

[19]中华人民共和国专利局

[11] 授权公告号 CN 1032921C



# [12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 92110744.7

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

C09K 11/80

[45]授权公告日 1996年10月2日

[24]颁证日 96.8.17

[21]申请号 92110744.7

[22]申请日 92.9.19

[73]专利权人 杨丽馨

共同专利权人 肖宇驰

[72]发明人 杨丽馨 肖宇驰

地址 116024辽宁省大连市大连海运学院图书馆

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 夜光材料的合成工艺

[57]摘要

碱土铝酸盐夜光材料的合成工艺，以氧化铝、碱土碳酸盐、氧化锆等为原料，经高温烧结，用 H<sub>2</sub> 或 CO 置换还原的方式制成该夜光材料，该材料经可见光照射后可持续发光 8-12 小时。该材料可用于制作各种标志或标牌，并可用于涂料、装饰、装修、工艺品等领域。

## 权 利 要 求 书

1. 碱土铝酸盐夜光材料的合成工艺, 其特征在于按重量计原料用量为:

$\text{Al}_2\text{O}_3$	10-60%	$\text{B}_2\text{O}_3$	0-10%
$\text{BaCO}_3$	0.5-20%	$\text{H}_3\text{BO}_3$	0.1-10%
$\text{BaCl}_2$	0-20%	$\text{SiO}_2$	0-5%
$\text{MgO}$	0.5-20%	$\text{NaCl}$	0-3%
$\text{MgCO}_3$	0-20%	$\text{CaCO}_3$	0-10%
$\text{SrCO}_3$	20-80%	$\text{Eu}_2\text{O}_3$	0.05-15%
$\text{SrCl}_2$	0-30%		

其工艺步骤为:

将上述原料混合并进行机械研磨后, 在 $900-1400^\circ\text{C}$ 的高温炉中固相反应1-5小时, 然后在 $800-1300^\circ\text{C}$ 下用惰性气体置换炉中的空气, 置换完全后再通入 $\text{H}_2$ 或 $\text{CO}$ 进行处理1-3小时, 或用碳直接进行处理1-3小时。

2. 权利要求1的合成工艺, 其中的原料用量为:

$\text{Al}_2\text{O}_3$	37.80%	$\text{B}_2\text{O}_3$	1.89%
$\text{BaCO}_3$	5.67%	$\text{MgO}$	1.42%
$\text{SrCO}_3$	49.15%	$\text{NaCl}$	0.47%
$\text{H}_3\text{BO}_3$	2.84%	$\text{Eu}_2\text{O}_3$	0.76%

其工艺步骤为:

将上述原料混合并进行机械球磨处理后, 在 $1250^\circ\text{C}$ 的高温炉中固相反应3小时, 用 $\text{N}_2$ 置换空气, 然后在 $1180^\circ\text{C}$ 通入 $\text{H}_2$ 1.5小时, 出炉冷却后球磨至 $50\mu\text{m}$ 以下。

## 夜光材料的合成工艺

本发明涉及夜光材料的合成工艺，特别涉及碱土铝酸盐夜光材料的合成工艺。

以往传统夜光材料是硫化锌类荧光粉，该材料合成工艺较复杂，材料稳定性差，夜光时间短，一般只有几十分钟，亮度低，为了提高夜光时间和亮度，不得不在材料中添加放射性元素，以达到指（显）示作用，这样会给该材料的生产，使用带来了许多不利因素，尤其是放射性元素对环境的污染及对人体的伤害。因此该材料的使用受到很大的限制。

发光材料一般用于制作低压蒸汽放电灯（俗称荧光灯）和荧光屏，传统的夜光材料只是硫化锌类发光材料。碱土铝酸盐由于良好的稳定性和稀土离子的高效发光性能，因此被广泛用于制造发光材料，英国专利GB1452083，提出一种铝酸盐、镓酸盐或铝镓酸盐，具有六方晶体结构，涉及了此材料的制造方法并将此材料用于水银蒸汽放电灯和阴极射线发光管的发光屏上。

日本专利：JP-A-63135482，提出一种荧光体的一般表示式为  $m(M \cdot Eu)O \cdot (1-n)Al_2O_3 \cdot nB_2O_3$ ，M为Ca、Mg、Sr、Zn至少一种，另外  $0 \leq m \leq 0.85$ ， $0.001 \leq n \leq 0.9$ ，该发明是针对改善一种新的蓝色荧光材料而提出的，主要用于三基色荧光灯中的蓝色材料和复印光源灯材料。

## 说 明 书

以上两专利虽为碱土铝酸盐结构，但不具有夜光性能，即在可见光的激发下，能产生夜光效果。

中国专利申请公开CN1053807A，提出一种长余辉磷光材料及其制备，该专利申请资料中提出了铕激活的铝酸铈的磷光材料，原料中只采用碳酸铈成份，未对其它碱土金属材料进行探讨，其长余辉性能只限于铝酸铈结构的材料，而碱土铝酸盐结构材料的夜光性能未见提出。

本发明的目的是提供一种碱土铝酸盐夜光材料的合成工艺，提出了材料的组分和配方，采用本发明的工艺，制造出了新的夜光材料。

夜光材料的合成工艺：

该夜光材料属铕激活的碱土铝酸盐，按重量计原料用量为：

$\text{Al}_2\text{O}_3$	10-60%	$\text{SrCl}_2$	0-30%
$\text{BaCO}_3$	0.5-20%	$\text{B}_2\text{O}_3$	0-10%
$\text{BaCl}_2$	0-20%	$\text{H}_3\text{BO}_3$	0.1-10%
$\text{MgO}$	0.5-20%	$\text{SiO}_2$	0-5%
$\text{MgCO}_3$	0-20%	$\text{NaCl}$	0-3%
$\text{SrCO}_3$	20-80%	$\text{CaCO}_3$	0-10%
		$\text{Eu}_2\text{O}_3$	0.05-15%

所用原料规格为试剂级。材料的合成方法是：按比例将上述各种原料混合并进行机械研磨处理，目的是其

## 说 明 书

---

完全混合研细。将完全混合分散好的物料置入900-1400摄氏度的高温炉中，进行固相反应1-5h，然后在800-1300摄氏度下用惰性气体(N<sub>2</sub>、Ar等)置换反应炉中的空气，当空气置换完全后再通入H<sub>2</sub>或CO, 1-3h(或碳直接进行还原处理)。冷却后将材料在紫外灯下筛选，将合格材料进行机械研磨处理，使其粒度达50um即可。

采用本发明制造的铀激活的碱土铝酸盐夜光材料，该材料不含任何放射性元素，对环境无污染，对人体无伤害，合成工艺简单，可广泛推广应用。该材料亮度高，夜光时间长达8-12小时，可发出蓝-绿光，对自然光、灯光、杂散光等各种光线具有很强的吸收作用，具有很好的低度照明和指(显)示作用。

利用该夜光材料可以合成一系列适合不同场合、环境需要的夜光涂料，可涂刷在各种物体表面，在自然光或灯光照射后(或有一定亮度的地方)具有较强的发光性能，并在光激发停止后，可持续发光8-12小时，具有良好的低度照明和指(显)示作用。

该材料又可做为野外工作，生活的照明光源，该材料制品经白天阳光照射后，晚间可作照明光源，亮度可持续8-12小时，该材料可涂刷在仪表表盘，钟表表盘，指示标志上，完全可取代传统的夜光粉(硫化锌类)，具有亮度高，无辐射、无污染、施工操作方便等特点。

## 说 明 书

---

该材料可方便人们的夜间生活，将该材料涂刷在各种电源开关、门窗把手、夜用物品上，便于夜间寻找。

该材料又可用于装修、装饰、工艺美术品、广告上，呈现出独特光亮色彩，美化了人们的生活，具有时代特征。

### 实例：夜光材料的合成

$\text{Al}_2\text{O}_3$	40Kg (37.80%)	$\text{B}_2\text{O}_3$	2Kg (1.89%)
$\text{BaCO}_3$	6Kg (5.67%)	$\text{MgO}$	1.5Kg (1.42%)
$\text{SrCO}_3$	52Kg (49.15%)	$\text{NaCl}$	0.5Kg (0.47%)
$\text{H}_3\text{BO}_3$	3Kg (2.84%)	$\text{Eu}_2\text{O}_3$	0.8Kg (0.76%)

按配比称取上述原料，进行机械球磨处理，将混匀原料置于反应炉中于1250摄氏度下混匀原料置于反应3小时，通入氮气置换其中空气，在1180摄氏度下通入氢气1.5小时，出炉冷却后，再球磨材料的粒径在50um以下。