土发光材料在波长为 360nm 的激发光激发下发射 480nm 宽带蓝光。

[0013] 实施例 3,主要成分的结构式为 $0.9\text{Al}_2\text{O}_3$ 0.1 蒙脱土 :0.01 Eu^{2+} 的氧化铝 / 蒙脱土发光材料的制备:

分别称取氧化铝 (Al_2O_3)5g、蒙脱土 0.556g 和氧化铕 (Eu_2O_3)0.0978g,将称量好的原料在玛瑙研钵中研磨混合均匀后装入刚玉坩埚,然后将放有原料的刚玉坩埚放入高温梯度炉中,在以碳粉为还原气氛下升温到 1500℃,在此条件下保温煅烧 3 小时,冷却到室温,将冷却后的产物研磨,即可得到主要成分的结构式 $0.9\text{Al}_2\text{O}_3$ 0.1 蒙脱土 :0.01 Eu^{2+} 的氧化铝 / 蒙脱土为发光材料,本实施例的氧化铝 / 蒙脱土发光材料在波长为 360nm 的激发光激发下发射 480nm 宽带蓝光。

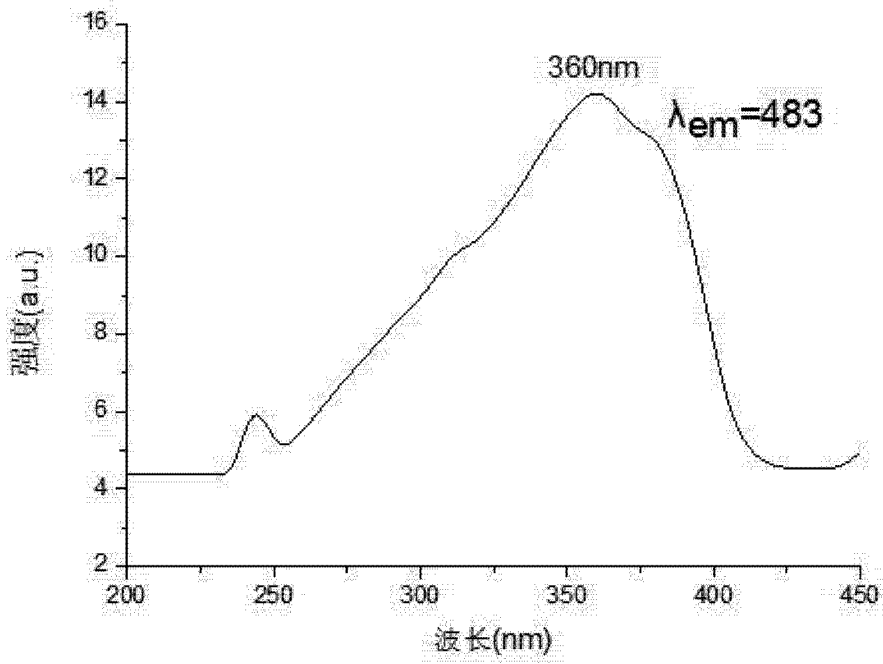


图 1

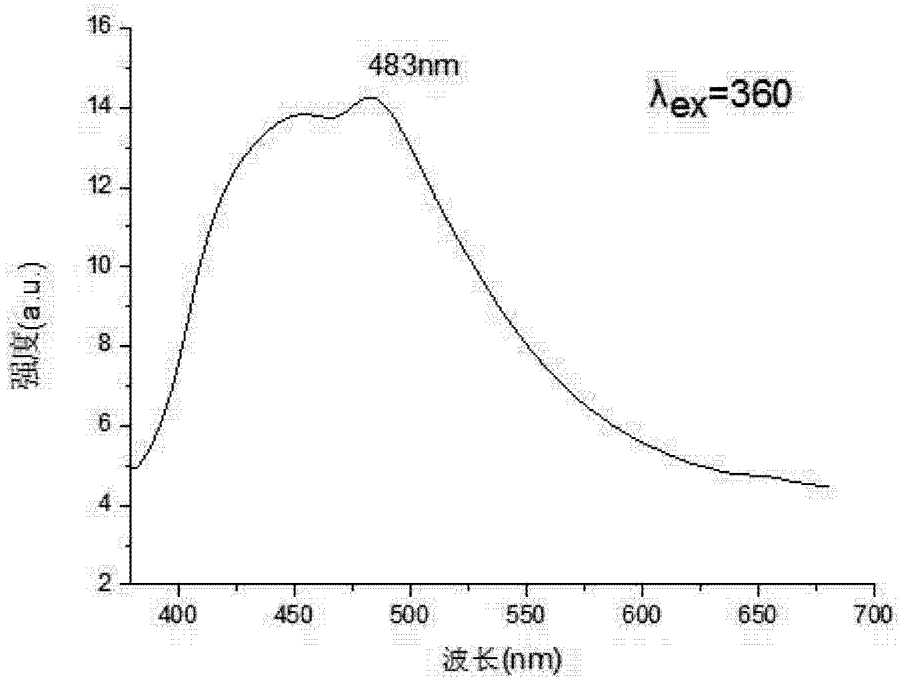


图 2