



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102712841 A

(43) 申请公布日 2012. 10. 03

(21) 申请号 201180005587. X

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2011. 01. 05

C09K 11/00 (2006. 01)

(30) 优先权数据

C03C 3/095 (2006. 01)

2010-002027 2010. 01. 07 JP

C09K 11/08 (2006. 01)

C09K 11/64 (2006. 01)

(85) PCT申请进入国家阶段日

2012. 07. 06

(86) PCT申请的申请数据

PCT/JP2011/050030 2011. 01. 05

(87) PCT申请的公布数据

W02011/083791 JA 2011. 07. 14

(71) 申请人 夏普株式会社

地址 日本大阪府

(72) 发明人 辻口雅人 内海康彦 福嶋容子

辰巳砂昌弘 忠永清治 林晃敏

(74) 专利代理机构 北京尚诚知识产权代理有限公司 11322

代理人 龙淳

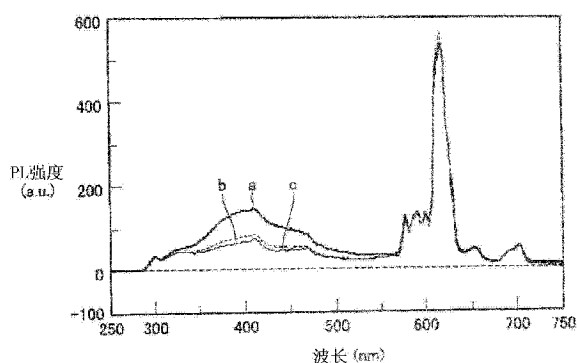
权利要求书 1 页 说明书 7 页 附图 2 页

(54) 发明名称

荧光材料和荧光材料的制造方法

(57) 摘要

本发明提供一种由无碱玻璃和稀土原子构成的荧光材料, 优选为由无碱玻璃 95 ~ 99. 99 重量 % 和稀土原子 0. 01 ~ 5 重量 % 构成的荧光材料。本发明还提供将无碱玻璃和含有稀土原子的化合物进行混合粉碎的荧光材料的制造方法, 提供能够将废弃回收的无碱玻璃作为资源有效利用的用途, 并且提供一种显示较强发光强度的荧光材料。能够提供将废弃回收的无碱玻璃用作原料, 且具有较强发光强度的荧光材料的制造方法。



1. 一种荧光材料,其特征在于:
由无碱玻璃和稀土原子构成。
2. 如权利要求 1 所述的荧光材料,其特征在于:
由无碱玻璃 95 ~ 99.99 重量 % 和稀土原子 0.01 ~ 5 重量 % 构成。
3. 如权利要求 1 所述的荧光材料,其特征在于:
无碱玻璃是由液晶面板玻璃得到的玻璃。
4. 如权利要求 1 所述的荧光材料,其特征在于:
无碱玻璃具有 SiO_2 50 重量 % 以上、 Al_2O_3 10 ~ 20 重量 %、 B_2O_3 5 ~ 20 重量 %、 $\text{MgO} + \text{CaO} + \text{ZnO} + \text{SrO} + \text{BaO}$ 5 ~ 20 重量 % 的组成。
5. 如权利要求 1 所述的荧光材料,其特征在于:
稀土原子包括选自 Eu、Tb、Ce、Sm、Tm、Pr 和 Er 中的 1 种以上的原子。
6. 一种荧光材料的制造方法,其特征在于:
将无碱玻璃和含有稀土原子的化合物混合粉碎。
7. 如权利要求 6 所述的荧光材料的制造方法,其特征在于:
将无碱玻璃 95 ~ 99.99 重量 % 和含有稀土原子的化合物 0.01 ~ 5 重量 % 混合粉碎。
8. 如权利要求 6 所述的荧光材料的制造方法,其特征在于:
对无碱玻璃和含有稀土原子的化合物进行机械研磨处理。
9. 如权利要求 6 所述的荧光材料的制造方法,其特征在于:
使加入有无碱玻璃、含有稀土原子的化合物和球的容器旋转。
10. 如权利要求 6 所述的荧光材料的制造方法,其特征在于:
无碱玻璃是由液晶面板玻璃得到的玻璃。
11. 如权利要求 6 所述的荧光材料的制造方法,其特征在于:
所述含有稀土原子的化合物中,作为稀土原子,含有选自 Eu、Tb、Ce、Sm、Tm、Pr 和 Er 中的 1 种以上的原子。
12. 如权利要求 6 所述的荧光材料的制造方法,其特征在于:
所述含有稀土原子的化合物包括选自稀土原子的氧化物、氯化物、氢氧化物、氮化物和硫化物中的 1 种以上的化合物。

荧光材料和荧光材料的制造方法

技术领域

[0001] 本发明一般地涉及荧光材料,更特别地涉及将无碱玻璃作为原料的荧光材料。另外,本发明涉及制造上述荧光材料的方法。

背景技术

[0002] 近年来,使用液晶面板的液晶电视等家电制品、计算机、移动终端等制品迅速普及。在此,上述的“液晶面板”是指,向贴合的两片玻璃基板的内侧注入、封入液晶材料,在各玻璃基板的外侧贴附偏振片(树脂)的部件。伴随使用液晶面板的制品的普及,液晶面板的废弃物(废液晶面板)的数量也急剧增加,在期待与环境共存的循环型社会的形成中,理想的是对废液晶面板也要进行再循环而有效利用资源。

[0003] 目前,家电制品或信息设备等的废弃物中包含的液晶显示装置和液晶面板,废弃物的量有时很少,在利用废弃物的处理设施连同制品一起进行破碎后,与含有大量塑料的碎纸机残留物一起,进行填埋处理或焚烧处理。

[0004] 作为从液晶面板的制造工厂排出的不良的废液晶面板、以及家电制品、信息设备等的废弃物中包含的液晶显示装置、液晶面板的处理方法,在特开 2000 — 84531 号公报(专利文献 1)中,公开有如下的方法,即,在液晶面板的制造工厂或利用废弃物的处理设施连同制品一起进行破碎后,投入有色金属精炼炉,作为硅石的代替材料进行处理,该方法被部分实施。在该方法中,液晶面板中的玻璃成分进入碎渣中。

[0005] 另外,特开 2004 — 224686 号公报(专利文献 2)中公开有如下的方法,即,使由废玻璃经过高温熔融和高温的酸处理而制作的多孔玻璃吸附稀土原子后,在大气中或在还原氛围中进行烧制,制作发光玻璃。

[0006] 在先技术文献

[0007] 专利文献

[0008] 专利文献 1: 日本特开 2000 — 84531 号公报

[0009] 专利文献 2: 日本特开 2004 — 224686 号公报

发明内容

[0010] 发明要解决的技术问题

[0011] 液晶面板是能够对节省电力、节省资源做出贡献的显示装置,因此可以推测今后伴随高度信息化社会的发展,其生产量急剧增大,并且其显示面积也大型化,伴随这种情况,可以预见今后废液晶面板也会与其数、量一起急剧增大。因此,从减少废弃物和重视资源的观点出发,优选对于占有液晶面板大半重量的玻璃(液晶面板玻璃)进行再生利用。但是,在专利文献 1 中公开的方法中,由于意图作为水泥材料进行再利用,因此,液晶面板玻璃成为碎渣,不能作为玻璃本身再生利用。

[0012] 从资源有效利用的观点出发,理想的是将回收的液晶面板玻璃作为液晶面板玻璃本身再次进行材料回收。但是,由于存在附着在液晶面板玻璃表面的杂质、与玻璃组成不同

的很多品种等原因,对要求严格的光学特性、热特性的设计的液晶面板玻璃进行再循环的方法,在技术上尚未确立。因此,回收的液晶面板玻璃的作为除液晶面板玻璃之外的高附加值制品的用途开发成为课题。

[0013] 其中,液晶面板玻璃通常使用被称为无碱玻璃的玻璃。无碱玻璃是按照适合液晶面板的制造工艺的方式制作的特殊的玻璃,其应变点在 650℃ 以上。与此相对,广泛用于瓶玻璃、建筑用窗玻璃、玻璃纤维、餐具玻璃等玻璃制品的碱石灰玻璃的应变点在 550℃ 以下。这样,由于应变点存在 100℃ 以上的差异,因此,使用通常玻璃制品所使用的碱石灰玻璃的熔融加工设备进行用于再生利用的无碱玻璃的熔融加工时,在加热设备的性能、设备整体的耐热性等方面非常困难。另外,将熔融温度高的无碱玻璃用于通常使用碱石灰玻璃作为原料的建筑用窗玻璃、玻璃纤维、餐具玻璃等通常的制品时,从能量消费的观点来看也不利。这样一来,目前的状况是用于作为通常的碱石灰玻璃制品的原料的用途的方法在技术上尚未确立。因此,作为废弃的液晶面板玻璃的用途,需求用于与现状的制造工艺的温度相比加工温度不上升的用途的再资源化方法。

[0014] 上述专利文献 2 中记载的方法,通过向玻璃废弃物中添加规定比例的化合物进行高温熔融后,用高温的酸进行处理,制作多孔玻璃。并且,通过使制作的多孔玻璃吸附稀土原子,在大气中或还原氛围中进行烧制而获得发光玻璃。该方法由于经过高温熔融的工序,因此,作为加工温度高的无碱玻璃的再资源化方法,存在熔融温度高、消耗非常大的能量的课题。另外,由于经过高温下的酸处理、烧制工序,处理为多个阶段,较为复杂。因此,能量成本和设备成本提高,获得的发光玻璃昂贵。另外,采用该方法制作的多孔玻璃,由于作为成分仅包含二氧化硅,因此,稀土离子的溶解浓度存在限度,只能获得有限的发光强度。

[0015] 本发明是为了解决上述课题而完成的,其目的在于提供一种能够将废弃回收的无碱玻璃作为资源有效利用的用途,还提供一种显示较强发光强度的荧光材料。

[0016] 另外,本发明的另一课题在于提供一种使用废弃回收的无碱玻璃作为原料,具有较强发光强度的荧光材料的制造方法。

[0017] 解决问题的技术手段

[0018] 本发明的荧光材料的特征在于,由无碱玻璃和稀土原子构成。

[0019] 本发明的荧光材料优选由无碱玻璃 95 ~ 99.99 重量 % 和稀土原子 0.01 ~ 5 重量 % 构成。

[0020] 在本发明的荧光材料中,优选无碱玻璃由液晶面板玻璃获得。

[0021] 在本发明的荧光材料中,优选无碱玻璃具有 SiO_2 :50 重量 % 以上、 Al_2O_3 :10 ~ 20 重量 %、 B_2O_3 :5 ~ 20 重量 %、 $\text{MgO} + \text{CaO} + \text{ZnO} + \text{SrO} + \text{BaO}$:5 ~ 20 重量 % 的组成。

[0022] 本发明的稀土原子优选包含选自 Eu、Tb、Ce、Sm、Tm、Pr 和 Er 中的 1 种以上的原子。

[0023] 本发明还提供一种荧光材料的制造方法,其特征在于,将无碱玻璃和含有稀土原子的化合物混合粉碎。

[0024] 在本发明的荧光材料的制造方法中,优选将无碱玻璃 95 ~ 99.99 重量 % 和含有稀土原子的化合物 0.01 ~ 5 重量 % 进行混合粉碎。

[0025] 在本发明的荧光材料的制造方法中,优选对无碱玻璃和含有稀土原子的化合物进行机械研磨处理。

[0026] 在本发明的荧光材料的制造方法中,优选使加入有无碱玻璃、含有稀土原子的化合物和球的容器旋转。

[0027] 优选本发明的荧光材料的制造方法中的无碱玻璃是由液晶面板玻璃获得的玻璃。

[0028] 在本发明的荧光材料的制造方法中,上述含有稀土原子的化合物中,作为稀土原子,含有选自 Eu、Tb、Ce、Sm、Tm、Pr 和 Er 中的 1 种以上的原子。

[0029] 在本发明的荧光材料的制造方法中,上述含有稀土原子的化合物,优选包括选自稀土原子的氧化物、氯化物、氢氧化物、氮化物和硫化物中的 1 种以上的化合物。

[0030] 发明效果

[0031] 根据本发明,能够将从废弃的液晶面板等中回收的无碱玻璃有效地利用为高附加值的荧光材料。另外,能够提供获得较强发光强度的荧光材料。

[0032] 另外,本发明还能够提供荧光材料的制造方法。根据这种本发明的方法,能够将从废弃的液晶面板中回收的无碱玻璃有效地利用为荧光材料。该方法不实施高温熔融等操作,能够制造使用无碱玻璃的荧光材料,因此,能够提供低环境负荷且低成本的制造方法。另外,能够通过简单的处理制造荧光材料,获得廉价的荧光材料。并且,根据该方法,能够将作为发光中心的稀土原子以高浓度固溶在玻璃中,因此能够制造高性能的荧光材料。

附图说明

[0033] 图 1 是示意性地表示具备适合用于本发明的荧光材料的无碱玻璃的液晶面板 1 的截面图。

[0034] 图 2 是表示实施例 1 中获得的荧光材料在照射波长为 250nm 的紫外光而激发时的荧光光谱的一个例子的图表。

[0035] 图 3 是表示实施例 2 中获得的荧光材料在照射波长为 250nm 的紫外光而激发时的荧光光谱的一个例子的图表。

[0036] 图 4 是表示实施例 3 中获得的荧光材料在照射波长为 250nm 的紫外光而激发时的荧光光谱的一个例子的图表。

具体实施方式

[0037] (1) 荧光材料

[0038] 本发明的荧光材料的特征在于,其由无碱玻璃和稀土原子构成。本发明中使用的无碱玻璃,由于能够将期待作为资源有效利用的液晶面板玻璃作为高附加值的荧光材料的原料来利用,因此,优选从液晶面板玻璃分离而获得的玻璃。本发明的发明人发现,从液晶面板玻璃分离获得的无碱玻璃能够作为荧光材料利用,将其作为原料制造的荧光材料具有能够用于 PDP 等显示装置或 LED 等照明器具的特性。其中,在本发明中,只要是无碱玻璃,不一定必须是从液晶面板玻璃中分离而获得的玻璃。

[0039] 本发明的荧光材料由无碱玻璃(优选从液晶面板分离获得的无碱玻璃)95 ~ 99.99 重量%和稀土原子 0.01 ~ 5 重量%构成。在无碱玻璃低于 95 重量%时,即,在稀土原子超过 5 重量%时,稀土原子相对于无碱玻璃的比例相对增加,产生浓度消光,作为荧光材料的发光效率降低。另外,从液晶面板玻璃的资源有效利用的观点出发,无碱玻璃的比例越多越好,但在无碱玻璃粉末超过 99.99 重量%(上述稀土原子低于 0.01 重量%)的情况下,获得

的荧光材料中所含的稀土原子相对减少,不能获得充分的发光强度。

[0040] 荧光材料是将能量较高的紫外线用作激发源、产生可见光区较强发光的材料。因此,优选用于将高能量的紫外线高效地导向发光中心的高性能的母体材料。另外,为了防止发光效率的恶化,优选热稳定性、化学耐久性、机械强度、光学特性优异的母体材料。并且,优选母体材料将作为发光中心的稀土原子等以高浓度固溶。

[0041] 如后述的制造方法所示,本发明的荧光材料是通过实施机械研磨处理,无碱玻璃母体材料与稀土原子发生反应,无碱玻璃中固溶有稀土原子的材料。

[0042] 另外,如后所述,本发明的荧光材料是不进行高温熔融而通过机械研磨处理制造的荧光材料,能够以宽泛的组成范围获得玻璃状态。因此,是固溶有荧光体的玻璃状态的荧光材料,具备如上所述的高效率、热稳定性、化学耐久性和机械强度。

[0043] 图1是示意性地表示具备适合用于本发明的荧光材料的无碱玻璃的液晶面板1的截面图。图1所示例子的从液晶电视中取出的液晶面板1,例如,具备相对配置的厚度为0.4~1.1mm左右的两片玻璃基板(滤色片侧玻璃基板2a、TFT侧玻璃基板2b)。这些玻璃基板2a、2b在相对配置的一侧(内面侧),沿周缘部设置有密封树脂体(密封件)3,彼此贴合而成。另外,在由这些玻璃基板2a、2b和密封树脂体3密封的区域内封入液晶,形成厚度为4~6 μ m左右的液晶层4。另外,在各玻璃基板2a、2b的相对配置的一侧的相反侧(外面侧),利用粘接剂粘贴有厚度为0.2~0.4mm左右的偏振片5。本发明的荧光材料使用从这种液晶面板分离获得的无碱玻璃。

[0044] 另外,本发明所使用的无碱玻璃优选具有 SiO_2 :50重量%以上、 Al_2O_3 :10~20重量%、 B_2O_3 :5~20重量%、 $\text{MgO} + \text{CaO} + \text{ZnO} + \text{SrO} + \text{BaO}$:5~20重量%的组成。这本来为用于满足作为液晶面板玻璃的光学性质、热性质、电气性质的组成,在本发明的荧光材料中,具有促进与稀土原子的反应、获得较强发光强度的效果。

[0045] 适合用于本发明的无碱玻璃具有 SiO_2 :50重量%以上、 Al_2O_3 :10~20重量%、 B_2O_3 :5~20重量%、 $\text{MgO} + \text{CaO} + \text{ZnO} + \text{SrO} + \text{BaO}$:5~20重量%的组成,本来为液晶面板用的玻璃,因此,透过宽范围波长的光。并且具有热稳定性、化学耐久性、机械强度优异的性质,能够适用于液晶面板制造工艺。进而,与仅由 SiO_2 构成的石英玻璃相比,由于含有 Al_2O_3 、 B_2O_3 、 $\text{MgO} + \text{CaO} + \text{ZnO} + \text{SrO} + \text{BaO}$ 等,因此,与仅含有 SiO_2 的情况相比,含有容易与稀土原子置换的 Al_2O_3 、 CaO 等,具有容易使稀土原子固溶的性质。

[0046] 另外,本发明的荧光材料中的稀土原子可以包括选自Eu(铕)、Tb(铽)、Ce(铈)、Sm(钐)、Tm(铥)、Pr(镨)和Er(铒)中的1种以上的原子。Eu、Tb、Ce在将紫外线作为激发光时呈现强的发光。Eu在玻璃中成为 Eu^{3+} (3价铕)离子,产生红色的荧光。Tb在玻璃中成为 Tb^{3+} (3价铽)离子,产生绿色的荧光。Ce在玻璃中成为 Ce^{3+} (3价铈)离子,产生蓝色的荧光。通过从中选择1种以上的原子作为原料形成荧光材料,能够获得高性能、所有可见区域的波长的荧光。

[0047] (2) 荧光材料的制造方法

[0048] 本发明还提供使用无碱玻璃的荧光材料的制造方法。通过本发明的使用无碱玻璃的荧光材料的制造方法,能够适于制造上述仅由无碱玻璃和稀土原子构成的荧光材料。使用本发明的无碱玻璃的荧光材料的制造方法,基本上其特征在于将无碱玻璃(优选将液晶面板玻璃粉碎而获得的玻璃)和含有稀土原子的化合物进行混合粉碎。

[0049] 根据该方法,不实施高温下的熔融处理,就能够制造将无碱玻璃用作原料的荧光材料。由此,能够以低环境负荷的工艺将废弃的液晶面板等中使用的无碱玻璃作为资源有效利用。另外,由于不对原料玻璃进行高温熔融,因此,能量消耗量少,设备成本和能量成本低,因而能够制造廉价且高性能的荧光材料。

[0050] 在现有技术中,由于无碱玻璃的加工温度高,在进行再熔融的情况下消耗极大的能量,从环境负荷和能量成本方面考虑,几乎不可再循环。根据本发明,获得能够将目前不能再循环但预测今后会急剧增加的废弃的无碱玻璃作为资源有效利用的技术效果。

[0051] 另外,本发明的荧光材料的制造方法优选将无碱玻璃 95 ~ 99.99 重量%和含有稀土原子的化合物 0.01 ~ 5 重量%混合、粉碎。由此,稀土原子以高浓度固溶在作为母体材料的无碱玻璃中,能够获得高性能的荧光材料。另外,由于使用 95 ~ 99.99 重量%的无碱玻璃作为原料,因此,可实现资源有效利用。

[0052] 另外,本发明的荧光材料的制造方法优选包括将无碱玻璃和含有稀土原子的化合物进行机械研磨处理的工序。由于包括这种工序,无需在高温下进行熔融,就可以将作为发光中心的稀土原子固溶在玻璃中。由此,能够利用简单的设备将加工温度非常高且需要利用特殊设备熔融的无碱玻璃作为荧光材料的母体材料加以利用。进而,通过机械研磨处理,由于母体材料以宽范围的组成获得玻璃状态,因此,能够制造在热稳定性、化学稳定性、机械强度、光学稳定性方面优异的荧光材料。

[0053] 本发明的荧光材料的制造方法,使用无碱玻璃作为荧光材料的原料。无碱玻璃例如可以使用从液晶面板回收的无碱玻璃。下面,对从液晶玻璃回收无碱玻璃而获得原料的方法详细地进行说明,但是获得无碱玻璃的方法不限于下面的例子。

[0054] 无碱玻璃的分离例如按下面的流程进行。首先,从由液晶电视等具备液晶面板的显示装置等中取出的、例如图 1 所示结构的液晶面板 1 中除去偏振片 5。偏振片 5 的除去利用公知的机械的方法。接着,将贴合在一起的玻璃基板 2a、2b 分离为两片。具体而言,使用金刚石锯或玻璃切割机等切断工具,将玻璃基板的比密封树脂体 3 更靠近内侧的四边沿该密封树脂体 3 切断成矩形。之后,通过根据需要施加外力,将比原来的大小小一圈的大小的玻璃基板从液晶面板切断并取下。当玻璃基板被取下时,封入的液晶层 4 被开封,液晶以附着于玻璃基板的状态露出。接着,通过使用树脂性的刮墨刀从露出液晶的玻璃基板刮去而除去液晶。

[0055] 从液晶面板等回收的无碱玻璃上,通常附着有滤色片所使用的有机物薄膜、TFT (Thin Film Transistor; 薄膜晶体管)所使用的金属薄膜和无机物薄膜等杂质。这种杂质例如可以通过适当组合喷砂、旋转研磨等现有公知的机械手法、以及例如利用酸性溶液、有机溶剂进行蚀刻等现有公知的化学手法而除去。这样,能够从由使用完的液晶电视取下的液晶面板中回收无碱玻璃。

[0056] 接着,下面对使用通过上述方法制作的无碱玻璃和含有稀土原子的化合物的荧光材料的制造方法详细地进行说明。

[0057] 首先,将作为原料使用的无碱玻璃粗破碎。作为破碎的尺寸,优选 50mm 以下。作为破碎的方法,可以使用现有公知的剪切方式的破碎机、锤击式粉碎机、切碎机等进行破碎。例如,用锤击式粉碎机等对从上述液晶面板回收的液晶面板画面尺寸的无碱玻璃进行处理,将粗破碎为 50mm 以下尺寸的无碱玻璃用作无碱玻璃原料。

[0058] 含有稀土原子的化合物优选使用含有 Eu、Tb、Ce、Sm、Tm、Pr、Er 等的化合物。另外，作为含有稀土原子的化合物，优选使用该稀土原子的氧化物、氯化物、氢氧化物、氮化物、硫化物等。例如，可以使用 Eu_2O_3 （氧化铕(III)）、 EuCl_3 （氯化铕）、 Tb_4O_7 （氧化铽(III)）、 Ce_2O_3 （氧化铈(III)）、 CeCl_3 （氯化铈）、 SmCl_3 （氯化钐）、 Tm_2O_3 （氧化铥）、 Pr_6O_{11} （氧化镨）、 Er_2O_3 （氧化铒）等。Eu、Tb、Ce 通过紫外线的激发， Tb^{3+} 呈绿色的发光， Eu^{3+} 呈红色的发光， Ce^{3+} 呈蓝色的发光。通过从中选择 1 种以上的原子作为原料制成荧光材料，能够获得高性能的、所有可见区域的波长的荧光。为了获得稳定且高效率的发光材料，需要将作为发光中心的稀土原子固溶于玻璃中。

[0059] 接着，将上述无碱玻璃和含有稀土原子的化合物混合、粉碎。作为进行混合、粉碎的具体方法，优选进行机械研磨处理。由此，无碱玻璃与含有稀土原子的化合物的混合物，通过机械研磨承受机械压力即机械能量。这种机械能量转换为稀土原子在无碱玻璃中形成固溶体的能量。

[0060] 根据该方法，能够由上述原料直接获得粉末状的荧光材料。即，通过适当选择机械研磨时的输入功率和研磨装置、以及实际上进行研磨的球等的大小，无需昂贵的合成装置等，能够在短时间内直接获得具有所期望的组成的、由上述原料化合物构成的粉末状的荧光材料。

[0061] 另外，由于荧光材料是利用机械研磨产生的机械能量而合成、制作的材料，因此，以广范围的组成成为玻璃状态。因此，能够制造紫外线的透射率高、热稳定性、化学稳定性、机械强度、光学稳定性优异的荧光材料。

[0062] 在实际的制造中，可以使用行星式球磨机、振动磨机、落下式球磨机等经常使用的任一种机械研磨装置。例如，在使用行星式球磨机的情况下，以 200 ~ 600rpm 的旋转速度进行研磨。关于罐和球，可以使用氧化锆制、玛瑙制、不锈钢制等的罐。关于球的粒径，可以使用直径为 2 ~ 10mm 的球。处理时间根据各自的粉末的反应性进行 1 小时 ~ 50 小时左右。

[0063] 获得的粉末，根据条件，获得几十 nm ~ 几 μm 的粒径的粉末。这种粉末通过与各种树脂复合化成型，能够用作照明用 LED 的荧光体、各种各样的显示元件的荧光体等。另外，由于获得的粉末为玻璃，通过加热会软化，所以也可直接成型。

[0064] 下面，列举实施例更详细地对本发明进行说明，但本发明不限于此。

[0065] <实施例 1>

[0066] 使用行星式球磨机，分别在 15 小时、25 小时、35 小时的时间条件下对无碱玻璃 0.9723g 和氧化铕 0.0287g 进行机械研磨处理，制造由无碱玻璃和稀土原子构成的荧光材料。此时的研磨条件如下。

[0067] • 旋转速度 : 370rpm

[0068] • 罐和球 : ZrO_2 制

[0069] • 球 : 直径 5mm × 160 个

[0070] 图 2 是表示对实施例 1 中获得的荧光材料照射波长为 250nm 的紫外光而激发时的荧光光谱的一个例子的图表，纵轴为 PL (Photo Luminescence) 强度 (a. u.)，横轴为波长 (nm)。在图 2 中，a 表示进行 15 小时机械研磨处理的情况，b 表示进行 25 小时机械研磨处理的情况，c 表示进行 35 小时机械研磨处理的情况。由图 2 所示的结果可知，在实施例 1 中，在进行 15 小时、25 小时、35 小时的机械研磨处理的任一种情况下，都能够获得在 610nm

附近呈现非常强的荧光的粉末。

[0071] 其中,图 2 所示的荧光光谱,使用荧光分光光度计(FP-6500、日本分光株式会社制),按下面的条件进行测定。

[0072] • 激发侧带宽 :3nm

[0073] • 荧光侧带宽 :3nm

[0074] • 响应 :1sec

[0075] • 灵敏度 :Medium

[0076] • 数据读取间隔 :1nm

[0077] • 扫描速度 :100nm/min

[0078] <实施例 2>

[0079] 在与实施例 1 相同的条件下,对无碱玻璃 0.9705g 和氧化铽(Tb_4O_7) 0.0298g 或二氧化硅(SiO_2) 0.9705g 和氧化铽(Tb_4O_7) 0.0298g 进行 15 小时的机械研磨处理,获得荧光粉末,在与实施例 1 相同的条件下测定荧光光谱。图 3 是表示对实施例 2 中获得的荧光材料照射波长为 250nm 的紫外光而激发时的荧光光谱的一个例子的图表,纵轴是 PL (Photo Luminescence) 强度(a. u.),横轴是波长(nm)。由图 3 所示的结果可知,能够获得在 540nm 附近呈现非常强的荧光的粉末。

[0080] <实施例 3>

[0081] 在与实施例 1 相同的条件下,对无碱玻璃 0.961g 和 $CeCl_3$ 0.039g 进行 15 小时的机械研磨处理,获得荧光粉末,在与实施例 1 相同的条件下测定荧光光谱。图 4 是表示对实施例 3 中获得的荧光材料照射波长为 250nm 的紫外光而激发时的荧光光谱的一个例子的图表,纵轴为 PL (Photo Luminescence) 强度(a. u.),横轴为波长(nm)。由图 4 所示的结果可知,能够获得在 370nm 附近呈现非常强的荧光的粉末。

[0082] 可以认为在此公开的实施方式和实施例在所有的方面均为示例,而并非限定。本发明的范围不是由上述说明表示,而是由权利要求来表示,包括与权利要求均等意思及范围内的所有的变更。

[0083] 工业上的可利用性

[0084] 根据本发明,能够极大地抑制从废弃的液晶面板中回收的无碱玻璃向填埋地中的丢弃量,能够有效利用资源。并且,提供能够制造可用于 PDP 和 LED 等具有发光特性的廉价的荧光材料的荧光材料以及荧光材料的制造方法。

[0085] 符号说明

[0086] 1 :液晶面板 ;2a :玻璃基板(滤光片侧玻璃基板);2b :玻璃基板(TFT 侧玻璃基板);3 :密封树脂体 ;4 :液晶层 ;5 :偏振

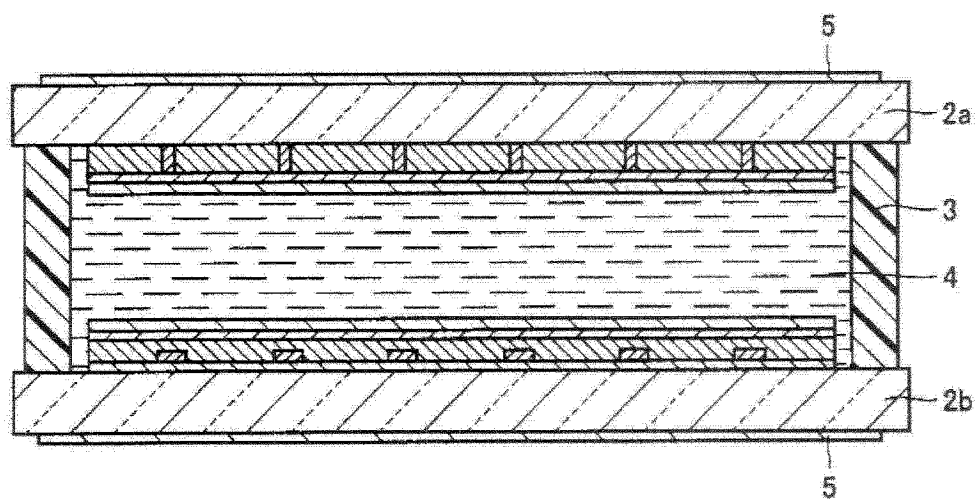


图 1

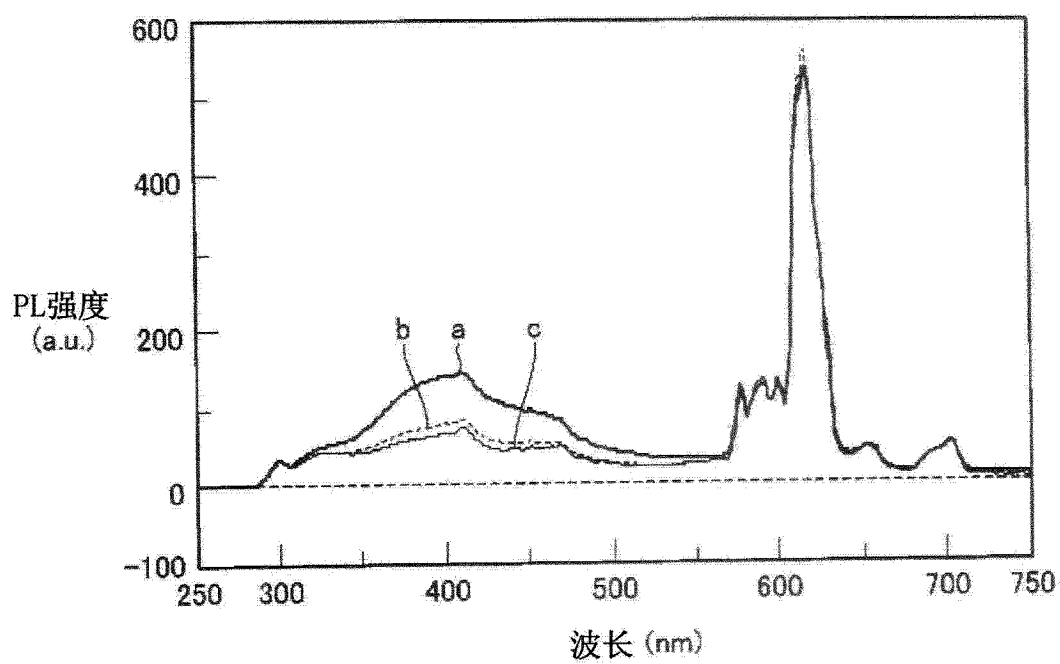


图 2

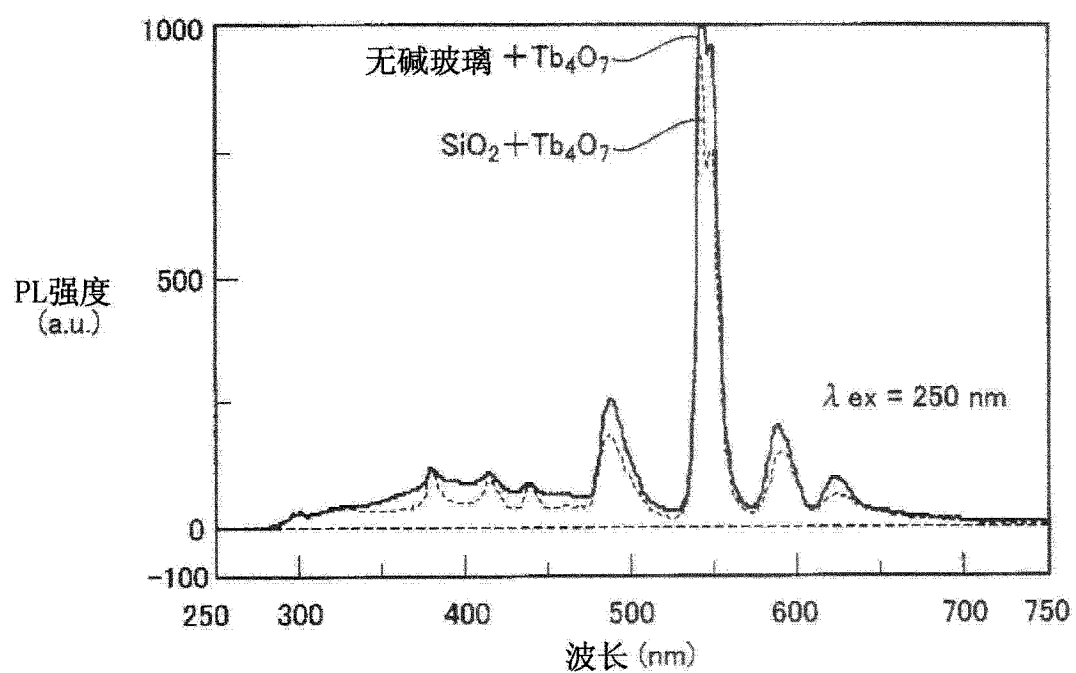


图 3

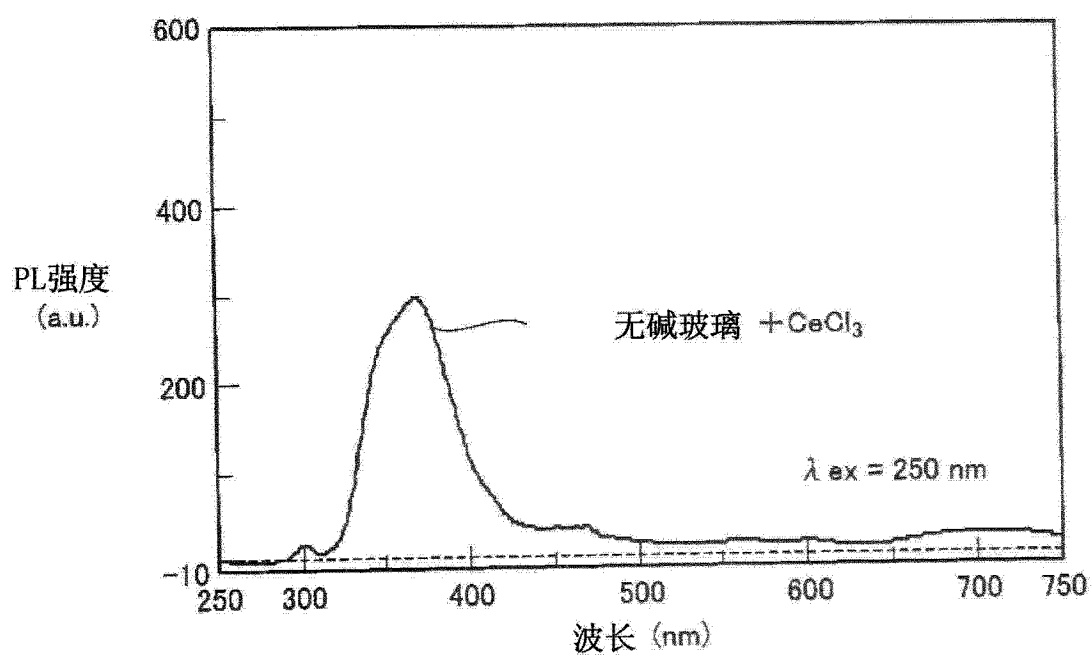


图 4